

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE GUADALAJARA
INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**



EL HIDROSULFITO DE SODIO **($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$)**

(SU FABRICACION INDUSTRIAL)



QUIMICA

TESIS

ALBERTO PETERSEN BIESTER

**MARZO
1946**



Universidad Nacional
Autónoma de México



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 esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

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.

Con todo cariño

A mis queridos Padres.

INTRODUCCION

De todos los hidrosulfitos, el mas empleado es sin lugar a duda el hidrosulfito de sodio, o sea la sal sódica neutra del Acido Disulfónico, cuya fórmula, después de haberse explicado por innumerables hipótesis ha llegado a quedar en definitiva como $S_2O_4Na_2$.

Merecen ser citadas dos de las hipótesis que en un tiempo no lejano fueron las que se creía ser las ciertas fórmulas del hidrosulfito de sodio.

La primera es la propuesta por Schützenberger (introducir del Hidrosulfito en la industria Textil) y es la de: $SO_2.HNa$

Otra fue propuesta por Bucherer y Schwalbe que apoyados en el hecho de que de la unión de los ácidos sulfuroso y sulfoxílico resulta el Ac. Hidrosulfuroso, suponían como fórmula cierta la de $S_2O_4H_2Na_2$ para su sal sódica.



Posteriormente, estudiando la reacción anterior se llegó a la conclusión de que el Hidrosulfuroso es el anhídrido mixto de estos dos ácidos:



No obstante que la fórmula en conjunto ya era la de $S_2O_4H_2$, hasta últimas fechas quedó precisado que la fórmula del Ac. Hidrosulfuroso correspondía a la constitución del Acido Disulfónico:



Una vez conocida su constitución la primera fábrica que se lanzó a su fabricación en gran escala fué la B. A. S. F. (Badische Anilin und Soda Fabrik) siguiendo el método de fabricación por reducción del Bisulfito sódico, habiendo sido introducido primeramente al mercado de las anilinas como agente reductor, no siendo sino hasta varios años después cuando el producto fabricado

por la I. G. y lanzado con el nombre de Blanquit fué empleado para blanquear.

El enorme desarrollo que ha adquirido la industria del Hidrosulfito sódico se debe principalmente a su enorme poder reductor, que proviene de la descomposición del Hidrosulfito en presencia de agua en el bisulfito sódico e Hidrogeno, siendo asimismo de esta propiedad de donde proviene la enorme inestabilidad del mismo, debido a que a la temperatura ambiente el Hidrosulfito cristaliza con 2 mols. de agua que son precisamente las necesarias para descomponerse.



De aquí la inconveniencia de efectuar la cristalización a una temperatura menor de 52 C° que es la temperatura de transición entre el estado hidrato y el anhidro, la diferencia entre ambos en su aspecto físico es su estructura cristalina, pues siendo el primero cristales alargados en forma de agujas y que se mantienen por un tiempo más o menos largo en suspensión; el segundo cristaliza en forma de cristales tetraedricos muy pequeños que inmediatamente se asientan.

La aplicación industrial de este gran poder reductor aparte de su enorme aplicación en las reducciones de laboratorio es muy extensa tanto en la industria textil, en donde es empleado para la reducción de los colorantes a la Cuya (preparación de la mezclilla) y en el blanqueo de telas bajo la forma de Sulfoxilato de sodio y formaldehido, como en la industria azucarera con el mismo fin, o sea el de blanquear.

Por lo que se refiere al blanqueo de telas, conviene indicar que el Hidrosulfito de Sodio bajo la forma antes indicada, no ha llegado a desplazar al Hipoclorito sódico, ya que el grado de blanco obtenido con este último es muy superior al obtenido con el Blanquit, y siendo la fabricación electrolítica del Hipoclorito bastante sencilla, la mayor parte de los Blanqueos de la República, tienen sus celdas en donde preparan su solución blanqueadora, existiendo además una fábrica (Productos Químicos Nacionales) que fabrican el Hipoclorito en gran escala.

Sin embargo en el blanqueo de productos alimenticios tales como la pancha, el Blanquit no encuentra rival, debido a que el Hipoclorito deja un sabor muy desagradable a Cloro en el producto tratado.

En la industria minera es donde, aun encontrándose en el campo de la experimentación se puede llegar a obtener magníficos resultados, ya que reduce de sus sales a los metales nobles (Plata, Oro, Platino, etc.) y en el caso particular del Cobre, me-

dante la re
puede obten

El méto
reduciendo
Ac. Fórmico
dico, siendo
guiente:

2NaHSC

como se ve,
fito presenta
la reacción
cuales citaré
el caso de la
ducir al bisu
tiene la ven
de una mol.

Elegí pu
pleado en ac
como es el c

La obten
La prim
mediante la
dio de reacci

La segu
sulfito de Zn

Las sigu
hidratación d

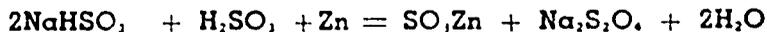
Por este
bastante ace
abrir un me

Croo co
los libros ma
visto que al
que lo citan
únicamente

No habi
considerado
y ya que se

dian­te la reducción de alguna de sus sales con el Hidrosulfito, se puede obtener el cobre coloidal.

El método general de obtención del Hidrosulfito de sodio es reduciendo mediante un agente reductor como el polvo de Zinc, Ac. Fórmico o Formiatos, Amalgama de sodio, etc. al bisulfito só­dico, siendo la reacción característica de estas reducciones la si­guiente:



como se ve, este método general de obtención reduciendo al bisul­fite presenta ciertas desventajas sobre el método aquí expuesto de la reacción directa del anhídrido sulfuroso sobre el Zn, entre las cuales citaré la dificultad de encontrar materias primas, y que en el caso de la reducción con amalgama de sodio es muy común re­ducir al bisulfito hasta algún Ac. Politiónico. Si bien es cierto que tiene la ventaja de la formación directa de la sal sódica a costa de una mol. de S que se pierde en la formación del SO_2Zn .

Elegí pues para tema del presente trabajo, el método más em­pleado en aquellas naciones en que el Zn es producto abundante, como es el caso particular de México.

La obtención por este método es llevada a cabo en 2 fases:

La primera consiste en la formación del Hidrosulfito de Zn mediante la reacción directa entre el SO_2 y el Zn usando como me­dio de reacción el agua:



La segunda fase consiste en la descomposición de este Hidro­ulfito de Zn mediante el Carbonato de sodio.



Las siguientes operaciones consisten en la cristalización des­hidratación con alcohol y finalmente secado del producto obtenido.

Por este procedimiento además de obtenerse un rendimiento bastante aceptable, se obtiene un subproducto al que se le puede abrir un mercado bastante grande como pigmento blanco.

Creo conveniente indicar antes de entrar en materia, que en los libros modernos que siguen la nomenclatura norteamericana he visto que al $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ya no lo nombran hidrosulfito de sodio, sino que lo citan como Hiposulfito de sodio, dedicándole al $\text{S}_2\text{O}_4\text{Na}_2$ únicamente el nombre de Tiosulfato sódico.

No habiendo podido encontrar razones por las cuales se ha considerado conveniente efectuar este cambio de nomenclatura, y ya que según la nomenclatura seguida por los españoles: Puig,

Zaz, Galán, etc. y que también siguen los Alemanes (La última traducción inglesa del Lunge ya no se guía por esta nomenclatura) el prefijo "hipo" es puesto a aquel compuesto del Azufre (u otro metaloide) que funciona con menos valencias, corresponde pues al S_2O_3Na , el nombre de Hiposulfito y no al S_2O_4Na . Por lo cual he considerado durante todo el presente trabajo al S_2O_4Na , como Hidrosulfito de sodio.

MATERIA

Las materias sodio son: El pol Carbonato de soda cinada (soda Ash reacción y el Al hidratar al Hidra como agentes Qu talidad.

De las tres m ta más dificultad para la preparaci ble un polvo de Z

El Zinc se en que varía entre l te por Fe y algo te en fundir linga contra de una cor rización y una co ta condensación r debido a la gran re, se efectúe una de Zn. llegando a oxígeno combinad

El polvo de posteriormente de el método industri un esmeril de Co reza de 96.8%.

Ultimamente polvo de Zn para mo la pintura pa nos especiales pa

Por lo que se de decir que no h tanto el SO_2 como sea productos Na

MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTOS RESULTANTES.

Las materias primas para la fabricación del Hidrosulfito de sodio son: El polvo de Zinc, el Anhidrido sulfuroso (o Azufre) y el Carbonato de sodio conocido con el nombre comercial de Sosa calcinada (soda Ash o light soda). El agua que sirve como medio de reacción y el Alcohol que es empleado en la fase final para deshidratar al Hidrosulfito sódico, entran como agentes físicos y no como agentes Químicos, pudiendo ser recuperados casi en su totalidad.

