

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA.

"ESTUDIO DE UN NUEVO TIPO DE PLATO PARA  
COLUMNAS DE DESTILACION".

MARTIN GUILLERMO HERNANDEZ LUNA.

INGENIERIA QUIMICA.

1967.



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**

**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (Méjico).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A mis padres.

Mi reconocimiento sincero al Sr. Dr. Francisco Javier Garfias A., por las enseñanzas que me ha brindado, no sólo en la dirección de este trabajo, sino también durante el tiempo que he colaborado con él.

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA.

PRESIDENTE: I.Q. ALBERTO URBINA DEL RAZO.

VOCAL: I.Q. ALBERTO BREMUTZ NONGE.

SECRETARIO: DR. FRANCISCO J. GARIAS AVALA.

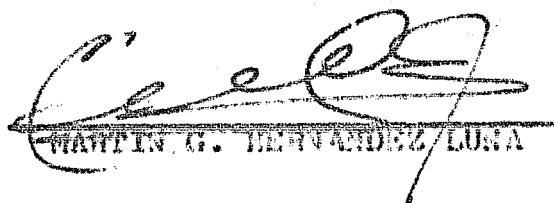
1er. SUPLENTE: I.Q. JOSE CALINDO FUENTES.

2do. SUPLENTE: I.Q. JORGE RIBLES GLENN.

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA: DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES.

FACULTAD DE QUIMICA.

SUSTENTANTE:



Guillermo Fernando Hernandez Luna

ASESOR DEL TEMA:



Dr. Francisco J. Garrias Avala

## **I N D I C E.**

	<b>Páginas.</b>
<b>CAPITULO 1.</b> <b>Estudio bibliográfico.</b>	2
<b>CAPITULO 2.</b> <b>Diseño del equipo.</b>	14
<b>CAPITULO 3.</b> <b>Experimentación.</b>	33
<b>CAPITULO 4.</b> <b>Resultados.</b>	49
<b>CAPITULO 5.</b> <b>Conclusiones</b>	70
<b>NOMENCLATURA.</b>	72
<b>BIBLIOGRAFIA.</b>	74

## R E S U M E N

En la presente tesis se describe un nuevo tipo de contacto vapor-líquido, que fue desarrollado en los laboratorios de la División de Estudios Superiores de la Facultad de Química.

Este plato presenta la ventaja de ser completamente desmontable, sin necesitar de anillos, soportes, pernos o algún otro accesorio para lograr su ajuste con la coraza de la columna.

Para determinar las características de funcionamiento del plato, se construyó una columna de destilación de 4 pulg. de diámetro. Al construir este equipo se pensó también en que satisfaciera ciertas necesidades de la División, en lo tocante a purificación de solventes por destilación.

Se incluye una recopilación bibliográfica de los contactos vapor-líquido diseñados para columnas de destilación que han aparecido publicados en la literatura a partir de 1930.

## C A P I T U L O    1

### Estudio Bibliográfico

Se hizo un estudio de la bibliografía publicada desde 1930 hasta la fecha sobre los diseños de contacto líquido-vapor utilizados en destilación. Esta revisión bibliográfica se efectuó con el propósito de evitar una duplicidad de esfuerzos, en el caso de que el diseño objeto de esta tesis, hubiera sido ya publicado en la literatura.

Se ha juzgado que la clasificación más razonable de toda la información bibliográfica recibida, debe hacerse tomando en consideración el aspecto geométrico de los diseños.

El desarrollo de los diseños de contacto se ha orientado hacia el incremento de la relación área interfacial líquido-vapor por volumen. Cabe hacer notar que el área interfacial líquido-vapor no guarda necesariamente relación con el área sólido-aire que presentan los diseños de contacto, cuando no se encuentran en operación. Sin embargo, existen diseños en los que el área interfacial sólido-aire guarda una cierta relación con el área interfacial líquido-vapor, como es el caso de los empaques. En otros diseños el área interfacial no es directamente proporcional al área interfacial sólido-aire, lo cual puede observarse en el caso de las cargas perforadas.

Esta relación entre la superficie, sólido-aire de un diseño y la interfase líquido-vapor, servirá de base para clasificar los diseños de contacto en los siguientes tipos:

A.- Discos en los que la superficie sólido-aire guarda una cierta relación con la interfase líquido-vapor que se produce durante la operación.

B.- Discos de contacto en los que la superficie sólido-aire no guarda proporcionalidad con la interfase líquido-vapor que se forma durante la operación.

Dentro de los discos tipo A, éstos pueden guardar un arreglo definido dentro de la columna, o no presentar orden alguno. Esto obliga a subdividir los discos en:

A 1.- Ordenados

A 2.- Al azar

En los discos tipo B, el contacto se logra de dos maneras reteniendo un sello de líquido a la salida de los ductos u orificios que conducen el flujo de vapor o que de acuerdo a la forma y distribución del disco, se forman delgadas películas de líquido en los intersticios del mismo. Estos discos quedarán subdivididos en:

B 1.- Con retención de sello líquido

B 2.- Sin retención de sello líquido.

Discos de contacto tipo A 1. De acuerdo a la geometría que presenta el diseño, sin duda el más simple, es el de las columnas-de pared mojadas, las cuales suelen tener tubos concéntricos (38, 39, 56, 71, 140), que son utilizadas solo en laboratorio; o columnas multitubulares (62, 95, 148). Otro tipo de espárrago consiste de láminas verticales de aluminio (10), o láminas inclinadas que distienden el líquido a lo largo de cada unidad (129); así como otras que empiezan en posición vertical, sirven para poner en contacto los fluidos (66, 67). Witzel desarrolló una columna con espárrago de

### vidrio colocada verticalmente (184).

Para obtener un mejor contacto con la pared, Podbielniak ideó un diseño a base de alambre de grueso calibre, en cuya superficie se presentan incisiones de diferentes arreglos (124, 125, -- 147); un empaque similar se obtiene al fijar un resorte sobre una barra central de vidrio (142). Un diseño sencillo para ser utilizado en el laboratorio es el construido por un serpentín con varilla de vidrio (128). Un empaque de contacto consiste de una serie de elementos en zig-zag, de igual número de vueltas, que son colocados formando hilos apice con ápice (33, 107). El empaque Goodice consiste de tubos hechos de anillos con alambre Nonel, formando cintas plegadas (16). Empaques un poco diferentes a los anteriores, son los formados con charolas corrugadas de multicapa (138) y algunos cuerpos simétricos aconchados radialmente (29).

Diseños de contacto tipo A 2. Dentro de los diseños de superficie, los empaques de forma cilíndrica son los más comúnmente usados en columnas de destilación. Doce diseños de contacto basados en el anillo Rashig han sido ilustrados (90 p. 423), además de seis unidades de empaque de forma no cilíndrica, también basados en el anillo Rashig. Se cuenta con otro empaque en forma de anillo con los bordes doblados (182) o con vástagos axiales (103). Se detallan algunos cuerpos esféricos para llenar columnas de destilación (24, 52). Empaques de llenado como medios de contacto vapor-líquido de diversas formas, se describen (23, 27, 57, 137, 139, -- 163).

Un tipo de empaque con arreglo al azar se forma de látigo-metálico en forma de estrella, con seis puntas simétricamente orientadas.

tadas; tres ápices se doblan hacia arriba y los otros tres hacia abajo (167). Otro empaque en forma de estrella, de longitud igual al diámetro de la columna, ha sido utilizado en destilación (118). Hélices con aspas prismáticas han sido utilizadas en columnas de laboratorio (185). Se han trabajado con diferentes hélices hechas de níquel con uno o varios dobleces (47, 49, 92, 169, 183). Al igual que en caso anterior, se obtiene un empaque de fácil fabricación, por medio de tubos anudados (161).

Refira hueco de rejilla de alambre, con cortes dentados en su interior (72), se modificó al adicionarle 4 dientes triangulares en la circunferencia meridional (73). Para columnas con fines industriales, también se tienen empaques a base de rejillas hechas con alambre (127). El empaque Diz on, se construye a base de láminas de material filamentoso, o cuerpos tejidos de alambre, lana de vidrio o resinas sintéticas. El tejido puede tomar la forma de anillos Rashing Lessing, sillas Berl, o cualquier otro diseño similar (35, 36, 37). Este mismo material también se ha utilizado en forma de lámina corrugada (34).

Se ha estudiado el funcionamiento de tres tipos de empaque en forma de rejilla y construidos de material cerámico (109).

A continuación se mencionan una serie de empaques construidos con mallas metálicas. En forma de anillos Rashing, se construyeron varios empaques con diferentes tipos de mallas (44, 172, 173). Un empaque de malla metálica, en forma de anillo, teniendo diámetro y longitud, por lo menos de la mitad del diámetro de la columna, es utilizado en equipo a escala (65). Rodillos cilíndricos formados

de malla metálica, constituyen el llamado empaque Cannon (38). La unidad de empaque McMahon, está hecha en forma de silla de montar, a base del mismo material (104). Varios tipos de empaque se construyen con malla metálica expandida. Estos empaques llamados -- "spraypak", fueron estudiados en una columna rectangular (105). Se han empleado como medios de contacto simplemente telas de alambre dobladas (132).

Se mencionaría a continuación, algunos de los materiales que han servido como medios de contacto. La razón principal de utilizar estos materiales, es que la mayoría de ellos no son fabricados para este fin en particular. La ventaja que presentan radica principalmente en su resistencia a la corrosión, y no así en la geometría del diseño. Materiales porosos (126, 164), fibra de vidrio (54, 81, 99, 108), carboncundum (47) y varios empaques de vidrio (115).

Diseños de contacto tipo B 1. Dentro de este tipo de diseños de contacto vapor-líquido, están incluidos los más utilizados en la industria, los barbotadores con cauchuga. El principio del barbotador con cauchuga fue introducido en 1854 por Champonnois - para instalaciones industriales (90). Se enumeran a continuación solo algunos de los platos de barbotadores reportados en la literatura. No se incluyen aquellos diseños que resultan al hacer una pequeña modificación al barbotador clásico. El barbotador con cauchuga puede hacer de 3 cilindros concéntricos: el cilindro exterior tiene una boquilla de admisión de vapor en su parte baja, el siguiente conduce el líquido; y el cilindro interno pone en contacto el vapor con el líquido en el espacio anular (144). Un plato de ~~barbotadores~~ con espiralinas, provisto de un dispositivo que hace fluir radialmente el líquido del centro de la charola a la periferia.

ria, para ser drenado al centro de la charola inferior, ha demostrado una operación más estable en la columna (89). El barboteador con cachuchas Bruun, tiene la desventaja, que las bajantes se encuentran fuera de la columna (22). Han aparecido detalles estructurales de varios platos con barbotadores (1, 6, 7, 9, 18, 31, 66, 83, 88, 159). Platos que utilizando celdas se asemejan a los barbotadores, han sido empleados en columnas de destilación (50).

En lo que se refiere a platos perforados, el diseño puede presentar las perforaciones con bordes, en forma de pequeños cráteres (162), o con perforaciones dobles (134). Se cuenta con charolas perforadas con flujo circular de líquido (106) y charolas inclinadas con flujo radial (84). El extremo del plato se dobla hacia abajo para obtener una mejor distribución del vapor en la cara inferior de la charola (146). En un equipo de contacto sin bajantes, las charolas perforadas tienen una especie de chimeneas dispuestas en paralelo a lo largo del plato. En la parte superior de la cara lateral de la chimenea, se encuentran las perforaciones por donde fluye el vapor, y en la parte baja de la misma se tienen perforaciones más grandes por donde derrama el líquido (130). Algunos platos perforados con variantes de menor importancia han aparecido (28, 68, 176).

Se dispone de toda una serie de discos de contacto, utilizando el principio de las cachuchas tipo válvula. El principio consiste en presentar una mayor o menor área de flujo al vapor, de acuerdo con su presión. Encima de las perforaciones de ascenso de vapor, se encuentran unos pequeños platillos capaces de ser levantados por la presión del vapor. Se tiene el diseño desarrollado por la Compa-

qia Glitsch (53), la charola ballast (133), Uniflux (13), Flexitray (112) y válvula flotante (63; P2, 161).

El plato Kock tipo cascada, consiste en una serie de pequeñas placas colocadas horizontalmente en forma escalonada, y una serie de mamparas situadas sobre cada una de ellas, para desviar el flujo de vapor, hacia la fase pecada que se encuentra retenida en cada plato (51). El plato Fenturi, está formado de una serie de placas metálicas inclinadas y espaciadas horizontalmente (51).

Entre un eje central y la pared de la columna, se encuentra una espiral de platos en posición horizontal. Cada plato tiene un sector que retiene el líquido y otro que permite el paso del vapor. El extremo de la parte de la charola perforada se dobla hacia arriba, hasta alcanzar el plato superior (96). Los platos de rejilla están hechos de tubo doblado en forma de espiral de Arquimides (1). Se describe una torre de destilación con charolas perforadas oblicuas, con aspas verticales que dirigen el líquido hacia los vertederos (61). Se ilustra otro equipo con platos inclinados y mampara distribuidora de líquido (42). Cada diseño de contacto consiste de tubos verticales en paralelo sobre el plato. El líquido entra al tubo por las perforaciones de su parte inferior, y es arrastrado hacia arriba por el vapor, a través del espacio anular, hasta su extremo superior (8). El área de cada plato, se separa en dos partes iguales de forma sinusoidal, para asegurar que la corriente ascendente del vapor se ponga en contacto con el líquido que cae (85). El plato consiste de una zona no perforada y un segundo sector con perforaciones. Una serie de láminas verticales une las partes no perforadas de los platos entre sí, formando un dispositivo capaz de

contener la fase pesada, a donde se hace fluir el vapor por medio de ductos de descarga (77). Cada plato de destilación consiste de un -- disco con una abertura circular en el centro, y una separación radial desde dicha abertura hasta su extremo. A estos discos perforados, después de abrirseles la abertura radial, se les coloca uno sobre otro, formando una espiral (94). El plato perforado es de forma nonnalada, de sección rectangular con arreglo espiral, partiendo del centro a la periferia, o viceversa (75). El plato de destilación lo forman una serie de gametas metálicas, acopladas a lo largo de la sección recta de la columna a intervalos uniformes (14). Un plato consiste de un disco con aspas colocadas en forma tal, que dirigen la corriente de vapor a la periferia de la columna, pasando a través de la fase pesada, retenida por medio de mamparas (5).

En repetidas ocasiones se han empleado superficies onduladas, para la construcción de platos de destilación. Tal es el caso de los diseños Ripple (65) y algunos otros (58).

Algunos platos más, en donde existe retención de líquido, -- para lograr el contacto vapor-líquido, que no difieren mucho de los anteriores, son (43, 78, 79, 98, 117, 120, 160, 168, 171, 175, 178, 179, 180).

d).- Diseños de contacto tipo B 2. Se incluyen a los diseños basados en el principio de retención inertial de líquido en coledas, o dispositivos similares, por donde pasa el flujo de vapor. Tal es el caso del empleo de mallas metálicas, telas de material fibroso como lana de vidrio y resinas sintéticas en posición horizontal (36, 114, 136); pudiendo estar equipados con mamparas no reflectoras (255). Otro empaque similar, se fabrican de malla de

litas dobles, de los que se dobla la mitad de una de las capas hacia arriba, y se acomodan una sobre la otra alternadamente, orientadas a  $90^{\circ}$  (12, 59, 148). La malla también es empleada formando una espiral fija a una barra central de vidrio (91). Se han empleado también mallos metálicos corrugados (181). Se han construido platos en forma de rejilla a base de mallos metálicos de una capacidad considerable (46). Un empaque que presenta una baja caída de presión, es el constituido por mallos metálicos, colocadas paralelamente en forma de prismas verticales (45). El empaque Stedman consiste en mallos metálicos en forma de conos, que son acomodados opuestos el uno del otro. Es decir, se acomodan uno sobre otro ápice con ápice y base con base (70, 152, 153, 154, 155, 156, 157). La tula de alambre quale sea utilizada sobre las cojuchas de los barbotadores (176). Un empaque se forma con tela de alambre, teniendo un arreglo piramidal en hilos; las partes de unión de las pirámides están colocadas para ponerse en contacto con una unidad adyacente, situadas en las esquinas de los triángulos equiláteros (15). Se dan algunos detalles estructurales de este último diseño (17). Las unidades tienen como medio de contacto, una serie de nudos arreglados de manera tal, de lograr un taliz de configuración lineal (74).

Se utiliza como empaque una lámina metálica, que ha sido doblada en forma de cubo. Estos cubos se acomodan paralelamente y separados por pequeñas membranas (116).