De las tres materias primas es el polvo de Zinc el que presenta más dificultades, no por escasez de este, sino, debido a que, para la preparación del producto de que me ocupo, es indispensable un polvo de Zinc cuya pureza no sea menor de 94%.

El Zinc se encuentra en la industria en trozos, con una pureza que varía entre los 98 y 99% estando impurificado principalmente por Fe y algo de Mn. La fabricación industrial del polvo consiste en fundir lingotes y dirigir un chorro de esta masa fundida en contra de una corriente de aire a presión, la que provoca la pulverización y una condensación espontánea del Zinc, sin embargo esta condensación no es lo suficientemente rápida para evitar, que debido a la gran superficie que presenta el Zn pulverizado al aire, se efectúe una oxidación en la parte exterior de cada partícula de Zn, llegando a bajar la pureza de este hasta un 75-80% por el oxígeno combinado.

El polvo de Zn que emplee en el trabajo de laboratorio que posteriormente describo, lo obtuve en el laboratorio, no siguiendo el método industrial de fabricación de este, sino que por el uso de un esmeril de Carborundum, logré obtener un polvo de una pureza de 96.8%.

Ultimamente debido al gran incremento por la industria del polvo de Zn para la fabricación de pinturas industriales, tales como la pintura para el hierro galvanizado, se han construido hornos especiales para la manufactura de este producto.

Por lo que se refiere a las otras dos materias primas, se puede decir que no hay ninguna dificultad para obtenerlos en plaza, tanto el SO_2 como la sosa calcinada existen en gran cantidad, ya sea productos Nacionales o Importados.

El empleo del SO₂ gaseoso tiende a ir disminuyendo debido al incremento que ha tomado su liquifacción, y su empleo en estado líquido nos ofrece muy grandes ventajas, tanto por su facilidad en el manejo como el mejor control que puede efectuarse.

El rendimiento es mayor con el SO₂ líquido que con el gaseoso, habiendo necesidad de usar, cuando se emplea en este último estado un tanque de reacción a presión de manera que la presión parcial del SO₂ ejercida sobre la superficie líquida sea lo suficientemente grande para que haya bastante SO₂ disuelto en el agua, que es según parece en el estado en que se efectúa la reacción, ya que según la ley de Henry:

$$N = \frac{l}{H} p$$

la fracción mol de gas disuelto es directamente proporcional a la presión ejercida por dicho gas sobre la superficie líquida.

Generalmente, para evitar el tanque a presión es puesto un recuperador de SO₂, que consiste de una columna de bastante altura, por cuya parte superior cae una suspensión de Zn en agua, entrando por la parte inferior el SO₂ que no alcanzó a reaccionar en el tanque de reacción, verificándose en esta columna la reacción, y la solución formada, bastante deluida es agregada a la que proviene del tanque de reacción.

En el caso del SO₂ líquido, si bien es cierto que al cesar la presión que lo mantenía en estado líquido, tenderá a pasar al estado gaseoso, sin embargo hay suficiente tiempo de contacto entre el Zn y el SO₂ para verificarse la reacción, pudiéndose verificar esta en un tanque cerrado, colocándole una válvula de seguridad, para que en caso de fallar el control de entrada del SO₂ líquido, no haya peligro de explosión.

La última de las materias primas, es la sosa calcinada, su uso no presenta ninguna dificultad, ya que primeramente es disuelto para luego usarlo, verificándose la reacción entre líquido y líquido. A continuación pongo un análisis de una sosa calcinada Norteamericana, pudiéndose ver el alto grado de pureza de la misma.

Humedad	despreciable.
CO ₂ ,Na ₂	99.2%
CO ₂ ,HNa	despreciable.
ClNa	0.4 — 0.6%
Mat. insol.	0.02 — 0.04%
Fe ₂ O ₃	0.001 — 0.002%

Del carbonato de Zinc ya dije que tiene un campo amplisi-

mo como pig
y presenta lo
lo son todas

Por lo que
das sus apli
que ha tomac
dio, conocido
quit el produ
nombre de H
ha, siendo es

Que resu
de Hidrosulfit
mucho más e

mo como pigmento blanco, ya que tiene un gran poder cubriente y presenta la ventaja sobre el CO₃PB, de no ser venenoso como lo son todas las pinturas de plomo.

Por lo que al hidrosulfito se refiere, ya quedaron citadas todas sus aplicaciones, réstame solo indicar el gran incremento que ha tomado en la industria un derivado del Hidrosulfito de sodio, conocido con los nombres comerciales de **Rougalita C** ó **Blanc-quit** el producto fabricado por la I. G. Ferbennindustrie, y con el nombre de **Hidrosulfito conc. B.** polvo el fabricado por la casa Cica, siendo este producto un sulfoxilato de sodio y formaldehido:



Que resulta de la reducción con polvo de Zn de una mezcla de Hidrosulfito de sodio y de formaldehido, siendo este producto mucho más estable que el Hidrosulfito de sodio.

S U M A R I O.

I.—EXPERIMENTACION EN LABORATORIO

Obtención — Análisis

II.—ANTEPROYECTO PARA UNA PLANTA DE

2250 KGS. DE CAPACIDAD EN OCHO

HORAS DE TRABAJO.



QUIMICA

I.—EXPERIMENTACION EN LABORATORIO.

1).—OBTENCION DE LABORATORIO.—Habiendo encontrado muy pocos datos sobre la fabricación industrial del Hidrosulfito de sodio, me vi obligado a efectuar una obtención, efectuando las operaciones unitarias en Laboratorio, lo más parecidas que me fué posible a lo que deberían ser en la industria, logrando obtener un buen número de datos que aplico después en el cálculo del Anteproyecto.

Otro de los objetos de este análisis fué el de adquirir una idea exacta de cual sistema de cristalización conviene más para este caso particular, ya que varios autores recomiendan la cristalización por saldo, en cambio otros, consideran que por medio de la concentración se obtiene un rendimiento más alto, causando esta concentración por una evaporación adecuada del solvente, en este caso el agua.

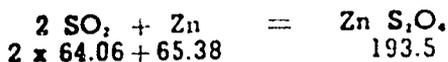
Varios análisis tales como el de la humedad, del Zinc, el de la sosa calcinada y otros simplemente los cito o anoto el resultado de ellos sin detenerme a describirlos por considerarlos muy conocidos.

La presente obtención la efectué partiendo de la base de 150 grs de polvo de Zn con una pureza de 96.% y que alcanzó a pasar a través de un tamiz de 50 mallas, los cuales fueron mantenidos en suspensión en 100 cc. de agua mediante el empleo de un agitador eléctrico de 100 revoluciones por minuto.

Usando un baño de agua fría logré mantener la temperatura de reacción en la suspensión entre 30 y 35 C°, mientras burbujeara por espacio de 1 hora 30 minutos, SO₂ gaseoso obtenido de la combustión completa del S, mediante la inyección de una corriente de aire al quemador, evitando así la formación del SO que podría formarse si la combustión no fuere completa. El SO₂ fué inyectado primero bastante de prisa, disminuyendo la velocidad de reacción conforme esta avanzaba, lo cual es fácil de ver debido a los cambios de coloración que se verifican.

Primeramente se notará una coloración amarillenta que irá volviéndose crema conforme la reacción avanza, una coloración parda indica un exceso de SO₂, el cual al no encontrar Zn con

que reaccionar forma el Ac. Hidrosulfuroso muy inestable que inmediatamente se descompone, de aquí proviene un olor exci-vo a SO₂ que indica el fin de la reacción:



que equivalen a 3
El porcentaje

362.6 x

386.1

lo que significa que
sulfito de sodio.

Esta solución
da una para efectua

A).—CRISTALIZA

Evaporé al v
dad del total, mant
52 - 60 C°, no convie
talización en forma
rante un largo tiem
2H₂O ya que la tem
do y el anhidro es d
pida descomposició

La cristaliza
ayuda de un vacío
cristales de forma t
den a la forma anhi

Terminada la
do un peso que desc

De este preci
cuidado al vacío de
volví a pesar obteni

O sea que en
de agua que equival

Los 170.17 gr
tados en donde los t
ra de 60 C° con alco

el objeto de deshidr

se subiera podido for

El hidrosulfito

cohol así es que nac

este último tratamien

La suspensión

por parte del alcohol

ratura de 60 C° dan

Quiere decir q

Habiendo dado por terminada la reacción entre el SO₂ y el Zn, sin dejar de agitar, añadí una solución previamente preparada con 250 grs. de CO₃Na₂ anhidro (sosa calcinada) en 500 c.c. de agua, para efectuar la reacción:



La temperatura máxima permisible durante esta reacción debe ser de 30 C° lo que se logra con un sistema enfriador; agua corriente en este caso.