Para poner en contacto ambas fases, se ha seguido un método a base de platos en forma de reja, que consiste en hacer fluir petit a petit el líquido, dando lugar a pequeños cascabeles (101). Al llegar a circular en forma de reja se le corta un pequeño círculo, por donde pasa la corriente de vapor. Los discos se colocan por pares con la

abertura para vapor en posición opuesta (69). Platos similares a estos, son los llamados Turbogrids (100). Columnas de destilación han sido empaquetadas con láminas metálicas en forma de rejilla (111), pudiéndosele dar un arreglo espiral (93), o con ondulaciones formando una especie de panal (110). Un efecto similar al plato de rejilla, se obtiene con perforaciones por las cuales gotea el líquido descendente (19), o con barbotadores con perforaciones en la cara lateral (25). El contacto se logra, al hacer pasar el vapor a través de las hojas curvas perforadas. En sus bordes, las hojas perforadas tienen surtidores dirigidos hacia la superficie del líquido (158).

Se han construido platos, con una o varias ranuras por donde cae el líquido. Este es el caso del plato Thorman, en el que se encuentra una cubierta sobre la ranura; las paredes laterales de la cubierta son dentadas (131). El plato West, consiste de una base metálica, a la cual se le hace una abertura longitudinal para permitir el paso del vapor. A lo largo de estas aberturas, se colocan canales invertidos con perforaciones laterales, que las tapan por completo (40). Otro plato está construido de dos rejillas cortadas horizontalmente, colocadas una arriba de la otra con un cierto ángulo de inclinación (102). Se cuenta con otros platos cortados de este tipo (149).

El diseño de contacto consiste de varias charolas superpuestas horizontalmente, que ocupan toda la sección recta de la columna. Cada una de estas charolas está dividida en seis zonas, teniendo cada zona un ángulo de inclinación de  $60^{\circ}$  (80). Para aumentar la zona de contacto entre las fases, el plato en forma de campana, está dividido por un plano elipsoidal entre la salida y entrada de líquido (151).

Seguidamente se mencionan varios diseños de contacto en los cuales, las corrientes se dirigen en tal forma, de dar posibilidad de encuentro a las dos fases. Charolas con vertederos de líquido en direcciones precisas (30). Otro procedimiento de lograr el contacto entre fases, es el de dispersar la fase líquida, al golpearla contra la pared de la columna (11). El vapor y el líquido se pueden poner en íntimo contacto bajo condiciones uniformes, en una serie de cascadas, y separarlos por una fuerza centrífuga (97). El mismo vapor también puede dispersar el líquido en pequeñas gotas, emergiendo de las ranuras de los platos, y suspendiéndolo en la fase gaseosa (41). El goteo del líquido de un plato a otro también se ha aprovechado (350).

De entre los diseños de contacto con partes móviles, se cuenta con un disco rotatorio que sirve para facilitar la aspersión del líquido (177). Un tornillo rotatorio acondicionado a una cámara cilíndrica, hace que se forme una película de líquido, mientras entra el vapor por la parte baja de la cámara (121). Un tambor móvil con una serie de cámaras espirales impulsadas por el vapor, propician el contacto entre fases (120). Utilizando espirales, se pueden conseguir movimientos oscilatorios y eccentricos (119). Los vapores y el líquido pasan a contracorriente a través de un tubo fraccionador rotatorio, creando así fuerzas circulares (122, 143). El cuerpo rotatorio también puede ser de material poroso (64). Una columna rotatoria inclinada 14° con respecto a la horizontal, está empacada con láminas de acero inoxidable perforada y en espiral (150). La columna cuenta con platos fijos y rotatorios (124). Cada plato consiste de un fondo perforado y una cámara de contacto sobre él.

cual está localizado un anillo separador hecho de un ventilador centrífugo (4).

Otro método por el cual se obtiene el contacto, es atomizando el líquido a través de la corriente gaseosa. Es este el caso de columnas con mamparas verticales provistas de aspersores y ductos de ascension del gas (136). Un plato similar es atomizado con vapor (123). La aspersión de la fase líquida se lleva a cabo en cámaras, por las cuales se hace pasar el flujo de vapor (135). Se ha estudiado también la atomización en platos de rejilla (119).

## C A P I T U L O 2

### "DISEÑO DEL EQUIPO"

Sobre la base de que el nuevo tipo de plato sea de fácil supervisión y mantenimiento, se pensó en desarrollar un plato que satisfaciera los siguientes requisitos:

1.- Para facilidad de limpieza de la torre, ésta no debe presentar dispositivo alguno permanentemente sujeto a la coraza, ya sea remachado, soldado o atornillado.

2.- Tanto el acomodo de los platos dentro de la columna, como la operación de sacado, debe efectuarse con suma rapidez y facilidad.

Un plato que llena estos requisitos, se desarrolló en la forma siguiente: A un disco de diámetro ligeramente mayor que el diámetro interno de la columna, se le traeuela en tal forma que el cuero resultante sea un cono con falda ondulada. Al adoptar la forma cónica, la charola podrá introducirse fácilmente dentro de la columna. Ya dentro de la torre, se presionan los platos en sentido vertical y hacia abajo, de tal manera que la altura a de los conos disminuya progresivamente, lo cual con esto que aumente el diámetro de la base del cono, hasta que se llegue al punto en que el plato pierde su forma cónica, y se logra el sellado con la pared interna de la columna. El detalle se ilustra en la fig. (2-1).

Las ondulaciones que se le dan a la falda del cono, facilitan que pierda su forma sin sufrir el material contracciones o expansiones. Arbitrariamente se fijaron en 8 el número de ondulaciones; es posible que aumentando el número de ellas se facilite

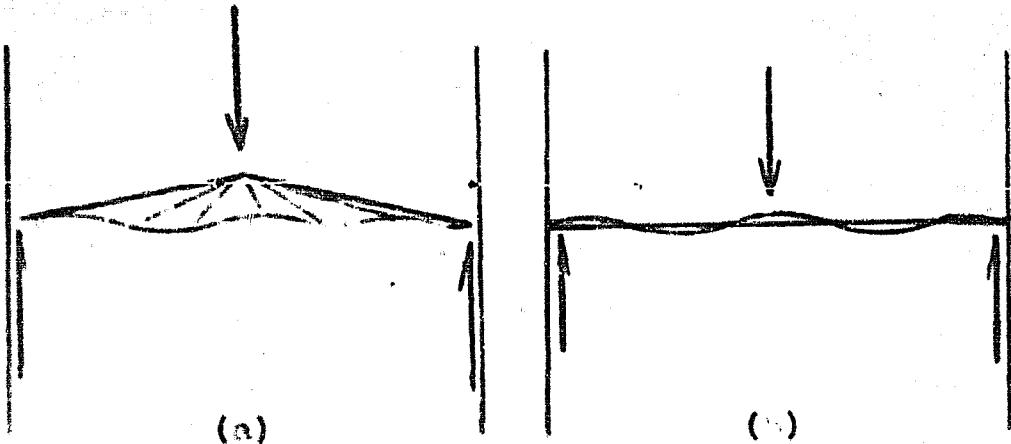


Fig. 2-1

la recuperabilidad de la forma original.

Se utilizaron discos de aluminio de 10,0 cm. de diámetro. Para que entren holgadamente a la columna, de 9,9 cm. de diámetro interno, es necesario troquelarlos en conos de un diámetro de base de 9,8 cm. y de 1 cm. de altura.

La altura de las ondulaciones se fijó arbitrariamente, y así se tiene que entre un valle y una cresta hay una diferencia de altura de 3mm.

Hasta aquí se han pormenorizado aquellos detalles de construcción que llenan los requisitos ya anotados; ahora bien, hace falta completar el diseño del contacto para que sirva como un plato de destilación.

El criterio general adoptado en el presente trabajo para especificar las dimensiones del equipo de contacto, consistió en tomar las medidas más comunes reportadas en la literatura para columnas de destilación (187,188), guardando desde luego la rela-

ción debida. Con este diseño se pretende que la columna dé un buen servicio a la División de Estudios Superiores bajo diferentes condiciones de operación.

Los platos se cargan por la parte superior de la columna, en donde se colocan alternadamente unos con el ápice hacia arriba y otros con el ápice orientado hacia abajo. Ver fig. (2-2). Las bajantes que van de un plato al inmediato inferior se localizan de acuerdo con la orientación del ápice: en la periferia cuando se coloca el ápice arriba y en el centro cuando queda el ápice dirigido hacia abajo. La bajante desempeña además la función de separar los platos entre sí, y de transmitir la presión que se ejerce sobre el plato superior a todos los demás. Al contar con bajantes periféricos y centrales alternadamente, se presenta flujo ra-

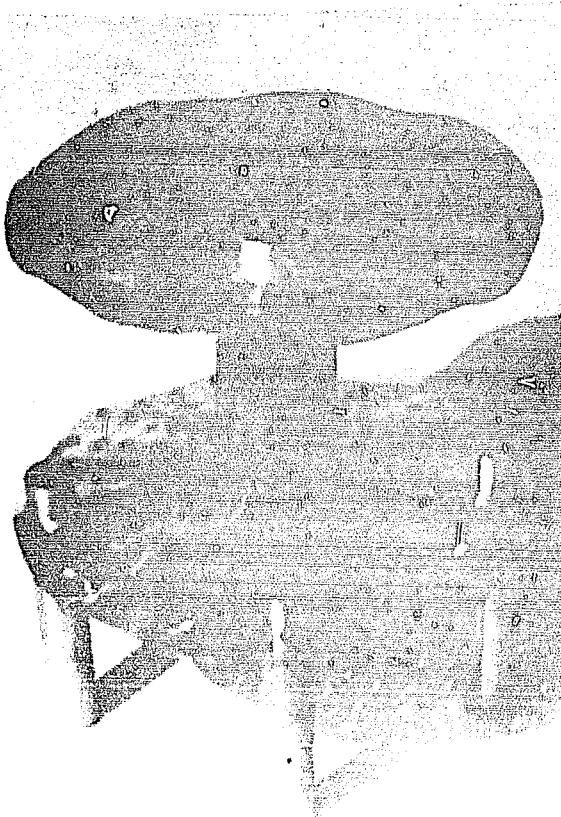


Fig. 2-2

dinal de líquido, lo cual conduce a una mejor distribución de la base pesada y a un menor gradiente de sello líquido en el plato.

Se logró un buen ensamble de las bajantes con los platos sin necesidad de hacer uso de remaches, tornillos o soldaduras, como se ilustra en la fig. (2-2).

La bajante central, fig. (2-3) consiste de un tubo de aluminio de 7/8 pulg. de diámetro externo por 2 1/4 pulg. de largo. En el extremo del tubo que sirve como vertedero y a lo largo de 3/8 de pulg., se rebaja por fuera a la mitad el espesor del tubo, con el objeto de presentar un tope a la charola. La charola ha sido previamente perforada en el centro a un diámetro justamente igual al del tubo adelgazado. La longitud del tubo adelgazado corresponderá a la altura del vertedero de la charola.

En el otro extremo del tubo de la bajante, que funciona como distribuidor de líquido y a la vez como punto de apoyo con el plato inferior, se encuentran cuatro aberturas. El punto más alto de la abertura, una vez presionados los platos, deberá quedar a un nivel más bajo que la parte alta del vertedor de la charola inferior, lográndose así el sello líquido. El área de las aberturas es aproximadamente igual al área de la sección recta de la bajante.

Las cuatro bajantes periféricas, fig. (2-4), se construyeron de tubo de aluminio de 3/8 pulg. de diámetro externo por 2 1/4 pulg. de largo. El diseño de estas bajantes es similar al de las bajantes centrales, con excepción de las aberturas distribuidoras de líquido. En este caso, se hizo un corte diagonal en

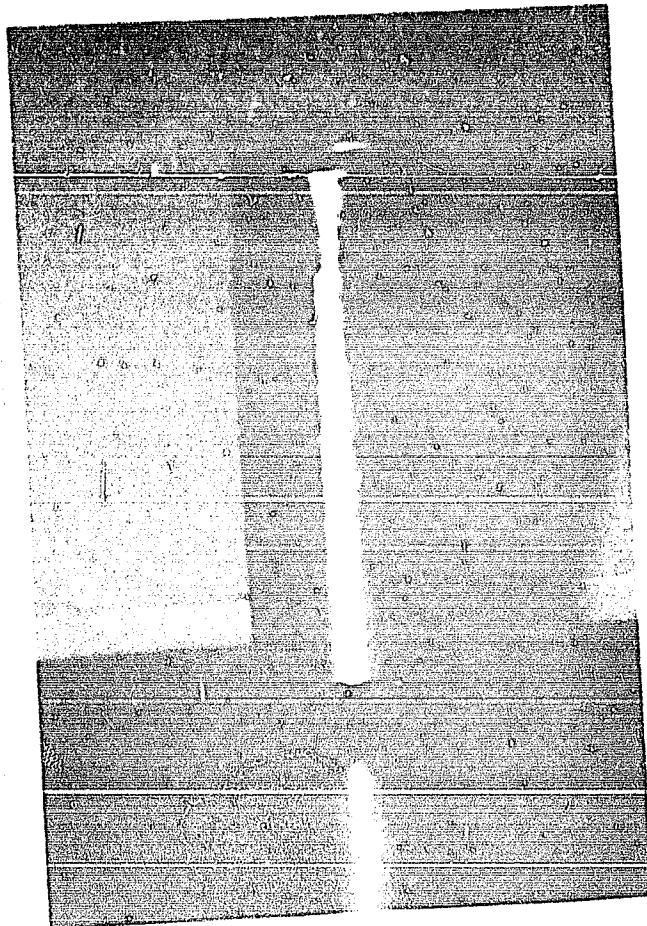


Fig. 2-3

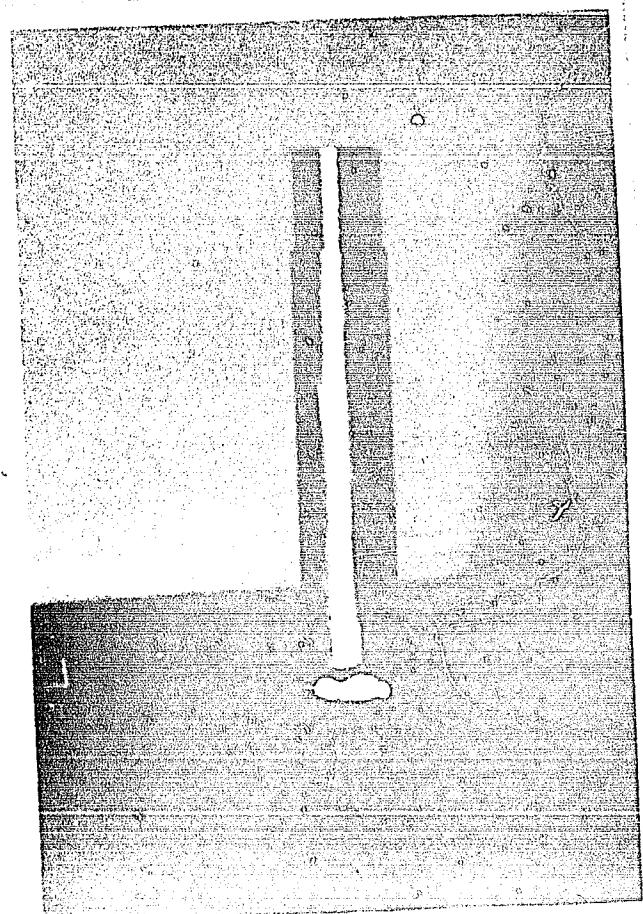


Fig. 2-4

la parte inferior. Para contar en el plato con un sello líquido, la altura máxima de la abertura deberá ser menor que la altura del vertedero correspondiente. Es conveniente orientar las bajas-  
tes periféricas con las aberturas hacia la pared de la columna, - para lograr una buena irrigación de líquido en el plato.

Las perforaciones se encuentran distribuidas en el plato radialmente, y con de diferente diámetro, fig. (2-5). En los va-  
lles la altura del líquido es mayor que en las crestas, y por lo  
mismo la resistencia al flujo del vapor es también mayor. Para -  
lograr el mismo flujo de vapor a través de todas las perforacio-  
nes de la charola, es por lo tanto necesario que las perfora-  
ciones en los valles sean mayores que en las crestas.