Ambas reacciones anteriormente citadas son exotérmicas.

El Carbonato de Zinc formado se asentó en el fondo, obteniendo una solución de Hidrosulfito de sodio perfectamente transparente.

A partir de esta operación, todas las operaciones unitarias por las cuales pasa la solución de Hidrosulfito sódico, deben ser efectuadas lo más rápidamente posible, por el peligro de la descomposición del Hidrosulfito sódico según la reacción anteriormente citada.

Eliminé el Carbonato de Zinc mediante una filtración al vacío haciendo uso de una trompa de agua, con esto se logró una filtración sumamente rápida. El precipitado, fué pesado, secado y vuelto a pesar habiendo efectuado el secado en una estufa a 110 C° y por espacio de ½ hora.

Peso del prec. húmedo.....	342.62	grs.
Peso del Carbonato seco.....	293.42	..

Humedad	49.2	grs.
---------	------	------

49.2 x 100 = 14.35 % humedad.

342.62

De la solución de Hidrosulfito tomé una muestra de 25 c.c. y analizada por el método después descrito, obtuve por resultado una solución de:

21.87 % de Hidrosulfito.

que equivalen a 362.6 grs. de Hidrosulfito en los 1612 c.c. de sol.
El porcentaje de descomposición base teórica es de:

$$\frac{362.6 \times 100}{386.8} = 93.5 \%$$

lo que significa que 6.5% del Hidrosulfito ya se descompuso en bisulfito de sodio.

Esta solución la dividí en dos partes iguales de 806 c.c. cada una para efectuar las pruebas de cristalización.

A).—CRISTALIZACION POR EVAPORACION.

Evaporé al vacío 806 c.c. de la solución equivalente a la mitad del total, manteniendo una temperatura de evaporación entre 52 - 60 C°, no conviene bajar de este límite pues obtendría una cristalización en forma de agujas que se mantienen en suspensión durante un largo tiempo y que corresponden a la fórmula $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ya que la temperatura de transición entre el estado hidratado y el anhidro es de 52 C°, ni subir de 60 C° pues vendría una rápida descomposición del Hidrosulfito.

La cristalización efectuada fué llevada a cabo a 50 C° con la ayuda de un vacío de 26" habiendo obtenido un precipitado de cristales de forma tetraédrica sumamente pequeños que corresponden a la forma anhidra.

Terminada la evaporación pasé al matraz, habiendo obtenido un peso que descontado de la tara fué de 188.47 grs.

De este precipitado tomé 18.3 grs. que los sequé con todo cuidado al vacío de 26" (60 C°) por espacio de 20 minutos y luego volví a pesar obteniendo un peso final de 15.52 grs.

O sea que en 18.3 grs. de Hidrosulfito húmedo hay 2.78 grs. de agua que equivalen a un 15.3% de humedad.

Los 170.17 grs. restantes los introduje en un vaso de precipitados en donde los traté por espacio de ½ hora y a una temperatura de 60 C° con alcohol industrial desnaturalizado por Piridina con el objeto de deshidratar cualquier cantidad de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ que se subiera podido formar durante la cristalización.

El hidrosulfito de sodio es absolutamente insoluble en el alcohol así es que nada de éste se perderá en forma de solución en este último tratamiento.

La suspensión alcohólica la centrifugué para eliminar la mayor parte del alcohol, y por último sequé al hidrosulfito a la temperatura de 60 C° dando un total de 136.6 grs. de Hidrosulfito seco.

Quiere decir que si no hubiera separado los 18.3 grs. emplea-

dos para el análisis de la humedad hubiera obtenido un peso total de:

$$\frac{136.6 \text{ grs.} \times 100}{90.82 \%} = 150.4 \text{ grs.}$$

ya que los 18.3 grs. tomados equivalen a un 9.18% del total del Hidrosulfito húmedo.

El rendimiento total por este método por lo tanto (tomando la cantidad teórica la obtenida con 145.2 grs. de Zn Q. P. equivalentes a los 150 grs. de Zn impuro que es de 375.5 grs. de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$):

$$\frac{150.4 \times 100}{375. + 2} = 80.1\%$$

El análisis del Hidrosulfito de sodio obtenido por este método de cristalización nos da una pureza de:

95.2%

B).—CRISTALIZACION POR SALADO.

Este método de cristalización que consiste en la adición de un compuesto más soluble que posea unión común con el compuesto en solución, para desplazarlo de ésta, es empleado en la cristalización del hidrosulfito con el objeto de obtener un producto de mayor grado de pureza, ya que los demás compuestos solubles permanecen en solución al no ser desplazados de ésta.

Un sobrecalentamiento que traería consigo la descomposición parcial del Hidrosulfito no puede ser evitado del todo empleando este método, ya que si bajamos la temperatura de los 52 C° obtendríamos la cristalización de la sal hidratada.

Como substancia para verificar el saludo tomé la sal común cuya solubilidad a 60 C° es de 36.99% en peso, deducido este valor de su solubilidad molal que es de 6.33 en 1000 c.c. de agua.

La solubilidad del Hidrosulfito de sodio anhidro es de... 28.2% a 60 C° siendo la solubilidad del mismo en el estado hidratado bastante menor.

La cantidad necesaria de sal común Q.P. necesaria para saturar los 728. c.c. de agua en que está disuelto el Hidrosulfito es de 268.25 grs. que al agregarlos al agua causan el inmediato desalojamiento del Hidrosulfito de sodio de la solución obteniendo así el precipitado de esto que se asienta, se decanta la solución salina,

el precipitado después de cesando después El rendimiento teórico

La pureza es de:

La mayoría de competir con este método de Ev ahorra uno el to de persona sente trabajo al vacío.

2).—ANALISIS

Hay un al Hidrosulfito este, ya sea c ción del Azul reales de pureza de potasio dos métodos

Los métodos obtención de otro para ana

1).—El hidrosulfito con agua forman primero pero

La solcándola liger como indicado dicador la fe

La sol

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

dos para el análisis de la humedad hubiera obtenido un peso total de:

$$\frac{136.6 \text{ grs.} \times 100}{90.82 \%} = 150.4 \text{ grs.}$$

ya que los 18.3 grs. tomados equivalen a un 9.18% del total del Hidrosulfito húmedo.

El rendimiento total por este método por lo tanto (tomando la cantidad teórica la obtenida con 145.2 grs. de Zn Q. P. equivalentes a los 150 grs. de Zn impuro que es de 375.5 grs. de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$):

$$\frac{150.4 \times 100}{375.5 + 2} = 80.1\%$$

El análisis del Hidrosulfito de sodio obtenido por este método de cristalización nos da una pureza de:

95.2%

B).—CRISTALIZACION POR SALADO.

Este método de cristalización que consiste en la adición de un compuesto más soluble que posea unión común con el compuesto en solución, para desplazarlo de ésta, es empleado en la cristalización del hidrosulfito con el objeto de obtener un producto de mayor grado de pureza, ya que los demás compuestos solubles permanecen en solución al no ser desplazados de ésta.

Un sobrecalentamiento que traería consigo la descomposición parcial del Hidrosulfito no puede ser evitado del todo empleando este método, ya que si bajamos la temperatura de los 52 C° tendríamos la cristalización de la sal hidratada.

Como substancia para verificar el saludo tomé la sal común cuya solubilidad a 60 C° es de 36.99% en peso, deducido este valor de su solubilidad molar que es de 6.33 en 1000 c.c. de agua.

La solubilidad del Hidrosulfito de sodio anhidro es de... 28.2% a 60 C° siendo la solubilidad del mismo en el estado hidratado bastante menor.

La cantidad necesaria de sal común Q. P. necesaria para saturar los 728. c.c. de agua en que está disuelto el Hidrosulfito es de 268.25 grs. que al agregarlos al agua causan el inmediato desalajamiento del Hidrosulfito de sodio de la solución obteniendo así el precipitado de este que se asienta, se decanta la solución salina,

el precipitado
después de cen
sando después

El rendi
dimiento teóric

La pure
do es de:

La may
de competir co
método de Eva
ahorra uno el
to de personal
sente trabajo e
al vacío.

2).—ANALISIS

Hay un
al Hidrosulfito
este, ya sea d
ción del Azul
reales de pure
ra de potasio
dos métodos a

Los mé
obtención de l
otro para anal

1).—El
drosulfito cons
agua formand
primero pero

La solu
cándola liger
como indicado
dicador la fen

La solu

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

el precipitado es luego tratado con alcohol Industrial y finalmente después de centrifugado es secado a una temperatura de 60 C°. Pesando después el producto seco obtuve un peso de 128.17 grs.