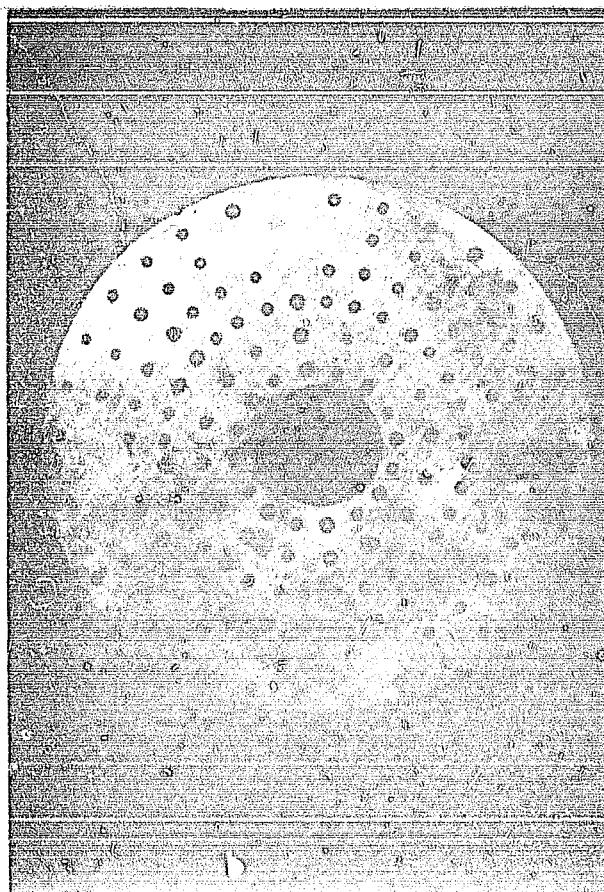


Fig. 2-5

### Descripción mecánica del diseño

#### A) Materiales de construcción

- 1.- Charola: Aluminio
- 2.- Bajantes: Aluminio

#### B) Tipo de charola: Perforada

#### C) Dimensiones del plato

- 1.- Perforaciones: 1/16 pulg. de diámetro en las crestas y 5/64 pulg. de diámetro en los valles.
- 2.- Número de perforaciones: 104 en las crestas y 36 en los valles.
- 3.- Espaciamiento entre las perforaciones: 1/8 pulg.
- 4.- Área total de las perforaciones: 0.590 pulg<sup>2</sup>
- 5.- Espesor de la lámina: 1/32 pulg.
- 6.- Arreglo de las perforaciones: Radial.

#### D) Datos de las bajantes

##### 1.- Periférica

- a) Tipo: tubular vertical
- b) Perímetro: 4 11/16 pulg.
- c) Espesor 1/32 pulg.
- d) Área total de la sección recta de las 4 bajantes: 0.906 pulg<sup>2</sup>
- e) Distancia del borde superior de la bajante a la charola: 3/8 pulg.
- f) Distancia a la charola inferior: 7/8 pulg.

##### 2.- Central

- a) Tipo: tubular vertical
- b) Perímetro: 12 5/8
- c) Espesor: 1/32 pulg.

d) Área de la sección recta: 0.51 pulg<sup>2</sup>

e) Distancia del borde superior de la bajante a la charola:  
3/8 pulg.

f) Distancia a la charola inferior: 7/8 pulg.

E) Datos del vertedero

1.- Periférico

- a) Altura: 3/8 pulg.
- b) Espesor: 1/32 pulg.

2.- Central

- a) Altura: 3/8 pulg.
- b) Espesor: 1/32 pulg.

3.- Ajustable: No.

F) Límites de perforaciones

1.- De la bajante central a la primera hilera de perforaciones:  
1/8 pulg.

2.- De la bajante periférica a la última hilera de perforaciones:  
1/8 pulg.

3.- De la pared interna de la columna a las últimas perforaciones:  
1/8 pulg.

G) Generalidades

1.- Diámetro interno de la columna: 3 7/8 pulg.

2.- Distribución de mamparas: No hay

Construcción del equipo y accesorios

Charolas.-

Se cortaron cuadrados de lámina de aluminio de 1/32 pulg.  
de espesor, de aproximadamente 11 cm. de lado pegándose unas sobre  
las otras por medio de adhesivo de contacto, en tal forma que se

lograra un cuerpo lo suficientemente consistente para poder ser tornado, a un cilindro recto de 10 cm. de diámetro. En total se hicieron en la misma forma 2 cilindros de 10 láminas cada uno; un cilindro correspondiente a las charolas con bajantes en la periferia y el otro para charolas con bajante central. Estos cilindros fueron perforados con taladro, y al ser sumergidos en un baño de acetona, que disuelve el adhesivo separando a los discos. A estas charolas con todas sus perforaciones, tanto aquellas por las cuales fluye el vapor, como las grandes en donde se ensanchan las bajantes, se les dio la forma cónica con falda ondulada. Para tal efecto se fabricaron algunos troqueles. La superficie que debía presentar la charola, primero se moldeó en plastilina, sobre la cual se hizo un colado en yeso. Este molde de yeso sirvió a su vez para obtener el troquel de resina epoxi. La composición en peso de la mezcla de resina epoxi usada, fue la siguiente:

Eporesin 190 . . . . .	50%
Versamid . . . . .	12%
D.T.I. . . . .	1%
Polvo de cuarzo . . . . .	37%

Esta formulación que se adoptó después de algunas pruebas, presentó las siguientes características: tiempo de gelado 40 min; aún cuando la reacción es fuertemente exotérmica no se notaron huecos ni en la superficie ni en el interior del material, y una considerable resistencia a la compresión de 3000 Kg.

Sobre el molde de resina epoxi ya endurecido, se virtió más resina epoxi, con el objeto de obtener el molde contrario correspondiente.

Para troquelar el disco de aluminio, se coloca entre los dos moldes de epoxi, y se aplica una carga de 2000 Kg.

Plato.-

Para el ensamble de las bajantes con la charola se requirió una maquinación de tal precisión, que el acoplamiento entre las charolas y las bajantes fuera muy justo, con el fin de lograr cierta rigidez en el diseño.

Colocación de los platos.-

En la parte baja de la columna se encuentra instalada una placa perforada sujet a a una brida de unión. Esta placa es un -- disco de aluminio de 1/16 pulg. de espesor con perforaciones de - 1/4 pulg. en arreglo cuadrangular, sobre la cual se colocan alter nadamente los platos.

Como al hacerse presión sobre los platos, se observó que las bajantes de la periferia se patinaban sobre el plato inferior, se colocaron cuatro topes en cada plato con bajante central. Estos topes consisten de pedazos de alambre que se hacen pasar por las perforaciones contiguas a la zona donde descansan las bajantes pe riféricas.

Para aplicar presión a las charolas cónicas, se empleó un tornillo de bronce que gira a través de una placa de aluminio de 1/4 pulg. de espesor. Para sujetar la placa de aluminio se aprovecha el sistema de bridas de la parte superior de la columna. A la placa se le hicieron perforaciones de 1/4 pulg. de diámetro en -- arreglo cuadrangular, para dejar pasar los fluidos. Como se apre ció que al bajar el tornillo, se comunicaba un movimiento giratorio a las charolas, hubo necesidad de intercalar un balero entre la placa superior y el tornillo.

La presión que se ejerce sobre los platos, se suspende al observar que los platos han alcanzado la posición horizontal, fig (2-1 b)

#### Generalidades acerca de la columna

##### Hervidor.-

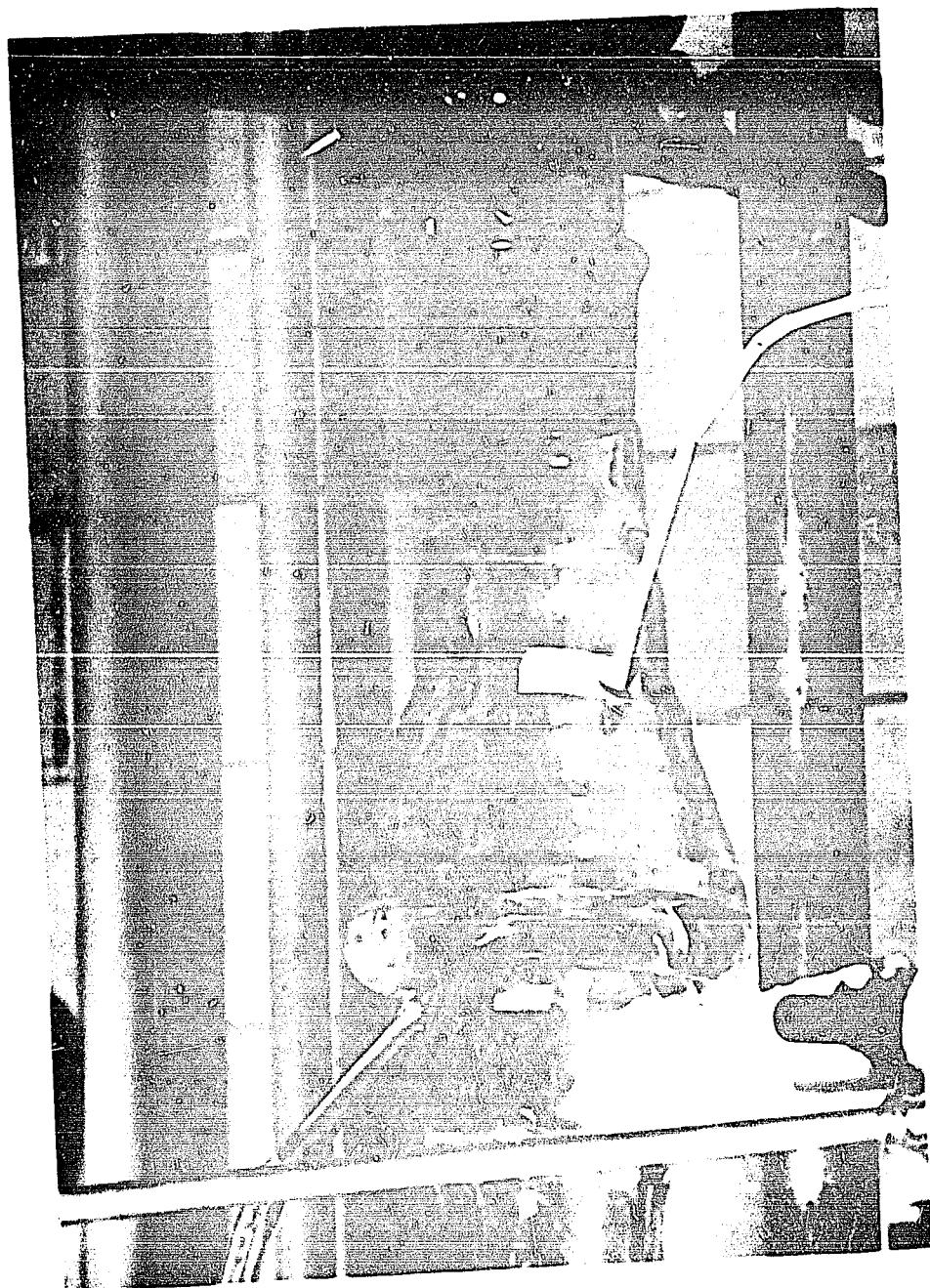
El hervidor lo constituye un matraz de tres bocas de una capacidad de 5 lts, rodeado de una manta calefactora hemisférica de 675 watts y una cinta de 200 watts. Por la boca central sale el vapor y por las dos pequeñas laterales se hace retornar las corrientes de líquido.

##### Columna.-

Un tubo de vidrio pyrex (doble grueso) de 4 pulg. de diámetro nominal y 30 pulg. de largo constituye la columna de destilación. En los extremos de este tubo se encuentran reducciones de vidrio de 2 pulg. y del mismo espesor, unidas a la columna por abridas.

##### Recolectores.-

Entre la reducción de la parte inferior de la columna y la boca central del hervidor, se intercaló un dispositivo que sirve para medir toda la corriente de líquido que desciende de la columna, y se hace ir al hervidor a través de una tubería anexa a la columna. Los recolectores consisten de un tubo de vidrio de 3 pulg. de diámetro, que en su parte media tiene un canal circular que colecta el líquido que desciende por las paredes, tal y como se ilustra en la fig. (2-6). Para evitar que las gotas que pudieran caer libremente por el interior del tubo al hervidor, se colocó sobre la canal un cono metálico que las desvía hacia las paredes.



Se cuenta en la columna con dos recolectores de corriente de líquido: uno que recoge todo el líquido que baja por el plato inferior y otro que recoge el líquido que cae del condensador. El líquido recolectado se envía por una tubería que tiene un recipiente aforado; midiendo el tiempo que se tarda en llenar el recipiente se determina el flujo volumétrico. La relación de reflujo se logra determinar midiendo aquella parte del líquido que se saca del recolector superior y se alimenta en el hervidor.

Condensador.-

El condensador está construido de dos serpentines de cobre conectados en serie, fig. (2-7). Un serpentín externo es de tubo

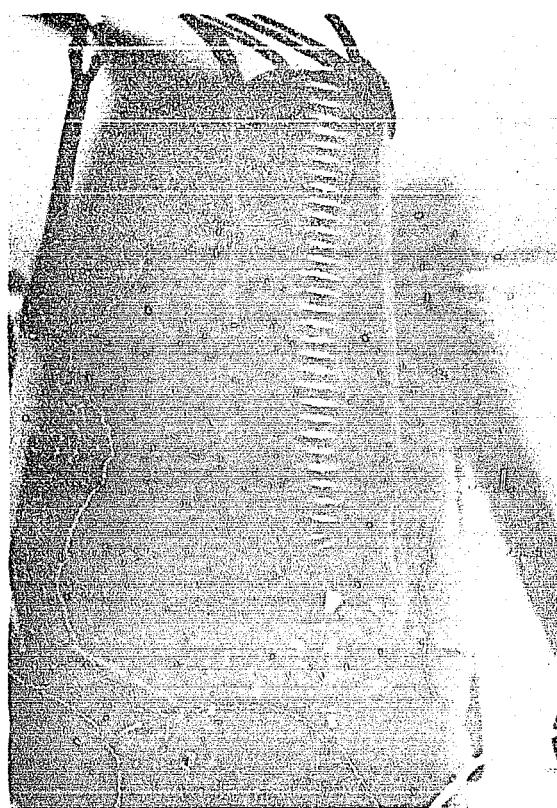


Fig. 2-7

de  $3/8$  pulg. de diámetro con espiras de  $2 \frac{3}{4}$  pulg. de diámetro externo, en cuyo interior se encuentra el otro serpentín de tubo de  $1/4$  pulgada de diámetro, con espiras de 2 pulg. de diámetro externo. La camisa del condensador es un tubo de vidrio pyrex de 3 pulg. de diámetro y 20 pulg. de largo.

#### Tuberías.-

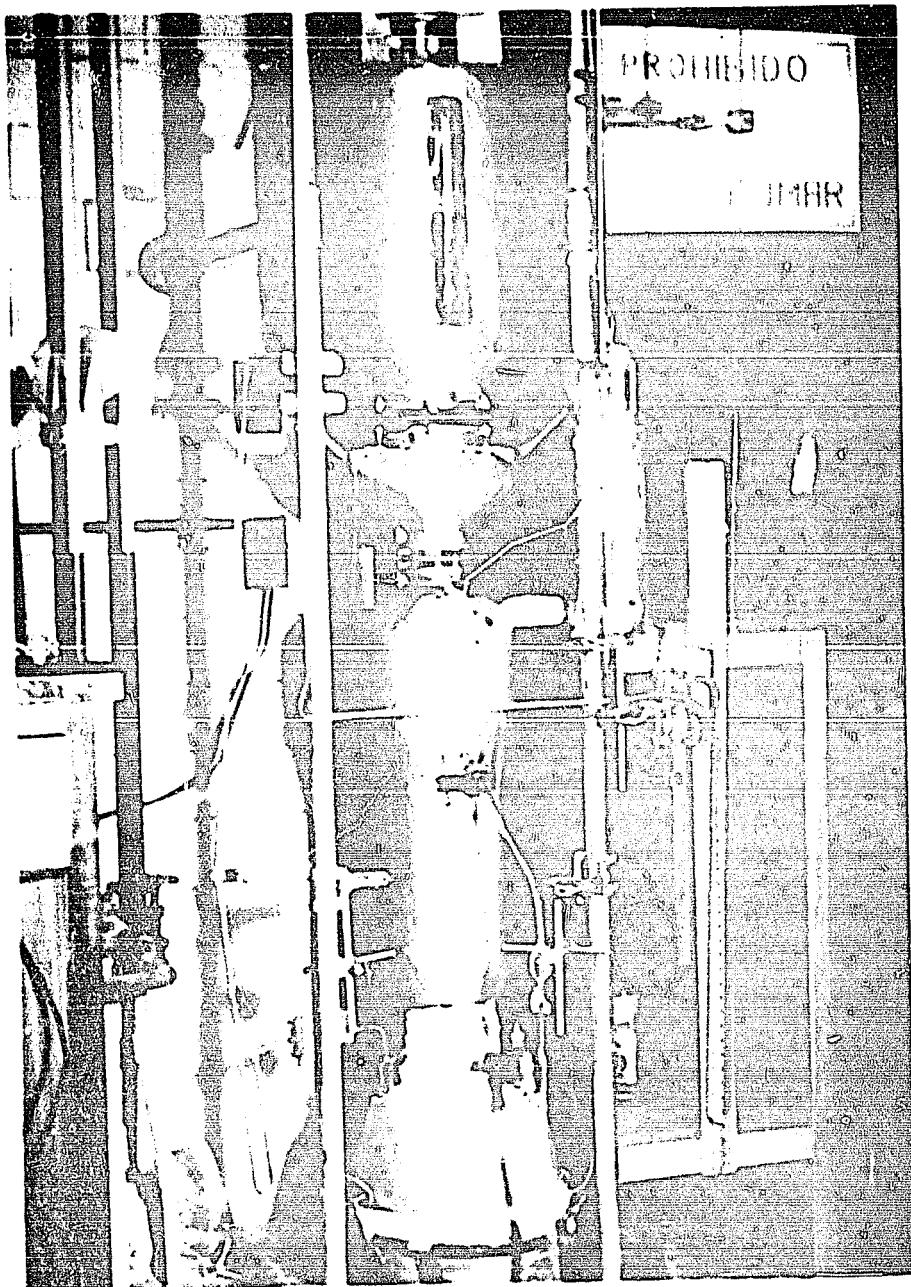
El sistema de tuberías accesorio a la columna, está diseñado en forma tal, que se alcanza la operación a régimen permanente, a partir de una sola carga inicial que se haga en el hervidor. Esto se consigue al mezclar la corriente de destilado con la de residuo, teniendo por tanto una composición constante en el hervidor y por ende un gradiente de concentraciones también constante a lo largo de la columna. Se cuenta además con una línea que permite la salida del destilado, para los casos en que se quiera separar por destilación mezclas de líquidos a régimen intermitente, con fines particulares para la División. Se presentan algunos detalles de la columna en las figs. (2-8) y (2-9).

#### Instrumentación.

##### 1.- Gasto.

En las líneas de destilado y residuo, se encuentran unas pequeñas esferas de vidrio graduadas, de volumen conocido. Tomando el tiempo que tarda en llenarse la esfera al cerrar totalmente la llave que se encuentra a la salida, puede determinarse el gasto volumétrico. Estos dos medidores de gasto, bastan para conocer el total de los corrientes a lo largo de la columna, ya que

$$V = D + L \quad (2-1)$$



y debido a que todo el líquido que desciende por la columna, trae por la línea de residuo, se tiene

$$L=B \quad (2-2)$$

ver lo trazo,

$$V=D+B \quad (2-3)$$

y la relación de reflujo será:

$$R=\frac{L-B}{D}=\frac{B}{D} \quad (2-4)$$

conociendo B y D, se determina R.

## 2.- Caida de presión.-

Para medir la caída de presión se utiliza un manómetro diferencial, cuyos brazos se encuentran conectados a los dos recolectores de líquido, a unos 2 pulg. por debajo del canal circular. Entre el brazo del manómetro y la toma de presión en el recolector, se encuentra colocada una cámara de compensación, fig. (2-10).

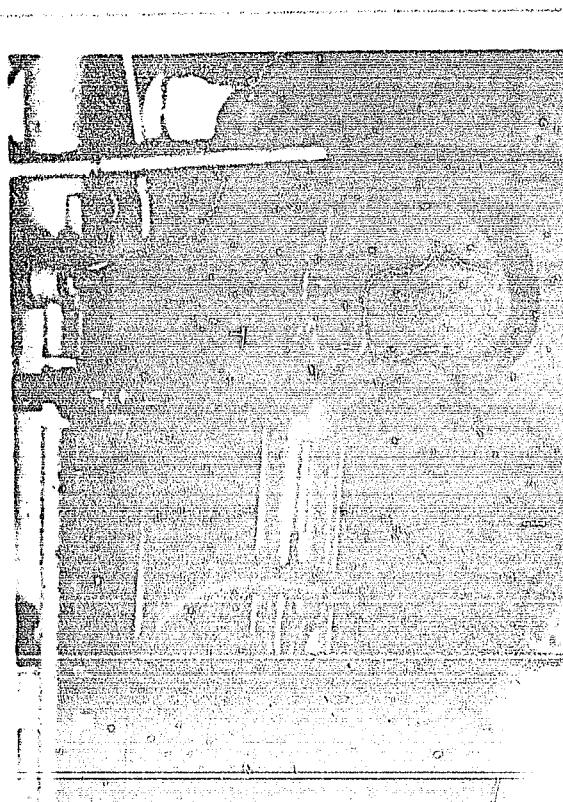


Fig. 2-10

Estos pequeños condensadores enfriados con agua, tienen por objeto impedir que el vapor saturado que sale de la columna, se condense en el manómetro que se encuentra a la temperatura ambiente, y se mezcle con el líquido medidor. Ya que la presión en el condensador está fijada por las condiciones de operación en esa zona de la columna, la presión se transmite directamente al ramal del manómetro.

#### 3.- Temperatura.-

En la parte superior de los recolectores de líquido, se encuentran termopares de Fe-constantano, cuya diferencia de voltaje se mide con un potenciómetro Beckman, modelo Cambridge portátil. Tomando como referencia la junta fría a  $0^{\circ}\text{C}$ , la pendiente de la recta milivolts- $^{\circ}\text{C}$ , tiene un valor de 0.053. La junta fría se mantiene a  $0^{\circ}\text{C}$  en un baño Dewar con hielo.

#### 4.- Composición.-

En las líneas de destilado y residuo, provenientes de la parte superior e inferior de la columna, respectivamente, antes de la conexión con el matraz hervidor, se encuentran llaves de muestreo. La composición de estos flujos se determina por medio de un refractómetro Abbe, mediante la curva calibrada previamente índice de refracción vs. composición.

#### Aislamiento.-

El medio casquete esférico superior del hervidor, el recolector de líquido inferior y la columna, fueron aislados con una capa de 1 1/2 pulg. de espesor de vermiculita; dejando sin cubrir solamente algunas mirillas a la altura de los platos.

### Medidas de seguridad.-

Previendo la posible falta de suministro de agua de enfriamiento a la columna, se cuenta con un refrigerador capaz de mantener agua acumulada a una temperatura conveniente, por medio de un termostato. Dicha agua de enfriamiento se hace recircular a través del condensador principal y de los condensadores del manómetro.

Debido a que casi toda la columna está construida de vidrio, hubo necesidad de soportarla por medio de resortes, evitando así el peligro de romperse al presentarse un temblor de tierra. La columna se encuentra soportada por 3 resortes sujetos a la brida de unión de su parte inferior y por tres resortes igualmente sujetos a la brida superior de la columna y enganchados a la estructura tubular fija. Dicha estructura se encuentra enclavada al piso y empotrada a la pared. Con este dispositivo de seguridad se espera nulificar el efecto de un sismo, el cual se vería aumentado en un cuarto piso, lugar donde se encuentra instalada la columna.

Como medidas contra incendio, en el local donde se encuentra la columna se tiene prohibido fumar y se cuenta con un extinguidor de CO<sub>2</sub> gaseoso a la mano.

## C A P I T U L O 3

### "EXPERIMENTACION"

Con el objeto de determinar el comportamiento del diseño de contacto bajo diferentes condiciones de operación, así como conocer sus defectos, se llevaron a cabo las siguientes experiencias:

- 1.- Tiempo de estabilización de columna
- 2.- Operación a reflujo total
- 3.- Operación a diferentes relaciones de reflujo.
- 4.- Medición de volumen de líquido retenido en los platos
- 5.- Varias observaciones cualitativas.

La experimentación se llevó a cabo con una mezcla binaria hexano-tolueno de diferentes concentraciones.

#### Construcción de la curva de equilibrio

La volatilidad relativa del componente 1 con respecto al componente 2 se define como

$$\alpha_{1-2} = \frac{K_1}{K_2} = \frac{Y_1}{Y_2} \frac{x_2}{x_1} = \frac{P_1}{P_2} \quad (3-1)$$

ya que  $Y_2 = 1 - Y_1$ , y  $x_2 = 1 - x_1$ , se obtiene

$$Y_1 = \frac{K_1}{1 + (\alpha - 1)x_1} \quad (3-2)$$

en donde el valor de  $\alpha$  se considera constante.

La presión de vapor de ciertos compuestos orgánicos se ha relacionado con la temperatura (67), mediante la siguiente ecuación

$$\log p = -\frac{0.05223}{T} A + B \quad (3-3)$$

El valor de las constantes A y B para hexano, entre -10 y 90°C -- es: A=31.769 y B=7.724. Para el tolueno se encuentran reportados directamente los valores de la presión de vapor, a varias temperaturas.

A la presión atmosférica de México, 583 mm de Hg, la temperatura de ebullición del hexano es 61°C, y la del tolueno 101.5. Trabajando con mezclas de hexano-tolueno, la volatilidad relativa deberá quedar comprendida entre estos dos límites de temperatura

t, °C	P <sub>hexano</sub>	P <sub>tolueno</sub>	$\alpha_{H-T}$
61	583	144.5	4.03
80	109	291.2	3.76
101.5	2009	583.0	3.45

Para efectos del cálculo de la curva de equilibrio, se ha tomado un valor medio de la volatilidad relativa de 3.75.

#### 1.- Tiempo de estabilización de la columna.

El muestreo de las corrientes líquidas y las lecturas de las variables que afectan la operación de la columna, se hacen -- cuando la columna se encuentra en equilibrio.

Cuando se arranca la columna fría, se observa que es necesario esperar 50 minutos, para lograr el equilibrio cuando se trabaja a reflujo total.

Una vez logrado el equilibrio a reflujo total y para un determinado gasto de vapor, se requieren cerca de 20 minutos para equilibrar la columna, desde el momento en que se altere el gasto de vapor.

Cuando se modifica la relación de reflujo, es necesario -- esperar cerca de 25 minutos para alcanzar la estabilización de la columna.

Con excepción de las pruebas efectuadas a reflujo total, en las cuales el gasto de destilado es cero, además de medir la caída de presión, se hicieron las siguientes determinaciones en las corrientes de destilado y residuo:

- a) Composición
- b) Gasto volumétrico
- c) Temperatura

Como se desea conocer la influencia que sobre la eficiencia global, tiene la composición de la mezcla, las experiencias 2 y 3, se hicieron con dos mezclas de diferente composición. Una serie de pruebas se hicieron cargando el hervidor con una mezcla de 0.20 de hexano y 0.80 de tolueno en fracción mol. En otra serie se invirtió la composición a 0.80 de hexano y 0.20 de tolueno. (En las corridas 56-63, se empleó una mezcla con 0.90 de hexano).

#### 2.- Operación a reflujo total

En las experiencias a reflujo total, se hicieron varias determinaciones a diferentes gastos de vapor, para lo cual se aplicó mayor o menor carga térmica en el hervidor. En esta forma se puede determinar la influencia que tiene la velocidad del vapor, sobre la eficiencia de plato y la caída de presión.

Como en estas experiencias no se alimenta líquido, ni salen productos del sistema, se tiene que el flujo molar de vapor proveniente del hervidor, es igual al flujo molar de líquido que desciende a través de los platos:  $L=V$ , conservándose esta igualdad a lo largo de toda la columna.

Para cualquier etapa  $n$  de la columna, la ecuación de la línea de operación, estará dada por:

XHEXANO

1.3500 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05 0.06 0.07 0.08 0.09 1.0

1.4000

1.4500

219.3-2

TOULENO

HEXANO

100  
80  
60  
40  
20  
0

°C

100

80

60

40

20

0.69

0.65

0.51

0.45

0.38

como esta línea debe pasar por  $x_B$  y  $x_D$ , coincidirá con la diagonal  $y=x$ .

Para dejar totalmente establecidas las condiciones de operación en un diagrama McCabe-Thiele, es necesario determinar  $x_B$  y  $x_D$ , composiciones respectivas al residuo y destilado, y medir el gasto del residuo. Si el número de etapas resultantes, o sea al número de platos teóricos necesarios para obtener tal separación de mezcla, se divide entre el número real de platos, 13, se obtendrá la eficiencia global de la columna.

La composición de las corrientes se determinó por medición de los índices de refracción. Para calibrar los índices de refracción a diferentes composiciones, se prepararon mezclas con diferencias de composición de 0.05, en fracción mol. y se les determinó el índice con un refractómetro de Abbe a 200°C. La curva resultante de índice de refracción vs. composición, se ilustra en la Fig. (3-1).

La densidad de hexano y tolueno a diferentes temperaturas, se calculó con la ecuación siguiente (67, p.22 Vol. III).

$$d_t = d_s + a(t-t_s)10^{-3} + b(t-t_s)^210^{-6} + c(t-t_s)^310^{-9} \quad (3-5)$$

en donde,

	$d_s$	a	b	c
Hexano	0.6769	-0.8486	-1.084	0.164
Tolueno	0.8841	-0.9224	0.015	-4.223

A bajas temperaturas, son despreciables las correcciones correspondientes a los términos cuadráticos y cúbicos de la temperatura. La función lineal de la densidad con la temperatura. La expresión lineal de la densidad con la temperatura se ilustra en la Fig. (3-2).

Operación a Reflujo Total  
Tabla (3-1)

Corri da N°	Comp. acesta origi- nal.	Canto de Residuo ml/min	Temp. abajo °C	Temp. parte alta °C	$x_B$	$x_D$	Caída de pre- sión, mm EtOH
1	0.20	106	96.5	61.0	0.061	0.955	14
2	0.20	68.5	89.5	61.0	0.155	0.955	10.6
3	0.20	80	93.0	61.5	0.090	0.938	9
4	0.20	120	98.5	61.5	0.005	0.940	10.3
5	0.20	106	98.0	61.5	0.008	0.939	9.9
6	0.20	96	98.5	61.0	0.035	0.962	10.2
7	0.20	120	98.0	61.0	0.015	0.977	12.3
8	0.20	73.8	89.0	62.0	0.230	0.966	9.6
9	0.20	137	97.0	61.5	0.003	0.960	12.2
21	0.80	137	63.0	60.0	0.855	0.990	14.2
22	0.80	87.2	63.0	60.0	0.835	0.995	11.1
23	0.80	106	64.5	60.0	0.816	0.996	11.8
24	0.80	80	66.0	60.0	0.773	0.990	9.2
25	0.80	68.5	67.5	60.5	0.717	0.990	9.0
26	0.80	73.8	70.0	61.5	0.594	0.961	9.4
27	0.80	73.8	64.0	61.5	0.816	0.961	12.1
28	0.80	96.0	64.5	60.0	0.802	0.999	11.5
29	0.80	96	68.5	62.0	0.639	0.995	12.1
30	0.80	68.5	80.0	60.5	0.455	0.996	12.0
31	0.80	60.0	82.5	59.0	0.264	0.991	10.2
40	0.20	113	86.5	62.5	0.261	0.887	12.9
41	0.20	160	91.5	62.5	0.143	0.881	16.0
42	0.20	128	91.0	62.0	0.149	0.875	15.0
43	0.20	106	87.5	61.5	0.177	0.887	10.0
	0.20	46	37.5	61.5	0.269	0.875	11.1

(Continúa)

45	0.20	80	90.0	61.0	0.133	0.887	9.7
46	0.20	73.8	83.0	66.0	0.255	0.868	9.0
47	0.20	106	89.0	62.0	0.092	0.857	14.5
56	0.90	120	62.5	61.0	0.875	0.967	14.7
57	0.90	160	62.5	61.0	0.867	0.972	14.0
58	0.90	174	62.0	61.0	0.862	0.972	12.3
59	0.90	208	62.0	60.0	0.847	0.972	14.0
60	0.90	120	62.5	61.0	0.845	0.967	13.1
61	0.90	106	62.5	61.5	0.851	0.962	11.0
62	0.90	160	61.5	61.5	0.845	0.951	14.2
63	0.90	87.2	62.0	60.0	0.825	0.962	9.1

NOTA: Las composiciones están dadas en fracción mol de hexano.

### 3.- Operación a diferentes relaciones de reflujo

Para conocer la influencia que sobre el rendimiento tiene la velocidad de flujo del líquido, se operó la columna a diferentes relaciones de reflujo:  $R=L/D$ . Si el gasto de vapor  $V$ , se mantiene constante, se logrará variar el gasto de líquido descendente  $L$ , trabajando a diferentes reflujos. El sistema está esquematizado en la fig. - (3-3).