El rendimiento por este método será pues, basado en el rendimiento teórico:

$$\frac{128.17 \times 100}{375.5 + 2} = 68.26\%$$

La pureza del Hidrosulfito de sodio obtenido por este método es de:

98.4%

La mayor pureza obtenida por el método de salado, no puede competir con el bastante más alto rendimiento obtenido por el método de Evaporación, aparte de que por este último método se ahorra uno el ClNa ya que en caso de tratar de recuperarlo el gasto de personal sería bastante fuerte, he elegido pues para el presente trabajo el sistema de cristalización por Evaporación del agua al vacío.

2).—ANÁLISIS DEL HIDROSULFITO DE SODIO.

Hay una gran variedad de métodos empleados para analizar al Hidrosulfito de sodio basados todos ellos en el poder reductor de este, ya sea dando valores relativos como en el caso de la reducción del Azul de Metileno o de la Sefranina T, o dando valores reales de pureza como en el caso de la valoración con Ferricianura de potasio usando como indicador el sulfato ferroamónico y los dos métodos aquí expuestos.

Los métodos elegidos que son los que usé en el curso de la obtención de Laboratorio son: uno para analizar las soluciones el otro para analizar la sal cristalizada.

1).—El método empleado para analizar los cristales de hidrosulfito consiste en disolver estos en formaldehido diluido con agua formando un compuesto con el mismo poder reductor que el primero pero mucho más estable.

La solución formada es neutralizada perfectamente acidificándola ligeramente con HCl usando anaranjado de metilo al 0.2% como indicador para luego neutralizarla con NaOH N 10 siendo indicador la fenolftaleína.

La solución ya neutra es titulada yodimétricamente.



por último se decolora la solución con una gota de Tiosulfato y la acidez proveniente de la reacción anterior es valorada con NaOH N/10 onociendo así la cantidad de HI producido, pudiendo calcular la cantidad de Hidrosulfito de sodio necesarios para producirlos.

2.—En el caso de que el hidrosulfito se encuentre en solución el método de análisis empleado es el de la valorización mediante una solución de índigo previamente estandarizada contra KMnO_4 N/50 sabiendo que:

1 c.c. KMnO_4 N/50 — 0.0015 grs. de Indigotina.

La titulación es efectuada en un matraz con atmósfera inerte de CO_2 y con una bureta en la cual también hay atmósfera de CO_2 .

Dividiendo el factor del índigo deducido de la titulación contra el MnO_4 , por los c.c. de sol gastados obtenemos directamente el porcentaje del Hidrosulfito de sodio en la sol.

DESCR

La
y Carbon
rrados int
Hidrosulf
que está p
te para c
de la solu

Un
para man
cer que la
tanque ay

Por
por la cua
y la solu
del anhíd
colocando
cantidad e

Al
es prepara
Carbonato
polvo pes
15 C°)

Una
la válvula
cio verific
trante la l
bastante g

Este
hasta él d
puestas.

Es
ducto prin
consiste en

por último se decolora la solución con una gota de Tiosulfato y la acidez proveniente de la reacción anterior es valorada con NaOH N/10 onociendo así la cantidad de HI producido, pudiendo calcular la cantidad de Hidrosulfito de sodio necesarios para producirlos.

2.—En el caso de que el hidrosulfito se encuentre en solución el método de análisis empleado es el de la valorización mediante una solución de indigo previamente estandarizada contra KMnO_4 N/50 sabiendo que:

1 c.c. KMnO_4 N/50 — 0.0015 grs. de Indigotina.

La titulación es efectuada en un matraz con atmósfera inerte de CO_2 y con una bureta en la cual también hay atmósfera de CO_2 .

Dividiendo el factor del indigo deducido de la titulación contra el MnO_4 por los c.c. de sol gastados obtenemos directamente el porcentaje del Hidrosulfito de sodio en la sol.

DESC

La
y Carbon
rrados in
Hidrosulf
que está
te para
de la sol

Un
para man
cer que
tanque a

Pe
por la cu
y la solu
del anhie
colocand
cantidad

Al
es prepa
Carbonat
polvo pe
15 C°)

Un
la válvul
cio verifi
trante la
bastante

Es
hasta él
puestas.

Es
ducto pri
consiste e

II.—ANTEPROYECTO.

DESCRIPCION DEL PROCESO INDUSTRIAL DE OBTENCION.

Las reacciones ya citadas entre el Zinc, Anhídrido Sulfuroso y Carbonato de sodio, se verifican en dos tanques de reacción forrados interiormente con plomo para evitar la acción corrosiva del Hidrosulfito de sodio formado sobre el fierro del tanque, este tanque está provisto también de una chaqueta de capacidad suficiente para contener el agua necesaria para mantener la temperatura de la solución en los alrededores de 30 C°

Un medio de agitación se hace indispensable primeramente para mantener en suspensión al polvo de Zn y segundo para hacer que la temperatura se mantenga uniforme a través de todo el tanque ayudando asimismo a efectuar la reacción en su totalidad.

Por la parte inferior de estos tanques, además de la válvula por la cual es extraída la masa del Carbonato de Zinc precipitado y la solución del Hidrosulfito de sodio, está la tubería de entrada del anhídrido Sulfuroso líquido, cuyo control es llevado a cabo colocando los tambos en uso sobre una báscula, viéndose así la cantidad que entra en reacción.

Al agregar la solución de Carbonato de sodio $n_1 = 14.5$ que es preparada previamente en un tanque provisto de agitación, el Carbonato de Zinc formado precipitará inmediatamente en forma de polvo pesado completamente insoluble en agua (sol: 0.001% a 15 C°)

Una vez dada por terminada la reacción, segunda es abierta la válvula de descarga que conduce directamente a un filtro al vacío verificándose una rápida filtración, empleando como medio filtrante la lona, soportada por una placa de fierro con perforaciones bastante grandes.

Este filtro al igual que la tubería que conduce la solución hasta él deben de estar forrados de plomo por las razones ya expuestas.

Es aquí donde obtenemos la completa separación del producto principal ($Na_2S_2O_4$) y el subproducto (CO_2Zn) cuyo acabado consiste en llevarlo a un horno giratorio en donde es secado y a la

vez se verifica la descomposición del poco hidrosulfito que lo acompaña con la humedad, después del secado viene la moliendo del Carbonato de Zinc en un molino de bolas para por último empacarlo en bolsas de papel.

La solución de hidrosulfito de sodio que lleva una concentración $n_1 = 46.4$ es introducida mediante una bomba forrada de plomo a un Evaporador del tipo de Canasta, con separador de cristales y que se encuentra forrado de plomo, haciendo las veces de cristizador, ya que los cristales son sacados por el fondo para irlos introduciendo al deshidratador de alcohol.

El Evaporador está bajo un vacío adecuado para llevar a cabo la evaporación a una temperatura no mayor de 60 C° , haciendo uso de un condensador de contacto y de una bomba de vacío.

Para eliminar el agua que puede acompañar al hidrosulfito bien bajo la forma de aguade cristalización o simplemente como humedad, está el tanque deshidratador, que es un tanque provisto de un calentador de serpentín por el cual pasa agua caliente mediante la cual es posible elevar la temperatura del alcohol hasta 60 C° , un tratamiento de $\frac{1}{2}$ hora del hidrosulfito con el Alcohol es suficiente para deshidratarlo por completo.

Saliendo de este tanque es llevada al sol, a una centrifuga en donde es separado el alcohol que es regenerado, y el Hidrosulfito casi seco es introducido a un secador al vacío con condensador de superficie para recuperar las últimas trazas de Alcohol, y por último ya seco es empaçado en tambores de cartón que es como se encuentra en el Comercio.

Véase Diagrama de Flujo.

vez se verifica la descomposición del poco hidrosulfito que lo acompaña con la humedad, después del secado viene la molienda del Carbonato de Zinc en un molino de bolas para por último empacarlo en bolsas de papel.

La solución de hidrosulfito de sodio que lleva una concentración $n_1 = 46.4$ es introducida mediante una bomba forrada de plomo a un Evaporador del tipo de Canasta, con separador de cristales y que se encuentra forrado de plomo, haciendo las veces de cristizador, ya que los cristales son sacados por el fondo para irlos introduciendo al deshidratador de alcohol.

El Evaporador está bajo un vacío adecuado para llevar a cabo la evaporación a una temperatura no mayor de 60 C° , haciendo uso de un condensador de contacto y de una bomba de vacío.

Para eliminar el agua que puede acompañar al hidrosulfito bien bajo la forma de aguada cristalización o simplemente como humedad, está el tanque deshidratador, que es un tanque provisto de un calentador de serpentín por el cual pasa agua caliente mediante la cual es posible elevar la temperatura del alcohol hasta 60 C° , un tratamiento de $\frac{1}{2}$ hora del hidrosulfito con el Alcohol es suficiente para deshidratarlo por completo.

Saliendo de este tanque es llevada al sol, a una centrífuga en donde es separado el alcohol que es regenerado, y el Hidrosulfito casi seco es introducido a un secador al vacío con condensador de superficie para recuperar las últimas trazas de Alcohol, y por último ya seco es empaçado en tambores de cartón que es como se encuentra en el Comercio.

Véase Diagrama de Flujo.

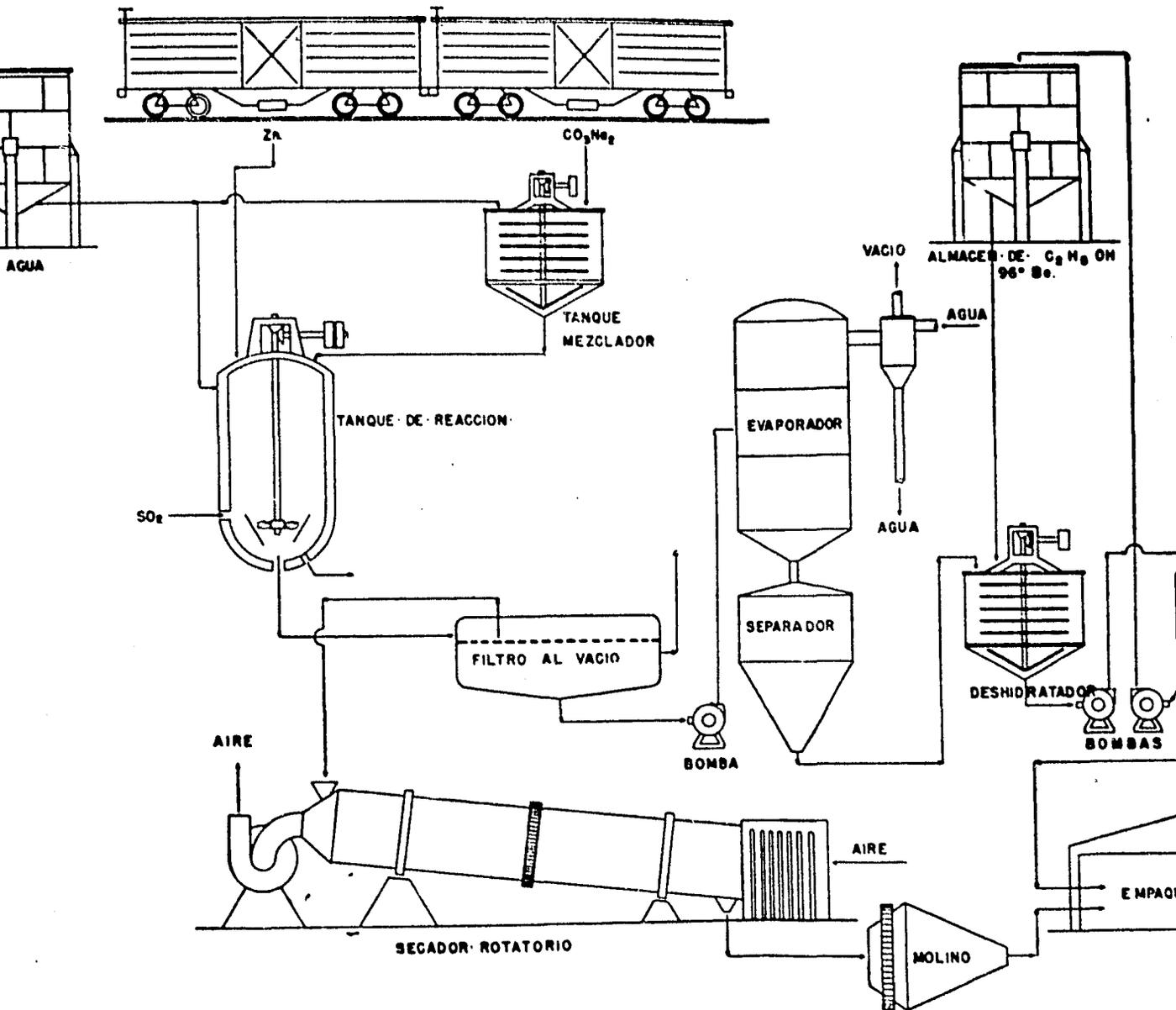
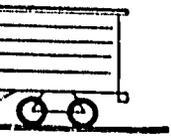
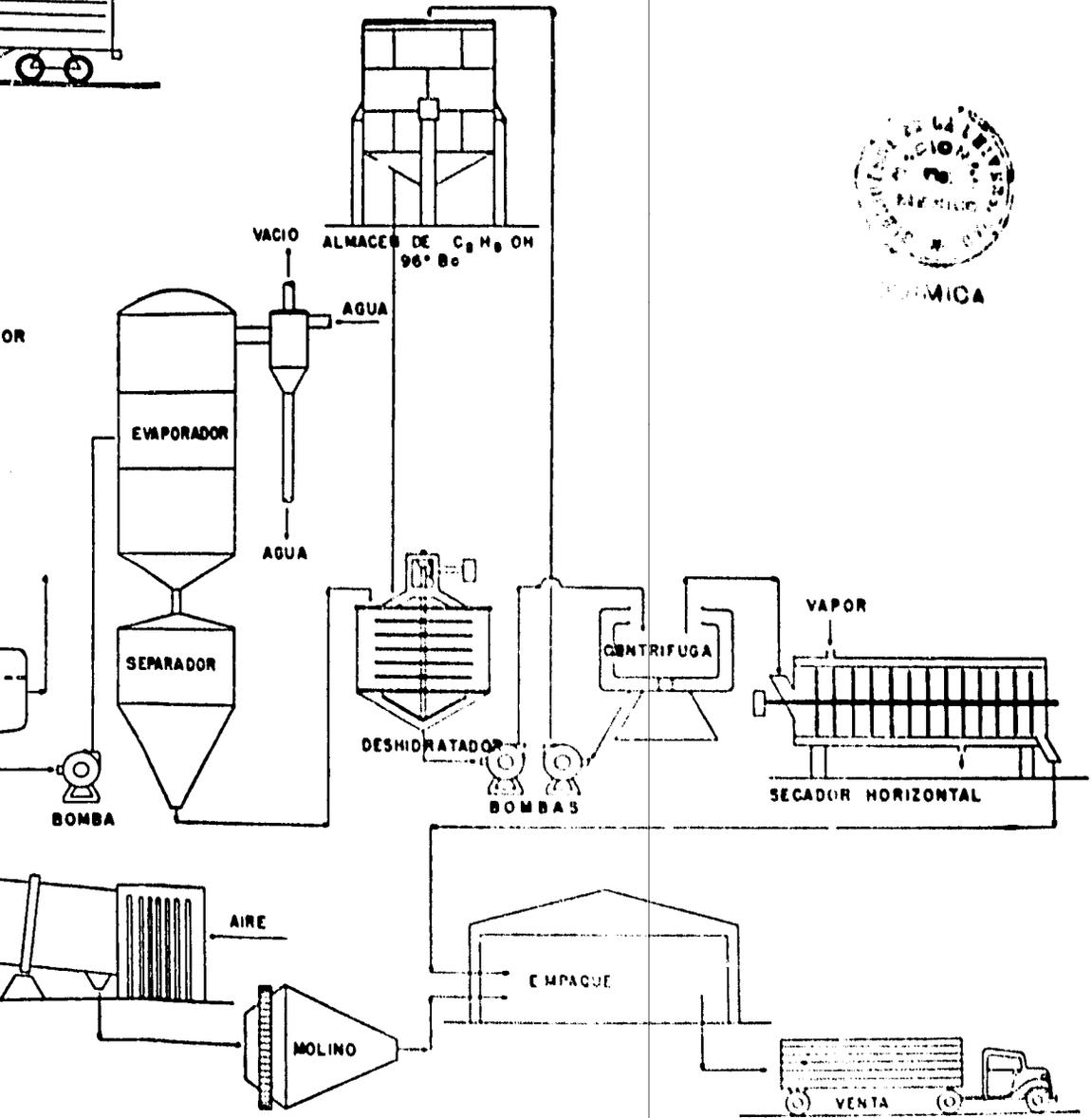


DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE FABRICACION



OR



FABRICA

PROCESO DE FABRICACION DEL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

ALBERTO PETERSEN BIESTER

TANQUE DE REACCION

La cantidad necesaria de productos que deben entrar en reaccion para obtener la produccion diaria deseada, es, basada en el rendimiento teorico obtenido en el laboratorio de:

$$\text{Zn} = \frac{2250 \times 100 \times 100 \times 65.38}{174.12 \times 80.1 \times 95} = 1110 \text{ Kgs. de polvo de}$$

Zn de 95% suspendidos en 8000 lts. de agua. El 80.1% anotado arriba corresponde al rendimiento del proceso.