La ecuación de la linea de operación correspondiente a la zona de rectificación es

$$V_{yn} = Lx_{n+1} + Dx_D \quad (3-6)$$

despejado

$$yn = \frac{L}{V} x_{n+1} + \frac{D}{V} x_D \quad (3-7)$$

El valor de la pendiente  $\frac{L}{V}$ , siempre será menor de 1, ya que para cualquier valor de  $R=\frac{L}{D}$ ,  $V > L$ . Y como la linea de operación

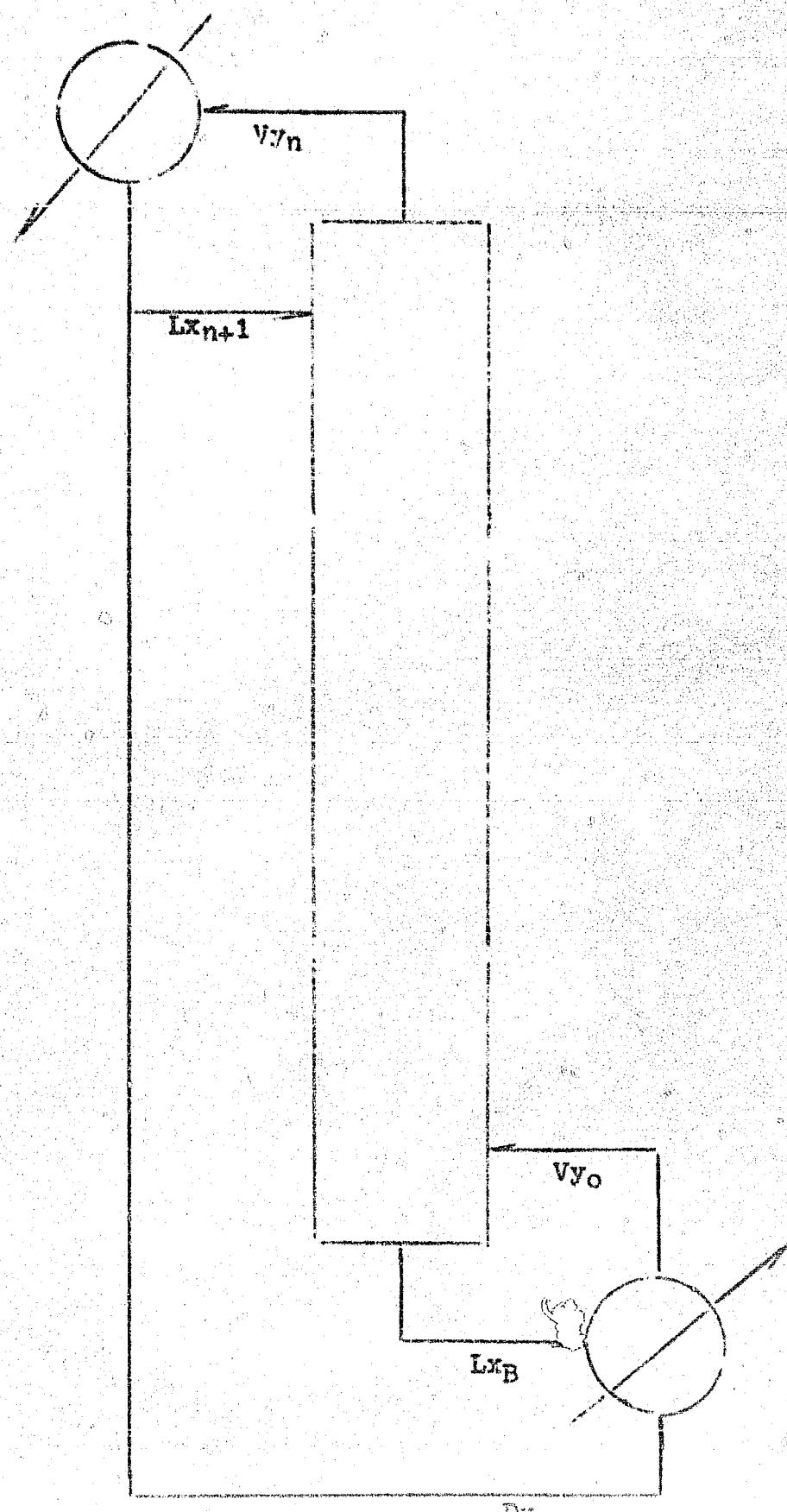
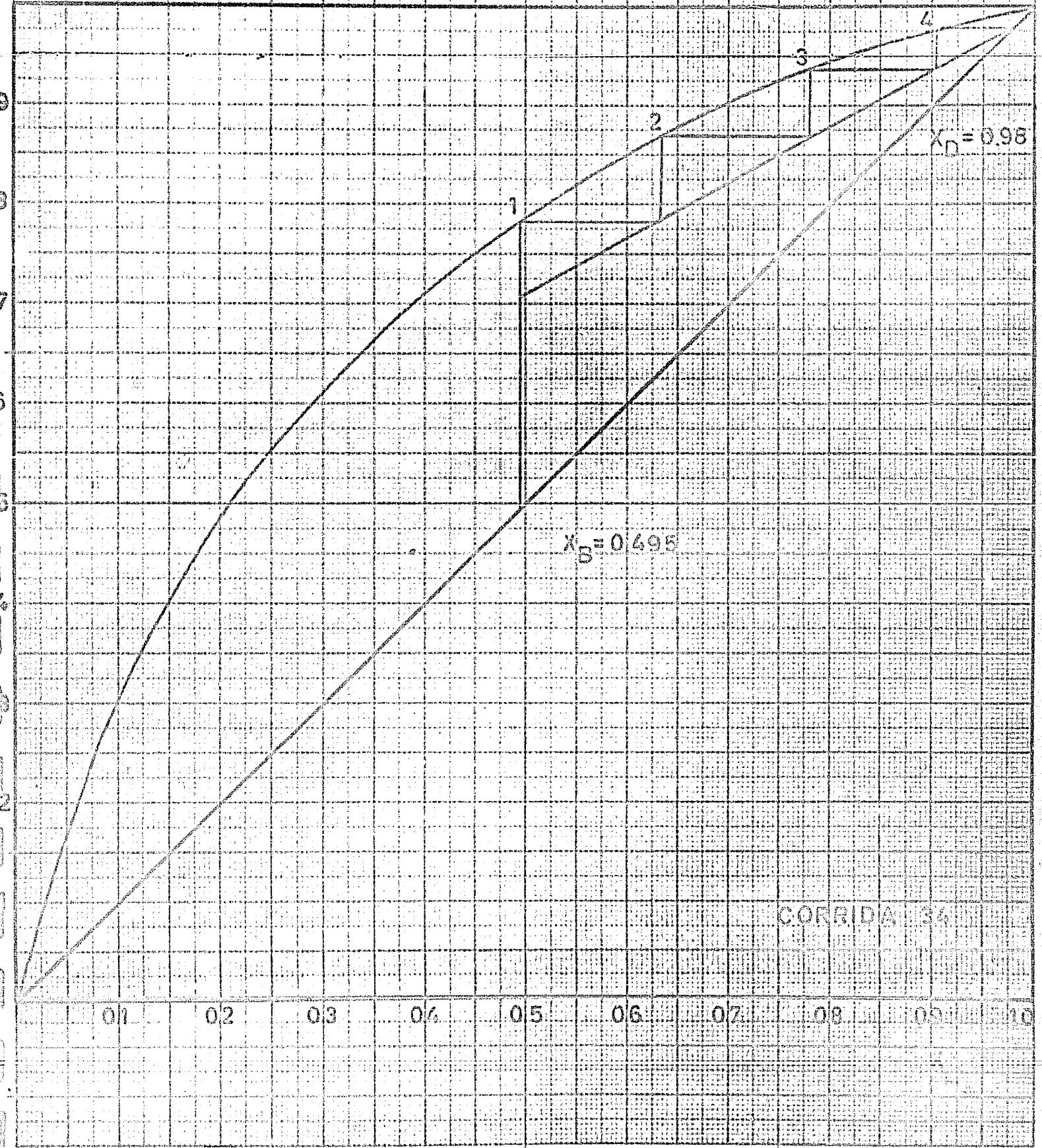


FIG. 2-3.

fig. 3-4



debe pasar por  $x_D$ , todos los platos de esta columna trabajan en la zona de rectificación.

En particular, para el hervidor se tiene que

$$V_{yo} = Lx_B + Dx_D \quad (3-8)$$

Determinando  $x_B$  y  $x_D$  al muestrear en las respectivas líneas de residuo y destilado, y midiendo los flujos  $L$  y  $D$ , se puede conocer  $V$ , ya que  $V=L+D$ . Con todos estos valores es posible determinar en un diagrama McCabe-Thiele, el número de etapas teóricas necesarias para la separación de la mezcla, y por ende la eficiencia global de la columna.

En la fig. (3-4), se representa gráficamente la manera de determinar el número ideal de etapas.

#### Determinaciones

#### Operación a diferentes reflujo

Tabla (3-2)

Corri da No	Comp. mezcla origi- nal	Gasto de residuo ml/min	Gasto de destila- do ml/min	Temp. de re síduo °C	Temp. de des tilado °C	$x_B$	$x_D$	Caída de pre- sión EtOH
13	0.20	87.2	19.0	98.0	72.5	0.070	0.626	12.9
14	0.20	87.2	19.0	98.5	71.0	0.068	0.615	13.0
15	0.20	50.7	50.0	97.5	75.0	0.088	0.467	13.0
16	0.20	32	74	93.0	75.5	0.119	0.375	12.9
17	0.20	96	10	97.5	67.5	0.027	0.728	13.5
18	0.20	68.0	37.5	92.0	74.5	0.087	0.625	13.0
19	0.20	45.6	60.5	92.5	76.5	0.092	0.417	11.3
20	0.20	56.7	49.0	92.5	82.0	0.090	0.472	13.1
33	0.80	96	10	73.0	61.5	0.610	0.970	14.0
36	0.80	60	57.1	76.0	61.5	0.495	0.950	10.0

(Continúa)

35	0.80	48	63.3	77.5	62.0	0.442	0.981	10.7
36	0.80	73.5	30.2	85.0	61.0	0.344	0.991	10.6
37	0.80	53.3	57.6	96.0	60.0	0.937	0.991	11.5
48	0.20	64	48	88.5	70.0	0.149	0.620	12.5
49	0.20	113	5.1	89.0	62.5	0.053	0.825	13.5
50	0.20	106	8.5	88.0	63.0	0.132	0.844	13.3
51	0.20	80	37.5	88.0	66.5	0.133	0.696	11.8
52	0.20	87.2	29	93.0	65.5	0.102	0.818	12.1
53	0.20	101	19	94.5	66.0	0.063	0.780	11.8
54	0.20	68.5	46	93.5	72.0	0.132	0.551	12.5
55	0.20	91.4	11.1	93.5	64.0	0.116	0.725	13.2
64	0.80	96	39	62.0	60.5	0.796	0.957	13.3
65	0.80	147	8.5	66.5	62.0	0.683	0.947	12.9
66	0.80	73.8	46.2	67.5	61.0	0.692	0.947	13.3
67	0.80	56.7	62	67.5	61.0	0.638	0.932	10.9
68	0.80	106	16.2	68.5	60.5	0.714	0.957	13.1
69	0.80	87.2	32.5	68.5	61.0	0.719	0.957	13.2
70	0.80	36.9	83.0	70.0	62.0	0.598	0.904	11.2

NOTA: Las composiciones están dadas en fracción mol de hexano

En el hervidor se suelen cargar del orden de 2 1/2 litros.  
 Para determinar el número de moles totales de mezcla, así como el  
 número de moles de hexano y tolueno, se hace primero un balance su-  
 poniendo 1 mol de líquido cargado al hervidor.

Base 1 mol mezcla cargado a la columna.

	<u>No. moles</u>	<u>gramos</u>	<u>cm<sup>3</sup></u>
Hexano	0.2	0.2x86.17=17.23	17.23/0.663=26
Tolueno	0.8	0.8x92.13=73.7	73.7 /0.871=84.7
Total	1.0	90.93	110.7

$$\rho_{\text{carga}} = \frac{90.93}{110.7} = 0.822 \text{ g/cm}^3.$$

Para 2500 cm<sup>3</sup> de mezcla se tendría,

$$\text{moles totales de mezcla} = \frac{2500}{110.7} \approx 22.6$$

$$\text{moles totales de hexano} = 22.6 \times 0.2 = 4.52$$

En una prueba se determinó que el volumen de líquido retenido en la columna es de 700 ml, con una fracción mol de hexano de 0.421. Tomando como base 1 mol de líquido se tendría,

Fase: 1 mol de líquido retenido en columna:

	<u>No. de moles</u>	<u>gramos</u>	<u>cm<sup>3</sup></u>
Hexano	0.421	0.421x86.17=36.2	36.2/0.663=54.6
Tolueno	0.579	0.579x92.13=53.4	53.4/0.871=61.3
Total		89.6	115.9

$$\rho_{\text{líquido retenido}} = \frac{89.6}{115.9} = 0.774 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{moles retenidos en columna} = \frac{1 \times 700}{115.9} = 6.04$$

$$\text{moles de hexano en la columna} = 6.04 \times 0.421 = 2.54$$

De las 22.6 moles cargados a la columna y de las cuales 4.52 moles son de hexano, se tiene que cuando la columna se equilibra, 6.04 moles de líquido se retienen en los pitones, de los cuales 2.54 corresponden a hexano, por lo que quedaría en el horcador 16.56 moles de líquido con un contenido de 1.98 moles de hexano.

Esto quiere decir que de la composición original de 20% molar en el horcador al arrancar la columna, ésta disminuye a 11.99% en el equilibrio bajo las condiciones en que se hicieron las pruebas.

#### 4.- Medición del volumen de líquido retenido en los platos.

Para que la columna trabaje en condiciones normales, es necesario que se tenga un gasto de vapor mayor que el crítico. Este gasto de vapor crítico, corresponde a aquel requerido para lograr mantener en cada plato el sello hidráulico.

A este gasto de vapor corresponde el punto de llenado (21), en el cual la altura de la espuma aumenta rápidamente a pequeños incrementos en el gasto de vapor. Un plato bajo estas condiciones de operación se ilustra en la fig. (3-5).

Encontrándose el sistema en el punto de llenado, se midió el volumen de líquido retenido en la columna, en la forma siguiente:  
1o. Se cortó la carga térmica al hervidor; 2o. Se abrió la llave de la corriente de destilado, impidiendo así que la totalidad del líquido proveniente del condensador retornará a los platos; y 3o. Se hizo fluir la corriente del residuo a través de un refrigerante y se recibió en un recipiente que se encontraba sumergido en un baño de hielo; todo esto para no permitir la vaporización del líquido, que sale de la columna a su temperatura de ebullición.

Midiendo este líquido, se determina el volumen mínimo de líquido retenido en la columna, en condiciones normales de operación.

#### 5.- Varias observaciones visuales.

Algunas de las principales características de funcionamiento de los platos de destilación, se pueden determinar visualmente; es por esto, que a medida que se llevaron a cabo las diferentes corridas con el propósito de determinar la eficiencia, capacidad y caída de presión, se precisaron las condiciones de operación bajo las cuales se presentaban los siguientes fenómenos:

Fig. 3-5



## C A P I T U L O 4

### Resultados

En las pruebas iniciales que se hicieron trabajando la columna como un absorbedor a contracorriente de  $\text{CO}_2$  en agua, se observó que el plato no hacía un sello hermético con la pared de la columna. Se observó además que las crestas del plato tocaban solamente la pared de la columna, permitiendo que el agua fluyera a través de los valles. Bajo estas condiciones, se notó que no había formación de burbujas en algunos platos que no acumulaban suficiente líquido. Para mejorar el sello, se optó por cubrir con una cañuela de neopreno el canto de los platos.

De antemano se esperaba que al trabajar la columna como un equipo de destilación, se logrará un mejor sello que el observado en las pruebas de absorción.

Se observó también que era más notoria la formación de burbujas en las perforaciones situadas en las crestas que en los valles, no obstante que se había tomado la precaución de perforar los agujeros de las crestas a un diámetro menor que los agujeros de los valles. Como una consecuencia de la localización del flujo del gas a través de las perforaciones de las crestas, se espera una menor eficiencia del plato, que en el caso en que el flujo de gas se distribuya por igual a través de todas las perforaciones.

### Cálculos y resultados de la experimentación

Los datos obtenidos de las experiencias detalladas en el capítulo anterior pueden agruparse en la forma siguiente:

A. Operación a  
Reflujo total.

1. Corridas 1-9 y 40-47  
mezcla original :  
0.20 de hexano

a) Masa velocidad su  
perficial del va-  
por vs Eficiencia  
Fig. 4-1

2. Corridas 21-31 y  
56-63. Mezcla --  
original: 0.80  
de hexano

b) Masa velocidad su  
perficial del va-  
por vs Caida de -  
presión Fig. 4-5

B. Operación a  
diferentes -  
reflujos.

1. Corridas 13-20 y  
48-55. Mezcla ori  
ginal: 0.20 de he  
xano

a) Relación de reflu  
jo vs Eficiencia  
Fig. 4-3

2. Corridas 33-37 y  
64-70. Mezcla ori  
ginal: 0.80 de he  
xano

b) Relación de reflu  
jo vs Caida de -  
presión Fig. 4-7

a) Relación de reflu  
jo vs Eficiencia  
Fig. 4-4

b) Relación de reflu  
jo vs Caida de -  
presión. Fig. 4-8

En la tabla 4-1 se encuentran reportados los cálculos efectuados para determinar la eficiencia global de columna a reflujo total, tal y como se ha indicado en el capítulo de experimentación, mediante el uso de la ecuación (3-4) como línea de operación. Los resultados correspondientes se encuentran ilustrados en las figs. (4-1) y (4-2).