Para llevar a cabo la primera fase de la reaccion se ocupan:

$$\text{SO}_2 = \frac{1110 \times 95 \times 128.12}{65.38 \times 100} = 2064 \text{ Kgs. de SO}_2 \text{ liquido.}$$

con la pureza ya indicada de 100%.

La segunda fase es verificada con la adiccion de:

$$\text{CO}_2\text{Na}_2 = \frac{1110 \times 95 \times 106 \times 100}{65.38 \times 99.2 \times 100} = 1724 \text{ Kgs. de Carbona-}$$

lo con la pureza industrial de 99.2% disueltos en 4000 lts. de Agua.

El Vol. para dar cabida a estos 16,898 Kgs. es demasiado grande por lo que la reaccion es verificada en dos tanques iguales con una capacidad de 10,000 lts. cada uno con unas medidas aproximadamente de 2 mts. de diametro por 3.2 mts. de altura. Cada tanque esta forrado interiormente de plomo y esta provisto de una chaqueta de agua con un espacio anular de 12 cmts. correspondiendo a una capacidad de 3000 lts.

En estos tanques la unica operacion unitaria que podemos tomar en cuenta es la de mezclado, o sea un agitador electrico para mantener la suspension, por lo cual me concretare a hacer el balance termico y el de materiales.

Balance de Calor:

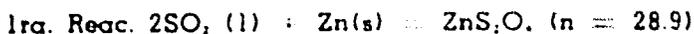
Temp. dato; 27 C°

(calor que entra en los materiales) + (calor desprendido en la reacción) = (calor que sale en la solución) + (calor que sale con el precipitado) + (pérdidas en calentar los tanques) + (pérdidas por radiación).

1).—Habiendo considerado la temperatura ambiente como la temperatura dato, los materiales que entran en reacción son considerados entrar a esta temperatura con excepción del SO₂ que por estar en estado líquido, se encuentra a una temperatura bastante baja:—7°

$$0.318 \times 2064 \times 34 = - 22,311 \text{ Cal.}$$

2).—Dos son las reacciones verificadas en los tanques y como quedó dicho, ambas exotérmicas:

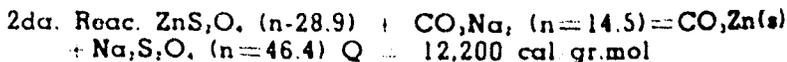


$$Q = 33,500 \text{ cal/gr.mol.}$$

La cantidad total de calorías desprendidas al hacerse la reacción es de:

$$Q = \frac{1110 \times 0.95 \times 193.5 \times 33.5}{65.38 \times 0.1935} = 541,000 \text{ Calorías con}$$

formación de 3121 Kgs. de ZnS₂O₇, de los cuales una pequeña parte se descompone, pero como la reacción de descomposición es ligeramente endotérmica y en muy pequeña cantidad, no afecta sensiblemente al presente cálculo.



Las calorías desprendidas al verificarse esta reacción son:

$$Q = \frac{1110 \times 0.95 \times 0.9345 \times 174.12 \times 12.2}{65.38 \times 0.17412} = 185,000 \text{ Cal}$$

El total de calor desprendido en los tanques de reacción es:
541,000 + 185,000 = 726,000 Calorías.

Balance de Calor:

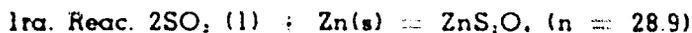
Temp. dato: 27 C°

(calor que entra en los materiales) + (calor desprendido en la reacción) = (calor que sale en la solución) + (calor que sale con el precipitado) + (pérdidas en calentar los tanques) + (pérdidas por radiación).

1).—Habiendo considerado la temperatura ambiente como la temperatura dato, los materiales que entran en reacción son considerados entrar a esta temperatura con excepción del SO₂ que por estar en estado líquido, se encuentra a una temperatura bastante baja:—7°

$$0.318 \times 2064 \times 34 = - 22,311 \text{ Cal.}$$

2).—Dos son las reacciones verificadas en los tanques y como quedó dicho, ambas exotérmicas:

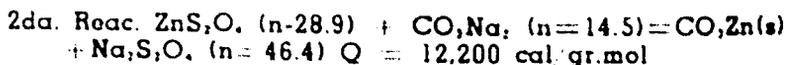


$$Q = 33,500 \text{ cal/gr.mol.}$$

La cantidad total de calorías desprendidas al hacerse la reacción es de:

$$Q = \frac{1110 \times 0.95 \times 193.5 \times 33.5}{65.38 \times 0.1935} = 541,000 \text{ Calorías con}$$

formación de 3121 Kgs. de ZnS₂O₃, de los cuales una pequeña parte se descompone, pero como la reacción de descomposición es ligeramente endotérmica y en muy pequeña cantidad, no afecta sensiblemente al presente cálculo.



Las calorías desprendidas al verificarse esta reacción son:

$$Q = \frac{1110 \times 0.95 \times 0.9345 \times 174.12 \times 12.2}{65.38 \times 0.17412} = 185,000 \text{ Cal}$$

El total de calor desprendido en los tanques de reacción es:
 $541,000 + 185,000 = 726,000 \text{ Calorías.}$

fito es
sente c
46.4) c
La solu
Kg. de

lución
pureza

debido
tas pé
tanque
Boltzm

y sien

ocupar
cuyo v

3).—No obstante que la capacidad calorífica del Hidrosulfato es de 0.202 (Valor deducido de la regla de Kopp) en el presente caso ya que la solución formada es sumamente diluida (n. = 46.4) considero como calor específico de la solución el del agua. La solución entra al tanque a 27 C° y sale a 30 C° o sea por cada Kg. de solución hay una absorción de 3 Calorías.

Calor total absorbido:

$$14,428 \text{ Kgs.} \times 3 \text{ Cal} = 43,284 \text{ Calorías.}$$

4).—El calor arrastrado por el subproducto es:

$$2021 \times 0.162 \times 3 = 987 \text{ Calorías arrastradas por el CO}_2\text{Zn}$$

$$449 \times 3 \times 1 = 1347 \text{ Calorías son absorbidas por la so-}$$

lución acompañante, considerando en esta sol. el peso de las impurezas insolubles también.

Calor total arrastrado:

$$987 + 1347 = 2334 \text{ Calorías.}$$

5.—Pérdida de calor en calentar los tanques:

Peso promedio por tanque: 1500 Kgs. (1200 Kgs. de Fe + 300 Kgs. Pb)

$$\text{Cal esp. Fe: } 4.13 \text{ cal/gr.mol} = 0.074 \text{ cal/gr}$$

$$\text{Cal esp. Pb: } 5.55 \text{ cal/gr.mol} = 0.027 \text{ cal/gr}$$

La elevación de temperatura es de 3 grados.

Calor absorbido:

$$(0.074 \times 2400) + (0.027 \times 600) \times 3 = 581.4 \text{ Cal.}$$

6).—Pérdidas debidas a la radiación: las considero nulas debido a que son muy pequeñas. La causa de la pequeñez de estas pérdidas es debido al poco gradiente de temperatura entre los tanques y el medio ambiente (3 C°) y ya que en la Ecuación de Boltzman para la radiación:

$$qr = hr \times A (T_s - T_r)$$

y siendo el valor de hr:

$$hr = \frac{\left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right] \times 0.173p}{T_1 - T_2} \text{ BTU/hr/ft}^2\text{/Fo}$$

ocuparíamos un valor de A muy grande, ya que p es la emisividad cuyo valor en el mejor de los casos no llega a 1

BALANCE:

$$- 22,311 + 726,000 = 43,284 + 2,334 + 581.4 + X$$

calor que absorbe el agua enfriadora = $X = 657,490$ Cal.

Si el agua la conseguimos de una temperatura de $24^{\circ} C$ y permanece el suficiente tiempo en contacto con el tanque, alcanza a arrastrar 6 Cal. por cada Kg. de agua y sale a $30^{\circ} C$, lo que significa que ocuparíamos un total de 109,580 lts. de agua (aprox. 110,000) para no permitir que el calor suba en el tanque de reacción.

La inyección de estos 55,000 lts. a cada tanque es verificada en un espacio de 4 horas, pero no a la misma razón ya que la primera reacción desprende el 75% del calor total y dura 2.30 horas y la segunda que desprende un 25% (según se vé en el balance) dura 1 hora 30 minutos.

Agua inyectada en la 1ra. Reac. $55,000 \times .75 = 41,250$ lts.

Agua inyectada en la 2da. Reac. $55,000 \times 0.25 = 13,750$ lts.

La velocidad de inyección será de:

$$1ra. Reac. \frac{41,250}{150} = 275 \text{ lts./min.}$$

$$2da. Reac. \frac{13,750}{90} = 150 \text{ "}$$

Para surtir ambos tanques ocuparemos una bomba centrífuga para 750 lts/min. movida por un motor de:

$$H. P. = 22 \times Q \times h$$

$$Q = 750 \text{ lts./min.} = 0.0125 \text{ mts}^3/\text{sg}$$

$$h = \text{carga en mts.} = 8 \text{ mts.}$$

$$H. P. = 22 \times 8 \times 0.0125 = 2.2 \text{ H. P.}$$

$$2.2 \text{ H. P.}$$

$$\frac{\quad}{0.8} = 2.75 \text{ H. P.}$$

0.8

Motor ocupado: un motor de 3 H. P.

La agitación que debe efectuarse en estos tanques es llevada a cabo mediante agitadores de hélice, uno para cada tanque, con el motor acoplado directamente a la flecha de modo que la hélice trabaja a toda la velocidad del motor, sería una velocidad muy grande. En este caso, una velocidad de 250 r. p. m. es muy suficiente. Las hélices con un diámetro de $12'' = 30$ cms., nos proporcionaría una velocidad radial de:

$$250 \text{ rpm} \times 3.14 \times 0.3 = 235 \text{ mts/min} = 4 \text{ mts/sg}$$

proporc
licas p
cadas r

C
que es r

Entrada
1ra. F
1110 Kg
2064 Kg
8000 Kg

TC

2da. F
1724 Kg
4000 Kg
TC

Total de
Tanque c

BALANCE:

$$- 22,311 + 726,000 = 43,284 + 2,334 + 581.4 + X$$

calor que absorbe el agua enfriadora = $X = 657,490$ Cal.

Si el agua la conseguimos de una temperatura de $24^{\circ} C$ y permanece el suficiente tiempo en contacto con el tanque, alcanza a arrastrar 6 Cal. por cada Kg. de agua y sale a $30^{\circ} C$, lo que significa que ocuparíamos un total de 109,580 lts. de agua (aprox. 110,000) para no permitir que el calor suba en el tanque de reacción.

La inyección de estos 55,000 lts. a cada tanque es verificada en un espacio de 4 horas, pero no a la misma razón ya que la primera reacción desprende el 75% del calor total y dura 2.30 horas y la segunda que desprende un 25% (según se vé en el balance) dura 1 hora 30 minutos.

Agua inyectada en la 1ra. Reac. $55,000 \times .75 = 41,250$ lts.

Agua inyectada en la 2da. Reac. $55,000 \times 0.25 = 13,750$ lts.

La velocidad de inyección será de:

$$1ra. Reac. \frac{41,250}{150} = 275 \text{ lts. min.}$$

$$2da. Reac. \frac{13,750}{90} = 150 \text{ ..}$$

Para surtir ambos tanques ocuparemos una bomba centrífuga para 750 lts/min. movida por un motor de:

$$H. P. = 22 \times Q \times h$$

$$Q = 750 \text{ lts. min.} = 0.0125 \text{ mts}^3/\text{sg}$$

$$h = \text{carga en mts.} = 8 \text{ mts.}$$

$$H. P. = 22 \times 8 \times 0.0125 = 2.2 \text{ H. P.}$$

$$2.2 \text{ H. P.}$$

$$\frac{\quad}{0.8} = 2.75 \text{ H. P.}$$

0.8

Motor ocupado: un motor de 3 H. P.

La agitación que debe efectuarse en estos tanques es llevada a cabo mediante agitadores de hélice, uno para cada tanque, con el motor acoplado directamente a la flecha de modo que la hélice trabaja a toda la velocidad del motor, sería una velocidad muy grande. En este caso, una velocidad de 250 r. p. m. es muy suficiente. Las hélices con un diámetro de $12'' = 30$ cms., nos proporcionaría una velocidad radial de:

$$250 \text{ rpm} \times 3.14 \times 0.3 = 235 \text{ mts min} = 4 \text{ mts. sg}$$

I
proporc
E
ficas pa
cadas n

O
que es n

Entrada
1ra. F
1110 Kg
2064 Kg
8000 Kg

TO

2da. F
1724 Kg
4000 Kg
TO

Total de
Tanque d

Das hélices, colocadas a 12" y a 24" del fondo del tanque, proporcionan la agitación deseada.

El consumo de potencia, calculado con el uso de las Gráficas para agitadores de hélice de las dimensiones aquí especificadas nos dan un consumo de:

1ra. hélice a 12" del fondo = 240 watts.

2da. hélice a 24" del fondo = 320 watts.

.560 Kw x 1.34 = 0.75 H. P. ÷ 0.6 = 1.25

O sea que con un motor de 1 1/4 caballos para cada tanque es mas que suficiente.

Balance de Materiales.

Entradas.

1ra. Fase:

1110 Kgs. Polvo de Zn de 95%

2064 Kgs. SO₂ líquido de 100%

8000 Kgs. Agua para la suspen.

TOTAL: 11,174 Kgs.

2da. Fase:

1724 Kgs. Sosa Calcinada Ind.

4000 Kgs. Agua de disolución.

TOTAL: 5,724 Kgs.

Salidas.

2530 Kgs. Na₂S₂O₄, correspondientes al 93.45% del total — el que acomp. al prec.

11662 Kgs. Agua = Total menos humedad del precipitado.

236 Kgs. Imp. sol. o vol. debido a la descomp. del Na₂S₂O₄, e impurezas.

TOTAL: sol. 14,428 Kgs.

2021 Kgs. Carbonato de Zinc.

338 Kgs. Agua (14.35% humedad)

95 Kgs. Na₂S₂O₄, (el H₂O de hum. es sol. sat. de Na₂S₂O₄, o sean: 28.2%

16 Kgs. Imp. insol.

TOTAL: prec. 2,470 Kgs.

Total de entrada al Tanque de Reacción: 16,898 Kgs

Total de salida del Tanque de Reacción: 16,898 Kgs

FILTRACION.

Ya que la filtración hay que efectuarla con suma rapidez para evitar la descomposición del Hidrosulfito de sodio, que se encuentra en solución, esta operación unitaria es efectuada en un filtro al vacío, estando controlada la velocidad de filtrado exclusivamente por el vacío efectuado y por el área filtrante.

El tipo de filtro empleado no es el común filtro al vacío tipo Oliver, ya que este es mucho filtro para el empleo en la presente Industria, el filtro empleado consiste en un recipiente que tiene en su parte superior el medio filtrante, y debajo de este se efectúa un vacío adecuado, causando una succión del filtrado que será mayor entre mayor sea el vacío.

La solución que atraviesa el filtro consiste de 14,428 Kgs. de sol de densidad promedia 1.1 siendo el área filtrante de 2.25 mts² (1.5 x 1.5) si se aplica un vacío de 26" para las condiciones de Guadalajara la velocidad de filtrado es de 15 lts. sg.

El cake formado consiste de 2,470 Kgs. de precipitado que debe ser removido unas 3 o 4 veces para evitar que sea muy grueso este y nos haga dilatada la filtración:

Tiempo de filtrado

$$O = \frac{14,428 \times 1.1}{15} = 1058'' = 17m. 38s.$$

El Balance de materiales es el mismo que el del tanque de Reacción o sea la separación del filtrado y del Precipitado que salen del tanque.

SECADO DEL SUB-PRODUCTO CO₂Zn

No requiriendo ningún cuidado especial el secado del sub-producto, ya que no sufre ninguna alteración con aumentos de temperatura, el tipo de secador elegido es un secador rotatorio con aire calentado mediante una calandria.

Supongo que el tiempo de secado es de 2 horas, para que haya tiempo suficiente para efectuar la molienda y el empaque el mismo día.

El Carbonato de Zinc sale con una pureza de 95.52% siendo las impurezas: 63.5 Kgs. de agua (3% humedad) y 1.58% de impurezas o sean 33.5 Kgs.

La cantidad de producto que entra al secador es de:

$$2470 \text{ Kgs.} = 5446 \text{ lbs.}$$

El agua evaporada es:

$$338 - 63.5 = 274.5 \text{ Kgs. de agua.}$$

El aire utilizado para efectuar el secado contiene una humedad $H_1 = 0.015$ lbs. de vapor por lb. de aire seco.

La temperatura de entrada del aire es la temperatura ambiente supuesta durante todo el proceso o sea de 27°C

Este aire es calentado mediante la calandria de vapor hasta $65^\circ \text{C} = 150^\circ \text{F}$.

La temperatura de salida del aire es:

$$T. B. S. = 50^\circ \text{C} = 130^\circ \text{F}$$

$$T. B. H. = 34^\circ \text{C} = 93^\circ \text{F}$$

$H_2 = 0.026$ lbs. de vapor por lb. de aire seco.