Para calcular la eficiencia global de columna, a diferentes relaciones de reflujo, se empleó la ecuación de línea de operación (3-3) del capítulo anterior. En la tabla 4-2, se encuentran algunos pasos intermedios de dicho cálculo. En las figs. (4-3) y (4-4) se encuentra la gráfica trazada de estos resultados.

La influencia que sobre la caída de presión tiene el gasto de vapor a reflujo total se ilustra en las figs. (4-5) y (4-6), construidos con los datos contenidos en la tabla (3-1). Para operaciones a diferentes relaciones de reflujo, los datos se han tomado de la tabla (3-2) e ilustrándolos en las figs. (4-7) y (4-8).

#### Retención de líquido en los platos

Tomándose las precauciones anotadas en el capítulo de experimentación, se determinó un retenimiento de líquido en los platos de 700 ml, con una composición en hexano de 0.421.

#### Observaciones varias

Con el fin de describir algunas observaciones efectuadas sobre la columna, en relación con la composición de la carga original del hervidor, se denominará como mezcla A, a la carga del hervidor con una composición de 0.20 de hexano y 0.80 de tolueno y mezcla B a la que contiene 0.80 de hexano y 0.20 de tolueno.

T A B L A 4 - 1.

OPERACION A REFLUJO TOTAL.

Corrida No.	$L^*: \frac{ml}{min.}$	$C: \frac{g}{ml.}$	Peso Molecular	$L^*: \frac{g/mol}{ml}$	Peso Molecular Medio	$L^*: \frac{g}{min.}$	$G: \frac{g}{cm^2 hr.}$	Número de platos	Eficiencia
1	106.0	0.786	91.5	0.900	89.0	80.5	50.4	4.188	0.322
2	68.5	0.770	91.0	0.576	89.0	51.3	32.1	3.454	0.265
3	80.0	0.781	91.3	0.678	89.2	60.7	37.8	3.666	0.282
4	120.0	0.788	92.0	1.021	89.1	91.6	57.2	6.750	0.519
5	106.0	0.784	92.0	0.893	89.3	80.0	50.0	5.684	0.437
6	96.0	0.786	91.7	0.815	88.8	72.4	45.4	4.714	0.362
7	120.0	0.762	91.9	0.988	89.2	88.1	55.1	5.800	0.446
8	73.8	0.748	91.4	0.602	89.0	53.9	33.6	3.110	0.239
9	137.0	0.704	92.1	1.168	89.1	104.1	65.0	6.882	0.529
21	137.0	0.653	86.5	1.031	86.5	89.1	55.4	1.881	0.145
22	87.2	0.653	86.5	0.658	86.6	56.9	35.5	2.310	0.177
23	106.0	0.665	86.8	0.808	86.7	69.8	43.6	2.375	0.183
24	80.0	0.668	87.0	0.610	86.8	53.0	33.1	2.300	0.177
25	68.5	0.677	87.9	0.526	87.0	45.7	28.1	2.571	0.198

continúa.-

26	73.8	0.698	88.8	0.579	87.5	50.8	31.7	1.950	0.150
27	73.8	0.660	87.3	0.557	86.7	49.3	30.2	1.250	0.096
28	96.0	0.663	87.4	0.690	86.7	59.9	37.5	2.250	0.250
29	96.0	0.687	88.5	0.742	87.2	54.4	40.4	2.610	0.201
30	68.5	0.718	88.4	0.558	87.8	48.9	30.5	3.72	0.286
31	60.0	0.753	90.5	0.495	88.3	44.0	27.5	3.91	0.301
40	113.0	0.748	90.7	0.923	88.8	92.4	51.7	2.19	0.168
41	160.0	0.766	91.0	1.330	89.1	119.3	74.4	2.68	0.206
42	128.0	0.765	91.0	1.068	89.1	95.7	59.8	2.64	0.203
43	106.0	0.763	91.0	0.888	89.1	79.1	49.5	2.14	0.164
44	96.0	0.769	91.0	0.805	89.1	72.0	45.0	2.65	0.203
45	80.0	0.770	91.0	0.669	89.1	59.8	37.4	2.80	0.215
46	73.8	0.753	90.2	0.608	88.8	54.0	33.7	2.02	0.155
47	106.0	0.780	91.3	0.894	89.3	80.1	50.2	2.96	0.228
56	120.0	0.650	86.8	0.900	86.5	77.9	48.6	1.02	0.078
57	160.0	0.651	86.9	1.202	86.5	104.1	65.0	1.39	0.107
58	174.0	0.652	86.9	1.305	86.6	112.3	70.1	1.45	0.111
59	208.0	0.648	87.0	1.579	86.6	136.0	85.0	1.54	0.118
60	120.0	0.651	87.0	0.899	86.6	77.8	48.6	1.52	0.117

continúa.-

MASA VELOCIDAD SUPERFICIAL DE VAPOR. cm<sup>2</sup>/s

80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10

CORRIDAS 1-9 °

60-47 °

E.F CIENCIA

50  
40  
30  
20  
10

? EF. UJOTOTAL

Fig. 4-2

REFLUJO TOTAL

50

15

30

45

60

75

90

105

120

135

150

165

180

195

210

225

240

255

270

285

300

315

330

345

360

375

390

405

420

435

450

465

480

495

510

525

540

555

570

585

600

615

630

645

660

675

690

705

720

735

750

765

780

795

810

825

840

855

870

885

900

915

930

945

960

975

990

1005

1020

1035

1050

1065

1080

1095

1110

1125

1140

1155

1170

1185

1200

1215

1230

1245

1260

1275

1290

1300

1310

1320

1330

1340

1350

1360

1370

1380

1390

1400

1410

1420

1430

1440

1450

1460

1470

1480

1490

1500

1510

1520

1530

1540

1550

1560

1570

1580

1590

1600

1610

1620

1630

1640

1650

1660

1670

1680

1690

1700

1710

1720

1730

1740

1750

1760

1770

1780

1790

1800

1810

1820

1830

1840

1850

1860

1870

1880

1890

1900

1910

1920

1930

1940

1950

1960

1970

1980

1990

2000

2010

2020

2030

2040

2050

2060

2070

2080

2090

2100

2110

2120

2130

2140

2150

2160

2170

2180

2190

2200

2210

2220

2230

2240

2250

2260

2270

2280

2290

2300

2310

2320

2330

2340

2350

2360

2370

2380

2390

2400

2410

2420

2430

2440

2450

2460

2470

2480

2490

2500

2510

2520

2530

2540

2550

2560

2570

2580

2590

2600

2610

2620

2630

2640

2650

2660

2670

2680

2690

2700

2710

2720

2730

2740

2750

2760

2770

2780

2790

2800

2810

2820

2830

2840

2850

2860

2870

2880

2890

2900

2910

2920

2930

2940

2950

2960

2970

2980

2990

3000

3010

3020

3030

3040

3050

3060

3070

3080

3090

3100

3110

3120

3130

3140

3150

3160

3170

3180

3190

3200

3210

3220

3230

3240

3250

3260

3270

3280

3290

3300

3310

3320

3330

3340

3350

3360

3370

3380

3390

3400

T A P L A 4 - 2:

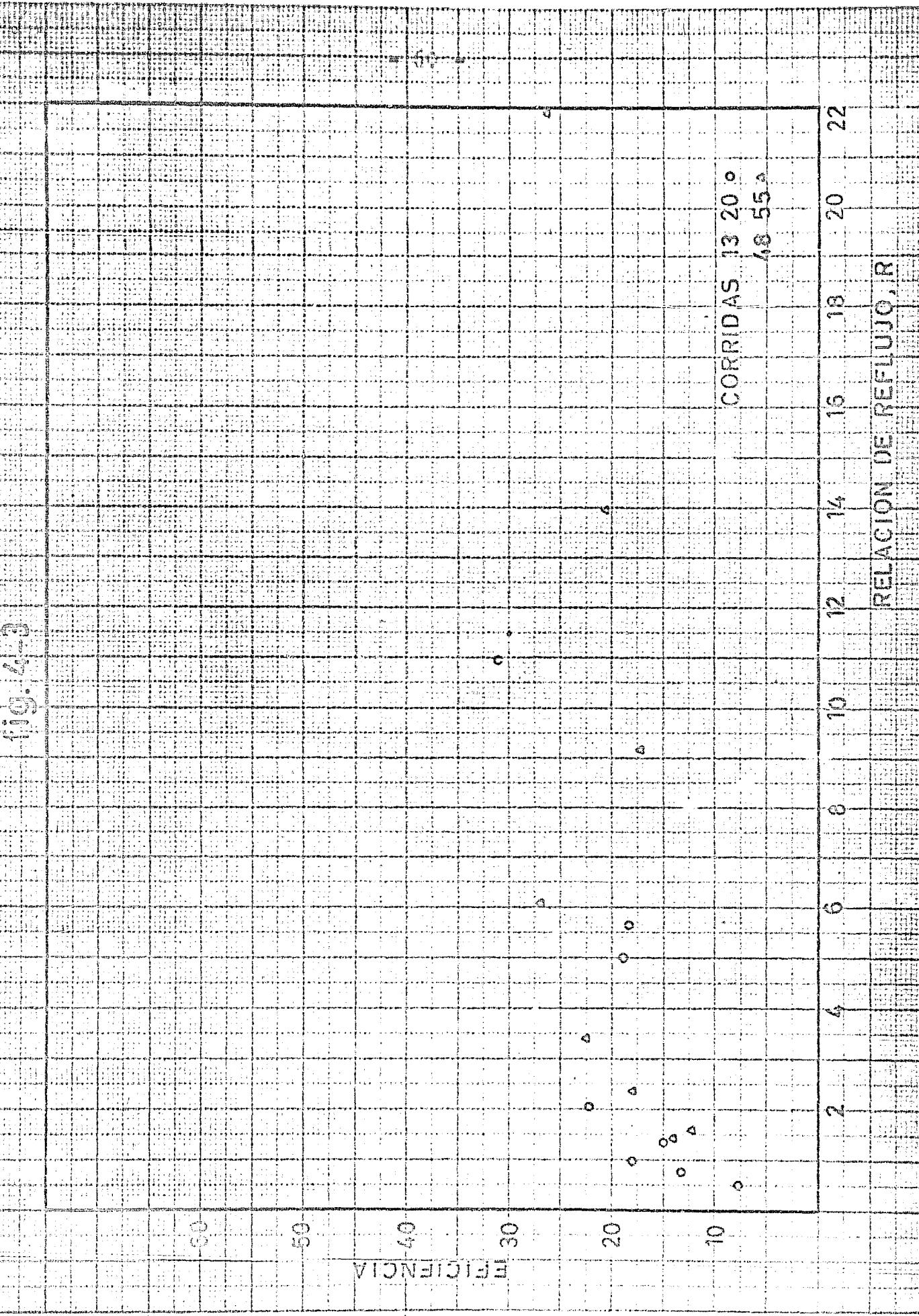
OPERACION A DIFERENTES RELACIONES DE REFLUJO.

Corrida No.	Corriente	$\frac{ml}{min.}$	$x_{\text{Hexano}}$	$\frac{g}{ml.}$	Peso Molecular	$\frac{\text{mol.}}{\text{min.}}$	$R = \frac{L}{D}$	$\frac{L}{m=7}$	Número de platos	Eficiencia.
13	Residuo	87.2	0.070	0.821	91.60	0.773	5.01	0.838	2.50	0.192
	Destilado	19.0	0.626	0.711	88.20	0.152				
14	Residuo	87.2	0.068	0.821	91.50	0.868	5.57	0.848	2.45	0.188
	Destilado	19.0	0.615	0.713	88.30	0.153				
15	Residuo	50.7	0.088	0.	91.50	0.446	0.980	0.494	2.32	0.178
	Destilado	55.0	0.467	0.740	89.40	0.456				
16	Residuo	32.0	0.119	0.811	91.30	0.282	0.454	0.313	1.01	0.078
	Destilado	74.0	0.375	0.759	89.70	0.620				
17	Residuo	96.0	0.027	0.828	91.90	0.858	10.95	0.916	4.12	0.316
	Destilado	10.0	0.728	0.688	87.60	0.078				
18	Residuo	68.5	0.087	0.830	91.90	0.612	2.04	0.670	2.99	0.223
	Destilado	37.5	0.624	0.709	88.20	0.300				
19	Residuo	45.6	0.092	0.819	91.50	0.403	0.799	0.445	1.69	0.131
	Destilado	60.5	0.417	0.748	89.70	0.504				
20	Residuo	56.7	0.090	0.820	91.50	0.502	1.37	0.580	1.95	0.150
	Destilado	41.0	0.472	0.738	89.20	0.367				

33	Residuo	96.0	0.610	0.715	88.30	0.774	10.35	0.912	2.27	0.174
	Destilado	10.7	0.970	0.643	86.30	0.075				
34	Residuo	60.0	0.495	0.737	89.00	0.494	1.16	0.539	4.00	0.307
	Destilado	57.1	0.980	0.640	86.10	0.424				
35	Residuo	48.0	0.442	0.749	89.40	0.400	0.88	0.468	5.00	0.385
	Destilado	63.3	0.981	0.640	86.10	0.454				
36	Residuo	73.5	0.344	0.767	90.00	0.632	2.84	0.739	4.40	0.339
	Destilado	30.2	0.991	0.637	86.10	0.223				
37	Residuo	53.3	0.337	0.769	90.00	0.454	1.07	0.518	6.67	0.511
	Destilado	57.6	0.991	0.637	86.10	0.424				
48	Residuo	64.0	0.149	0.809	91.20	0.558	1.41	0.590	1.84	0.142
	Destilado	48.0	0.620	0.715	88.30	0.387				
49	Residuo	113.0	0.053	0.828	91.70	1.010	22.0	0.963	3.43	0.264
	Destilado	5.1	0.825	0.675	87.00	0.046				
50	Residuo	106.0	0.132	0.812	91.30	0.934	14.22	0.935	2.68	0.206
	Destilado	8.5	0.844	0.671	86.90	0.065				
51	Residuo	80.0	0.133	0.812	91.30	0.707	2.38	0.700	2.34	0.180
	Destilado	37.5	0.696	0.700	87.80	0.297				
52	Residuo	87.2	0.102	0.818	91.50	0.770	3.40	0.772	2.94	0.226
	Destilado	29.0	0.754	0.685	87.50	0.226				

53	Residuo	101.0	0.763	0.825	91.70	0.901				
	Destilado	19.0	0.780	0.684	87.30	0.148	6.10	0.860	3.53	0.271
54	Residuo	68.5	0.132	0.813	91.30	0.603				
	Destilado	46.0	0.351	0.729	88.70	0.375	1.61	0.618	1.65	0.126
55	Residuo	91.4	0.116	0.814	91.47	0.808				
	Destilado	11.1	0.725	0.696	87.80	0.087	9.20	0.900	2.24	0.172
56	Residuo	96.0	0.796	0.681	87.20	0.749				
	Destilado	39.0	0.957	0.644	86.30	0.291	2.57	0.720	1.35	0.104
65	Residuo	147.0	0.683	0.703	87.90	1.165				
	Destilado	8.5	0.947	0.649	86.30	0.064	13.25	0.949	1.60	0.123
66	Residuo	73.8	0.392	0.701	87.8	0.608				
	Destilado	46.2	0.947	0.649	86.30	0.347	1.75	0.637	1.80	0.138
67	Residuo	56.7	0.638	0.703	88.10	0.450				
	Destilado	62.0	0.932	0.651	86.40	0.466	0.965	0.492	1.70	0.131
68	Residuo	106.0	0.714	0.697	87.70	0.839				
	Destilado	16.2	0.957	0.648	86.30	0.141	5.92	0.857	1.74	0.134
69	Residuo	87.2	0.719	0.697	87.80	0.610				
	Destilado	32.5	0.957	0.649	86.30	0.244	2.50	0.712	1.65	0.127
70	Residuo	36.9	0.598	0.721	88.43	0.303				
	Destilado	83.0	0.904	0.648	86.60	0.616	0.49	0.330	1.48	0.114

Fig. 2



RELACION DE REFLUJO R

22 20 18 16 14 12 10 6 4 2

CORRIDAS 33-37  
64-70

EFCIENCIA

60

50

40

30

20

10

FIG. 4-5

REFLUJO TOTAL

CADIA DE PRESION, MM ET-OH

53  
48  
43  
38  
33  
28  
23  
18  
13  
8  
3

CORRIDAS 1-9 °  
40-47 A

60  
70  
60  
50  
40  
30

MASA VELOCIDAD SUPERFICIAL DE VAPOR  
kg/m<sup>2</sup> sec

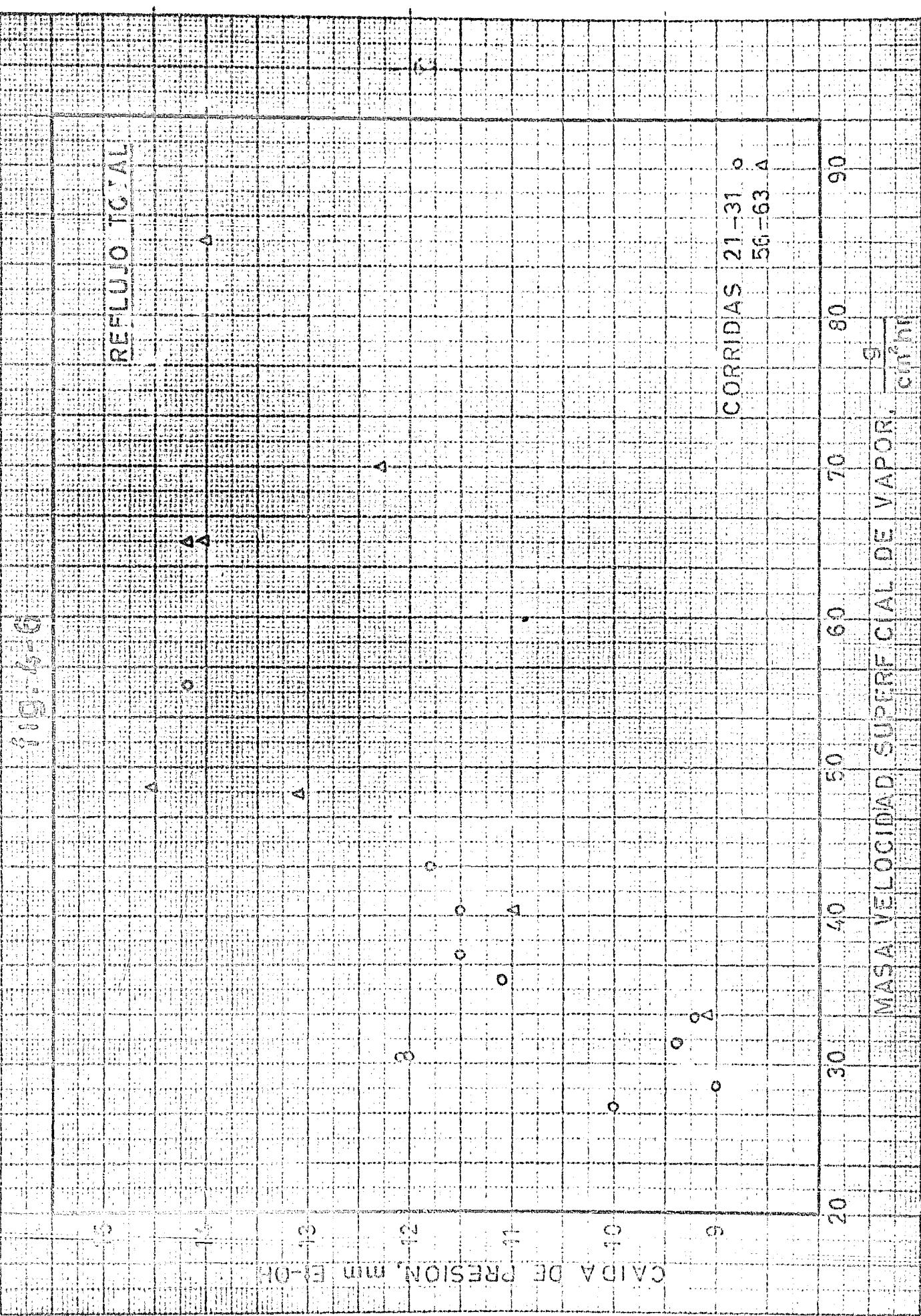


Fig. A-7

CAIDA DE PRESION, MM. E.S.O.H.

10

12

0

3 0 0

4

4

4

0 0

4

4

0

4

0

4

0

4

4

0

4

0

4

0

4

0

CORRIDAS 13-20 0  
6.8-55 A

2 6 8 10 12 14 16 18 20 22

RELACION DE REFLUJO, R

CAIDA Data Precision from End-User

10  
11  
12  
13

卷之三

卷之三

1

卷之三

三

33

四百一

34

68

26

卷之三

卷之三

— 10 —

REUNION DE REFLUJO. R

22-1108

a) Burbujeo. Como era de esperarse, por las experiencias previas realizadas con  $\text{CO}_2$  y agua, a bajos gastos de vapor solo se nota burbujeo en las perforaciones pequeñas que se encuentran en las crestas de las ondulaciones. Cuando el gasto de residuo es de 100 - 110 ml/min, se empieza a observar burbujeo también por las perforaciones de los valles. Arriba de 120 ml/min de residuo, el burbujeo se presenta en la totalidad de las perforaciones.

b) Arrastre de gotas. Para ambas mezclas, y a reflujo total, cuando el gasto de residuo  $L'$ , es aproximadamente igual a 120 ml/min, en algunos platos se presenta arrastre de gotas. Esto se debe a la alta velocidad que alcanza el vapor al fluir a través de la fase líquida. Para valores de  $L' = 140$  ml/min, el arrastre se presenta en la totalidad de los platos.

c) Derrame de líquido por las perforaciones. En operación a reflujo total y para gastos de residuo menores de 75 ml/min, los dos platos inferiores no retienen líquido. Se observa que el líquido se derrama por las perforaciones. Esto sucede cuando se trabaja con la mezcla A. Para la mezcla B, el límite inferior de operación son 80 ml/min de residuo y por debajo de este gasto no trabajan los dos primeros platos. Para valores de  $L'$  superiores a 80 ml/min, en ningún plato existió derrame de líquido por las perforaciones.

En operación a diferentes relaciones de reflujo y para valores de  $L'$  menores de 60 ml/min, se notó que se vacian parcialmente los dos platos superiores.

d) Funcionamiento de la cajuela de neopreno. Después de algunos días de iniciada la experimentación, se observó que en algunos platos la cajuela de neopreno se había rajado, ocasionando

que se derramara algo del líquido a través del hueco que quedaba entre el plato y la pared de la columna; a pesar de esto ningún plato llegó a vaciarse.

e) Espuma. Al destilarse la mezcla A, se observó que cuando  $L'$  alcanza un valor de aproximadamente 120 ml/min, comienza la formación de una pequeña capa de espuma sobre la superficie líquida. Cuando  $L' = 140$  ml/min, la espuma alcanza una altura de aproximadamente 1 cm.

Trabajando con la mezcla B, apenas si se comienza a formar espuma cuando el gasto de residuo es de 140 ml/min.

f) Inundación. Solamente trabajando con la mezcla A se logró alcanzar el punto de inundación. A un gasto de residuo  $L' = 160$  ml/min, se observó que en cuatro platos la espuma alcanzaba a tocar el plato superior. En estas condiciones, se registró la mayor caída de presión a lo largo de la columna.

Operando con la mezcla P, la capacidad térmica del hervidor <sup>no</sup> fue insuficiente para producir un gasto de vapor tal, que se alcanzaran las condiciones de inundación. El mayor gasto de vapor alcanzado, fue el correspondiente a 208 ml/min de residuo. A este gasto la altura de la espuma correspondió a 2.5 cm.

#### Interpretación de los resultados

En las figs. (4-1) y (4-2) se nota una franca disminución de la eficiencia a partir de la corrida 21, lo cual corresponde con el hecho de que a partir de la corrida 21 se observó derrame de líquido por la pared interna de la columna, ocasionado por la rotura de la cañuela de neopreno con la cual se pretendía sellar la charola con la columna. Es por esto que todos los resultados debe-

ran tomarse con cierta reserva. No obstante puede pensarse que logrando un buen sellado entre el plato y la pared de la columna, los platos presentan por lo menos eficiencias parecidas a las obtenidas en las pruebas 1 a 21. La máxima eficiencia del plato promedio fue de 53%.

Antes de haberse presentado dicha falla, en operación a reflujo total y durante las corridas 1 a 9, se aprecia un incremento de la eficiencia a medida que aumenta la velocidad del vapor. Esto se debe a que al aumentar el gasto del vapor se presenta un mejor burbujeo en el plato, es decir, se distribuye el vapor por la mayoría de las perforaciones.

De la fig. (4-3), por las corridas 13 a 20, se nota que la eficiencia se mejora al aumentar la relación de reflujo.

A partir de la corrida 40, ya no se nota ningún efecto sobre la eficiencia al variar el reflujo o al variar el flujo de vapor. Como se ha indicado anteriormente, este hecho puede atribuirse a que no sellaban bien los platos con la columna.

En términos generales se observa que la eficiencia de los platos disminuye ligeramente al enriquecer la carga al hervidor en el compuesto más volátil.

De las figs. (4-5) y (4-6) se deduce que la caída de presión a través de los platos es una función del gasto de vapor. La composición de la carga no afecta sensiblemente la caída de presión. Las mayores caídas de presión corresponden a la operación de la columna a reflujo total.

La máxima caída de presión registrada fue de 12.6 cm de agua, en el punto de inladación. Este valor dividido entre el mi-

número de platos da un valor de 0,96 mm de agua, por plato, que es -  
indudablemente una caída de presión baja en equipo de destilación.

## C A P I T U L O 5.

### CONCLUSIONES.

1.- Del estudio bibliográfico, se desprende que un número considerable de trabajos sobre diseños de contacto vapor-líquido han sido publicados en los últimos 40 años; pero solo trabajos contados le han dado gran importancia al aspecto de mantenimiento y facilidad de montaje de los diseños.

Para seleccionar un diseño de contacto que satisfaga determinadas necesidades, deben de conocerse todos los factores de operación inherentes a los diseños de contacto. En teoría la selección del diseño quedará supeditada a aquella combinación de necesidades de operación y características del diseño que arroje el menor costo. Dichas necesidades de operación son: Número de etapas teóricas requeridas, gastos de líquido y vapor, composiciones, temperatura, presión, limitaciones de caída de presión y propiedades físicas y químicas de los fluidos. Las características de operación que presenta el diseño son las siguientes: Capacidad, eficiencia, caída de presión, arrastre de líquido en la fase vapor, gradiente hidráulico, uniformidad de burbujeo, volumen de líquido retenido en la columna, efectos de corrosión, accesibilidad para inspección y mantenimiento, efectos de acumulación de sólidos, materiales de construcción y costo de inversión.

Empero, en la práctica los factores determinantes de la selección del diseño de contacto vapor-líquido son: la confiabilidad en el futuro funcionamiento del equipo, respaldada por la extensa literatura de que se dispone, como es el caso del plato de barbotadores con ojuchas, que si estar tan estandarizado, lo hacen ser a la fecha

ii) Todas las charolas serán iguales con una perforación central y cuatro de menor diámetro en la periferia.

iii) Cinco tubos del largo de la columna servirán de guías a las charolas, que al ser superpuestas, formarán una estructura rígida capaz de ser introducida como una sola pieza en la columna.

c).- Aplicaciones.

Ya que para columnas de diámetro pequeño (menores a 2 pies) es recomendable la utilización de empaques, se preveé que estos platos no tengan aplicación práctica en columnas de tal diámetro. Su campo de aplicación lo constituirán entonces columnas de un diámetro mayor.

Este nuevo plato también podría ser utilizado como contacto líquido-gas en columnas de absorción.

## N O M E N C L A T U R A.

B : Gasto de residuo, gmol/min.

B subíndice : referente a la corriente de residuo

B' : Gasto volumétrico de residuo, ml/min.

D : Gasto de destilado, gmol/min.

D subíndice : referente a la corriente de destilado.

D' : Gasto volumétrico de destilado, ml/min.

G : Masa velocidad superficial del vapor, referida a la sección recta de la columna vacía, g/cm<sup>2</sup>hr.

H subíndice : referente al hexano.

K : Coeficiente de distribución.

L : Gasto de líquido, gmol/min.

L' : Gasto volumétrico de líquido, ml/min.

L<sup>\*</sup> : Gasto en masa promedio a lo largo de la columna, g/min.

n : cualquier etapa de la columna.

p : presión de vapor, mm Hg.

R : Relación de reflujo.

t : temperatura, °C.

T : temperatura, °K.

V : Gasto de vapor, gmol/min.

x : Fracción mol del componente más volátil en la fase pesada.

y : Fracción mol del componente más volátil en la fase ligera.

$\alpha_{1-2}$  : Volatilidad relativa del componente 1 respecto al compo-  
nente 2.

$\rho$  : Densidad, g/ml.

B I B L I O G R A F I A.

- 1).- Acker, Frank Van., (to Petroleum Engineering, Inc.), U.S. 1,876,800., Sept. 13.
- 2).- Adolphi, Günter., Fleisher, Rudi., and Peters, Willy., Ger. 1,055,501., Apr. 23, 1959.
- 3).- Aerov, N.F., Ryatrov, T.A., Dorovskikh, E.P., Khim. Prom. 1960, No. 1, 62-6.
- 4).- Akerman, I.Z., Khim. Veshinostr., 1962, No. 4, 11-12.
- 5).- Aleksandrov, I.A., Sheinman, V.I., Abrosimou, P.Z., and Vol'shonok, Y.Z., Khim. i Tekhnol. Topliu i Masel 8, No. 4, 44-51 (1963).
- 6).- Allen, John L. (to C.B. Badger & Sons. Co.), U.S. 2,142,231, Jan. 3.
- 7).- Allen, John L., (to C.B. Badger & Sons. Co.), U.S. 2,142,598, Jan 3.
- 8).- Angelino, G.C., Brigoli, B., and Silvestri, M., Energia Nucl. (Milan) 10, No. 2, 85-97 (1963).
- 9).- Armstrong, Benjamin F., U.S. 2,241, 370., May. 6.
- 10).- Pancroft, A.R., and Rao, H.K., Can. J. Chem. Eng., 35, 77-85 (1957).
- 11).- Berry, J.L., Genie Chim., 79, 129-38 (1953).
- 12).- Bower, J.R., and Cooke, L.M., Ind. Eng. Chem. 15, 290-9 (1943).
- 13).- Bowles, V.O., Chem. Eng. 61, No. 5, 173-5 (1954).
- 14).- Bowles, Vernon O., U.S. 2,880,980., Apr. 7, 1959.
- 15).- Bragg, Leslie B., (to Foster Wheeler Corp.), U.S. 2,290,162, July 21.
- 16).- Bragg, L.B., Ind. Eng. Chem., 49, 1062-6 (1957).

- 17).- Bragg, Leslie B., (to Foster Wheeler Corp.) U.S. 2,336,060, Dec. 7, 1943.
- 18).- Brandt, David G., (to Cities Service Oil Co.). U.S. 2,292,350, Aug. 11.
- 19).- Braun, D.P. Co., Desarrollado en los laboratorios de.
- 20).- Breitbach, Fritz., Ger. 1,010,232., June 13, 1957.
- 21).- Brown, A.J.H., Brit. Chem. Eng., 7, 102-5 (1962).
- 22).- Bruun, J.H., and Schicktanz, S.T., J. Research Natl. Bur. Standards., 7, 851-82 (1931).
- 23).- Büche, Walter., Ger. 1,088,026., Sept. 1, 1960.
- 24).- Buthenuth, Günter., Ger. 817,449., Oct. 18, 1951.
- 25).- Canevari, G.P., U.S. 3,070,359., Dec. 25, 1962.
- 26).- Cannon, W.R., Ind. Eng. Chem. 41, 1935-5 (1949).
- 27).- Chamberlin, R.S., Lake, D.E., and Dulmoge P.E., Ger. 1,107,201., May 23, 1955.
- 28).- Chin Chu, Ju., U.S. 2,973,189., Feb. 28, 1961.
- 29).- Chemische Fabrik Curtius, Ger. 675,407., May 8, 1939.
- 30).- Clement, B., Bull. Assoc. Fran. Techniciens Pétrole. No. 148, 530-40 (1961).
- 31).- Corbett, Claude A., U.S. 1,848,462., March 8.
- 32).- Cook, George B., and Marancik, Joseph V., (to Standard Oil Development Co.). U.S. 2,274,641., Feb. 24.
- 33).- Daubray, Lucien J., Ger. 495,530., Nov. 29, 1923.
- 34).- Dixon, G., U.S. 2,615,699., Oct. 28, 1952.
- 35).- Dixon Olaf G., and Imperial Chemical Industries Ltd. Brit. 578,309., June 24, 1946.

- 36).- Dixon, Olaf G., and Imperial Chemical Industries Ltd. Brit. 620,129., Mar. 21, 1949.
- 37).- Dixon, Olaf G., and Imperial Chemical Industries Ltd. Brit. 620,402., Mar. 24, 1949.
- 38).- Donnel, Conrad K., and Kennedy, Robert H., (Sun oil Co. - Norwood, Pa.), Proc. Am. Petroleum Inst. 26, III, 23-31(1946).
- 39).- Donnel, Conrad K., Kennedy Robert, H., Ind. Eng. Chem. 42, 2327-32 (1950).
- 40).- Dunnett, G.A., Brit. Chem. Eng. 3, 563-5 (1958).
- 41).- Dynterskii, Yu I., Tr. po khim. Tekhol. 4, 910-12 (1961).
- 42).- Dynterskii, Yu I., and Kasatkin, A.G., Khim. Prom. 1961, 354-6.
- 43).- Eberhardt, George., Ger. 740,749., Sept. 9, 1941.
- 44).- Ellis, S.R.I., and Goodwin, F., Ind. Chemist. 37, 436-40 (1961).
- 45).- Ellis, S.R.I., Porter, R.E., and Jones, H.C., Trans. Instn. Chem. Engrs. 41(5) 212-16 (1963).
- 46).- Fastovskii, V.G., and Petrovskii, Yu V., Khim. Prom. 1954, 357-64 (1964).
- 47).- Fenske, W.R., Tongberg, C.O., and Quiggle D., Ind. Eng. - Chem. 26, 1169-77 (1934).
- 48).- Fenske, W.R., Lawroski S., and Tongberg C.O., Ind. Eng. Chem. 30, 297-300 (1938).
- 49).- Fern, Wood Mitchell Jr., and Bowen, R.J., Chem. Eng. Progr. 45, 359-69 (1949).
- 50).- Forsythe, W.L., Stack, T.G., and Conn, A.L., Ind. Eng. Chem. 39, 714-18 (1947).

- 51).- Freshwater, D.C., Ind. Chemist. 29, 451-6 (1953).
- 52).- Glasgow, Augustus R., and Schickenz, Sylvester T., J. - Research Natl. Bur. Standards 19, 593-603 (1937).
- 53).- Glitsch, Fritz W., and Sons Inc. U.S. 3,013,782.
- 54).- Hala, E., Villm, O., Pick, J., and Fried, V., Listy 49, - 359-60 (1955).
- 55).- Harvey, Donald., and ICI. Ltd. Brit. 642,068, Aug. 23 (1950).
- 56).- Hall, S.A., and Palkin Samuel., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 14, 807-11 (1942).
- 57).- Harrington, George., Brit. 374,707., Aug. 31, 1931.
- 58).- Haselden, G.G., and Winteringham, R., Advan. Cryog. Eng. 10, 405-10 (1964).
- 59).- Hayter, J.A., Ind. Chemist 28, 59-64 (1952).
- 60).- Hellums, J.D. et. al., A.I.Ch.E. Journal, 4(4), 465 (1958).
- 61).- Hibshman, Henry J., and Dole, S.W., U.S. 2,787,453., Apr. 2, 1957.
- 62).- Huber, Max., Brit. Chem. Eng. 6, 459-65 (1961).
- 63).- Huggins, Clifford A., and Thrift, G.C., Ger. 1,054,418. Apr. 9, 1959.
- 64).- Hughes, Everett C. (to The Standard Oil Co. of Ohio.), U.S. 2,298,294. Oct. 13.
- 65).- Hutchinson, J.I., and Baddour, R.R., Chem. Eng. Progr. 52, 503 (1956).
- 66).- Iowin, Daniel., U.S. 1,950,247. March 6.
- 67).- International Critical Tables, Mc. Graw Hill Book Co.
- 68).- Jones, G.P., and Knott, Ronald W., Ger. 1,039,490. Sept. 26 1959.

- 69).- John, H.J., and Rehberg, C.E., Ind. Eng. Chem. 41, 1056-8 (1949).
- 70).- John, H.J., U.S. 2,508,704. May 23, 1950.
- 71).- Jones, Arthur L., and Hughes, Everett C., U.S. 2,581,069. Feb. 13, 1951.
- 72).- Kaminskii, V.A., U.S.S.R. 162,818. May 27, 1964.
- 73).- Kaminskii, V.A., Zavodsk. Lab. 28, 1382 (1962).
- 74).- Kerr, Samuel L. (to the United Gas Improvement Co.), U.S. 2,231,828. Feb. 11.
- 75).- Kholin, P.G., and Popov, V.F., U.S.S.R., 123,948. Nov. 20, 1959.
- 76).- Kirschbaum, Emil., Chemie-Ing.-Tech. 21, 61-3 (1949).
- 77).- Kittel, Walter., U.S. 2,752,138. June 26, 1956.
- 78).- Kittel, Walter., Ger. 950,905. Oct. 18, 1956.
- 79).- Kittel, Walter., Ger. 1,071,051. Dec. 17, 1959.
- 80).- Kittel, Walter., U.S. 3,039,752. June 19, 1962.
- 81).- Kleinschmidt, Robert V., (to Arthur D. Little, Inc.), U.S. 2,143,015. Jan. 10.
- 82).- Koch Engineering Co., Inc., Ger. 1,014,078. Aug. 22, 1957.
- 83).- Kotzebue, Meinhard H., U.S. 1,983,762. Dec. 11.
- 84).- Kotzebue, Meinhard H., U.S. 3,022,054. Feb. 20, 1962.
- 85).- Krasnopoletsev, Yu F., U.S.S.R. 120,504. June 19, 1959.
- 86).- Kuhn, Werner, and Baertschi, Peter., Ger. 1,056,588. May 6 1959.
- 87).- Kuhn, Werner, and Baertschi, Peter., Swiss 339,610. Aug. 31 1959.
- 88).- Kühnl, Hans., U.S. 2,136,139. Nov. 8.
- 89).- Kühnl, Hans., Swiss. 250,762. June 16, 1956.

- 90).- Krell, Erich., "Handbook of Laboratory Distillation, 2th. ed.", Elsevier Publishing Co., New York, 19631
- 91).- Locky, H.S., and Ewell, R.H., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 14, 503-47 (1942).
- 92).- Locky, H.S., (to Purdue Research Foundation), U.S. 2,317,101. Apr. 20.
- 93).- Locky, Herbert S., and Ewell, Raymond H., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 12, 514-7 (1940).
- 94).- Lidell, Svante A., U.S. 3,094,401. June 18, 1963.
- 95).- Lindsey, G.S., Kiefer, J.L., and Suffine, C.L., Ind. Eng. Chem. 44, 225-31 (1952).
- 96).- Lupfer, G.L., U.S. 2,684,936. July 27, 1954.
- 97).- Litwin, H. (Koch Eng. Co. Inc., Wichita Kan.); Oil Gas J. 45, No. 46, 237-42 (1947).
- 98).- Malenke, Ernest, and Carl, Jacob., Ger. 1,037,414. Aug. 28, 1958.
- 99).- Mager, Jaroslav., Vysoká škola chem.-Technol. Pardubice 1960 167-76.
- 100).- Majewski, Janusz., Przemyst Chem. 37, 144-9 (1958).
- 101).- Mares, Vojtech., Czech. 89,786. Apr. 15, 1959.
- 102).- Marushkin, B.K., Gorbachev, I.A., U.S.S.R. 151,672. Nov. 15, 1962.
- 103).- Mayer, Erhard., Chem.-Ing.-Tech. 32,285-8 (1960).
- 104).- McMahon, H.O., (Arthur D. Little Inc., Cambridge Mass.), Ind. Eng. Chem. 39, 712-4 (1947).
- 105).- McWilliams, J.A., Pratt, V.P.C., Trans. Inst. Chem. Engrs. 34, 17-43 (1956).

- 106).- Melichar, Bohuslav., Brit. Chem. Eng. 5, 723-30 (1960).
- 107).- Melville, Francis L., U.S. 2,490,079-080. Dec. 6, 1949.
- 108).- Minard, J., Koffolt, Joseph H., and Withrow, James R., Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 39, 813-51 (1943).
- 109).- Molstad, I.C., Abbey, R.G., and McKinney, J.F., Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 38, 387-409 (1942).
- 110).- Nakanishi, Keiji., J. Chem. Soc. Japan. Ind. Chem. Sect. 58, 635-7 (1955).
- 111).- Nakanishi, Keiji., J. Chem. Soc. Japan. Ind. Chem. Sect. 59 127-8 (1956).
- 112).- Nutter, I.E., Chem. Eng. 61, No. 5, 176-7 (1954).
- 113).- Olney, Richard B., and Strand, Carl P., U.S. 2,779,577. - Jan. 29, 1957.
- 114).- Palkin, S., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 3, 377-8 (1931).
- 115).- Paulech, Josef., Czech. 88,658. Feb. 15, 1959.
- 116).- Peck, W.C., Brit. 418,065. Oct. 18, 1934.
- 117).- Peters, W.A. Jr., (to E.R. Radger & Sons Co.), U.S. - - - 2,164,080. June 27.
- 118).- Pflock, Rudolf., Ger. 692,926. June 6, 1940.
- 119).- Piazza José., Anales Inst. Investigaciones cient. Tecnol. (Univ. Nacl. Litoral Santa Fé, Argentina) 8-9, 56-69 (1938-39).
- 120).- Piazza José., Ibid. 10-11, 5-15 (1940-41).
- 121).- Piazza José., Ibid. 8-9, 70-7 (1938-39).
- 122).- Podbielniaik, Walter J., U.S. 2,004,011. June 4.
- 123).- Plit, I.G., Khim. Prom., Inform. Nauk.-Tekhn. 2b 4, 32-3 1964.

- 124).- Podbielniak, Walter J., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 13, - 639-45 (1941).
- 125).- Podbielniak, Walter J., U.S. 2,332,110. Oct. 19.
- 126).- Poulenc, Rhone., Fr. 983,046. June 18, 1951.
- 127).- Foulak, A.V., Ger. 1,029,342. May. 8, 1958.
- 128).- Price, Robert W., and LaFermonett C., Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 11, 289-90 (1939).
- 129).- Rae, Howard K., and Fancroft, Allan R., Brit. 806,975. Jan. 7, 1959.
- 130).- Rafferty, Martin A., and Leahoy, Thomas F., U.S. 3,070,360 Dec. 25, 1962.
- 131).- Raichle, Ludwig., and Billet, Rainhard., Chem.-Ingr.-Tech. 35(12), 831-6 (1963).
- 132).- Ridway, John A., U.S. 2,594,585. Apr. 29, 1952.
- 133).- Robin, B. J. Brit. Chem. Eng. 4, 351-4 (1959).
- 134).- Rodinov, A.I., Marchenkov, V.F., J. Applied Chem. 33, 1094 (1960).
- 135).- Rosedahl, Fritz., Chem. App. 28, 70-1 (1941).
- 136).- Ruchinskii, V.R., and Dileman, V.V., U.S.S.R. 135,872. Feb. 28, 1961.
- 137).- Samorreuther & Co. Ger. 1,070,141. Dec. 3, 1959.
- 138).- Scofield, R.C., Chem. Eng. Progr. 46, 405-14 (1950).
- 139).- Selecki, Anatole., and Tymianski, Pol. 44,822. June 20, 1961.
- 140).- Selker, H.L., and Burk, R.C., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 12, 352-5 (1940).
- 141).- Sheinmann, V.I., and Kogan, Yu S., U.S.S.R. 129,184. June 15, 1960.

- 142).- Sherland, F.E., J. Appl. Chem. (London). 2, 438-40 (1952).
- 143).- Short, J.F., and Twiss, G.H., Ind. Eng. Chem. 43, 2932-3 (1951).
- 144).- Sidorov, V.A., Oganeskii, A.P., U.S.S.R. 118,215. Feb. 20, 1959).
- 145).- Siebenicher, Marx., and Peters, Illy., Ger. 10,094. July 19, 1955.
- 146).- Siminov, G.R., U.S.S.R. 118,099. Feb. 20, 1959.
- 147).- Sinn, Richard., Ger. 1,032,087. Apr. 17, 1952.
- 148).- Smoker, C.H., Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 40, 17 (1944).
- 149).- Slotted plates for distilling and rectifying columns air liquid. Ger. 950,190. Oct. 4, 1956.
- 150).- Smith, R., U.S. 2,575,688. Nov. 20, 1951.
- 151).- Stage, Hermann., Ger. 1,067,408. Oct. 22, 1959.
- 152).- Stedman, D.F., Can. 361,043. Oct. 6, 1936.
- 153).- Stedman, D.F., Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 33, 53-61 (1937).
- 154).- Stedman, D.F., Can. Chem. Pat. 21, 214-16 (1937).
- 155).- Stedman, Donald F., U.S., 2,047,444. July 14.
- 156).- Stedman, D.F., Brit. 451,014. July 28, 1936.
- 157).- Stedman, D.F., (to Foster Wheeler Corp.), U.S. 2,227,164. Dec. 31.
- 158).- Stock, Hellmut., Ger. 1,047,749. Dec. 31, 1958.
- 159).- Subkow, Philip., U.S. 1,854,002. Apr. 12.
- 160).- Stone & Webster Engineering Corp., Ger. 1,057,070. May 14 1959.
- 161).- Sulzer frères Soc. Abon., Swiss 269,497. Oct. 16, 1950.

- 162).- Teller, Aaron J., Cheng, S.I., and Davies, H.A., A.I.Ch.E. Journal 9, 407-10 (1963).
- 163).- The Honorary Advisory Council for Scientific and Industrial Research (Canada). Ger. 666,465. Oct. 20, 1936.
- 164).- Thode, H.G., and Walkin, F.O., Can. J. Research 20 B, 61-8 (1942).
- 165).- Thrift, G.C., Chem. Eng. 61, No. 5, 177-8 (1954).
- 166).- Thier, Bernd., Zitzmann, Hubertus., Ger. 1,083,784. June 23, 1960.
- 167).- Thornton, J.D., J. Appl. Chem. (London) 8, 528-32 (1958)
- 168).- Titov, V.N., U.S.S.R. 169,494. March. 17, 1965.
- 169).- Tongberg, C.O., Lewroski, S., and Fonske, H.R., Ind. Eng. Chem. 29, 957-8 (1937).
- 170).- Tsyngankov, P.S.T., Spirtovaya Prom. 23, No. 4, 16-22 (1957)
- 171).- Umholtz, C.L., and Van Winkle, Matthew., Petroleum Refiner 34, No. 7, 114-7 (1955).
- 172).- Vian, A., and Segura-Arias A., Ion 20, No. 228, 401-8, 481-9 (1960).
- 173).- Vian, A., and Segura-Arias, A., Anales Real Soc. Espana Fis. y Quim. 57B, 403-10 (1961).
- 174).- Vilbrandt, Franck C., and Row, Stuart B., Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. 34, 51-69 (1938).
- 175).- Voeter, Heinz., and Verbug, Hendrik., Dutch. 90, 757. Apr. 15, 1959.
- 176).- Voeter, Heinz., and Verbug, Hendrik., Dutch. 1,035,098. July 31, 1958.
- 177).- Von Staden, Hans A., Berenbruch, Albert., and Höhn, Anton. U.S. 1,266,699. June 24.

- 178).- Wallis, John S., Brit. 390,682. Apr. 13, 1933.
- 179).- Warnecke, Adolf., Ger. 721,252. Apr. 23, 1942.
- 180).- Warnecke, Adolf, Ger. 739,172. Aug. 15, 1943.
- 181).- Wataen, H.E., Ind. Chemist 25, 503-6 (1949).
- 182).- Weber, Friedrich, A., Ger. 1,172,235. June 18, 1964.
- 183).- Wilson, C.D., Parker, G.T., and Laughlin., J. Am. Chem. Soc. 55, 2795-6 (1933).
- 184).- Widmer, G., Helv. Chim. Acta., 7, 194-6 (1924).
- 185).- Zheleznyak, A.S., and Levin A.I., Inst. Neftekhim Prostsov, 1960, No. 1, 147-55.
- 186).- Zuiderweg, J., U.S. 2,882,030. Apr. 14, 1959.
- 187).- Hellums, J.D., et al. A.I.Ch.E. Journal, 4(4), 465 (1959).
- 188).- Tzigankov, P.S.T., Spirtovaya Prom. 23, no. 4, 16-22 (1957).