Por lo tanto cada libra de aire seco introducida al secador mediante el ventilador arrastrara consigo:

$$H_2 - H_1 = 0.026 - 0.015 = 0.011 \text{ lbs. de vapor.}$$

La cantidad de agua que hay que arrastrar es de:

$$274.5 \text{ Kgs.} \times 2.05 = 609 \text{ lbs.}$$

$$G = \frac{609}{0.011} = 55,360 \text{ lbs. de aire seco son ocupadas}$$

para secar el subproducto bajo las condiciones dadas.

El calor latente necesario para evaporar esta agua es:

$$1013 \text{ BTU} \times 274.5 = 278,086 \text{ BTU} = 70,073 \text{ Calorías.}$$

Ya que el contenido de humedad crítica del Carbonato de Zinc es de 18% y su contenido de humedad en equilibrio es de 1%, la razón de secado es en el período decreciente por estar comprendida entre ambos límites.

La razón de secado en el período de razón constante la supongo de:

$$0.4 \text{ lbs. por hora por ft}^2$$

Siendo por lo tanto el valor del coeficiente K_g para el pe-

riodo de razón decreciente de:

$$K_g = \frac{0.4}{H_s - H_i}$$

$$H_s = \text{Humedad de saturación del alimento (80.6 F°)} = 0.026$$

$$H_i = \text{Humedad del aire a la entrada} = 0.015$$

$$K_g = \frac{0.4}{0.026 - 0.015} = 36.3 \text{ lbs. por hora por ft}^2$$

Para efectuar la evaporación del agua, el material debe presentar una superficie de:

$$A = \frac{F_c}{K_g \left(\frac{H_s - H_c}{D} + \frac{F_c}{G} \right)} \quad \ln \frac{F_c (H_c - H_i)}{F_i (H_s - H_c)}$$

$$F_c = \text{Contenido de humedad libre en el punto crítico (18\%)} \\ = \frac{18}{82} - \frac{1}{99} = 0.195 - 0.001 = 0.194 \text{ lbs. de agua por lb. de material seco.}$$

$$F_i = \text{Contenido de humedad al principiar el período decreciente (3\%)} \\ = \frac{3}{97} - \frac{1}{99} = 0.03 \text{ lbs. de agua por lb. de material seco.}$$

$$D = \text{Peso del material seco} = 4530 \text{ lbs.}$$

$$K_g = 36.3$$

$$H_s = \text{Humedad de saturación del alimento: } 0.026$$

$$H_i = \text{Humedad del aire en las cond. iniciales: } 0.015$$

$$H_c = \text{Humedad del aire en el punto crítico: } 0.017$$

$$G = 55,360 \text{ lbs. de aire seco} \times 2 \text{ horas que dura el secado} \\ = 27,680 \text{ lbs. de aire seco por hora.}$$

$$A = \frac{0.194}{363 \left(\frac{0.026 - 0.017}{4530} + \frac{0.194}{27,680} \right)} \cdot 2.3 \log. \frac{0.194 (0.017 - 0.015)}{0.030 (0.026 - 0.017)}$$

$$A = 189.76 \text{ fts}^2$$

Ya que el material aquí tratado es granuloso, lo supongo un área de 0.25 fts² de superficie por lb. de material.

La entrada del alimento es de:

$$5446 \div 2 = 2723 \text{ lbs. por hora.}$$

El área total presentada por el alimento es de:

$$2723 \text{ lbs hr} \times 0.25 \text{ fts}^2/\text{lb} = 680.75 \text{ fts}^2/\text{hr.}$$

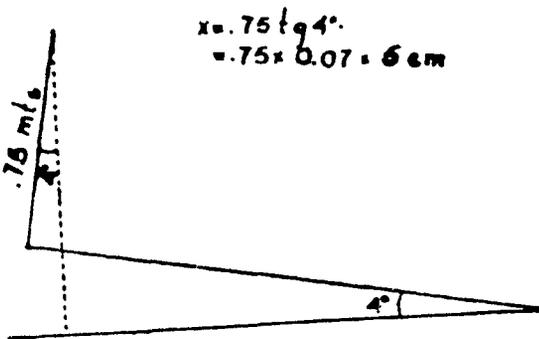
El tiempo que debe permanecer el material en contacto con el aire caliente para secarse es:

$$\frac{189.76 \text{ fts}^2}{680.75 \text{ fts}^2/\text{hr}} = 0.278 \text{ horas} = 17 \text{ minutos.}$$

Por lo tanto debe pasar un periodo de 17 minutos desde que el material entra al secador hasta que sale.

Al secador le supongo un diámetro de 0.75 cmts., para sacar la longitud de esto, tenemos que con una inclinación de 4°, por cada vuelta del horno el producto avanza 10 cmts., 5 cmts. por cada media vuelta. Suponiéndole dar 10 vueltas por minuto, el producto avanza 100 cmts. por cada minuto, o sea que en los 17 minutos que esta dentro

del secador avanza 17mts., luego la longitud del secador debe ser de 17 mts. para que el producto salga seco.



El aire secador es introducido mediante un ventilador de hojas rectas del tipo centrífugo.

55,360 lbs. aire seco : $(55,360 \times 0.015) = 56,290 \text{ lbs. aire húmedo.}$

El volumen de este aire es:

Vol. húmedo:

$$+ (0.73 \times 80.6) + 335.7 \left(\frac{1}{29} + \frac{0-015}{18} \right) = 13.93 \text{ ft}^3/\text{lb.}$$

El Volumen húmedo total es de:

$$\begin{aligned} 56,290 \times 13.93 &= 784,000 \text{ fts}^3 \\ 784,000 \text{ fts}^3 \div 2 &= 392,000 \text{ fts}^3/\text{hr.} \\ &= 65,400 \text{ fts}^3/\text{min.} \end{aligned}$$

Trabajando el ventilador a una carga de presión que como máximo es en este caso de 5 in de agua:

$$\text{H. P.} = 0.000157 \times \text{fts}^3/\text{min.} \times \text{carga total en in.}$$

$$\text{H. P.} = 0.000157 \times 65,400 \times 5 = 5.14 \text{ H. P.}$$

Eficiencia mecánica 70%

Motor ocupado de 7.5 H. P.

El calor que debe ser suministrado por el precalentador o sea por la calandria es de:

Calor húmedo: 0.245 BTU por F° por lb. de aire seco.

La elevación de la temperatura es de 80.6 F° a 150 F° o sean 69.4 F°

$$\therefore 0.245 \times 69.4 \times 55,360 = 941,120 \text{ B. T. U.}$$

El área de calentamiento que debe tener la calandria precalentadora es de:

$$\begin{aligned} A &= \frac{q}{h \Delta t_m} \\ q &= 941,120 \text{ B. T. U.} \\ \Delta t_m &= \frac{(320 - 80) - (320 - 150)}{2.3 \log. \frac{320 - 80}{320 - 150}} = 210 \text{ F}^\circ \end{aligned}$$

Los 320 F° arriba puestos corresponden a una presión de vapor de 6 Kg cmt² que es el empleado para calentar la calandria.

El coeficiente de película h, es calculado por medio de la Ec. de Reither que es la empleada para el caso de flujo de gas a través de un banco de tubos.

$$h = 0.131 \left(\frac{k_f}{D} \right) \left(\frac{D \times v \max}{\mu} \right)^{0.7}$$

$$\mu = 0.02 \times 2.41 = 0.0484 \text{ lbs/ft} \times \text{hr.}$$

$$k_f = 0.0129 + (0.00002 \times 83) = 0.0145$$

$$D = \text{Diámetro de tubo st. de 1"} = 1.315" = 0.109$$

Supongo un área libre para el pago del aire de 10
fts²

$$u = 392,000 \text{ fts}^3/\text{hr} \div 10 \text{ fts}^2 = 39,200 \text{ fts}/\text{hr}$$

$$p = \text{a temp. promedio de } 115 \text{ F}^\circ = 0.069084 \text{ lbs}/\text{ft}^3$$

$$v = u \cdot p = 39,000 \text{ fts} \cdot \text{hr} \times 0.069084 \text{ lbs}/\text{ft}^3 = 2708 \text{ lbs}/\text{ft}^2 \cdot \text{hr}$$

$$h = 0.13 \left(\frac{0.0145}{0.0190} \right) \left(\frac{0.109 \times 2708 \cdot 0.7}{0.10484} \right) = 7.77$$

$$A = \frac{941.120}{7.77 \times 210} = 576 \text{ fts}^2 = 53.51 \text{ mts}^2$$

BALANCE TERMICO:

Temp. dato = 30 C°

(Calor que entra con prod.) + (Calor que entra con el aire) =
(Calor que sale con el aire) + (Calor latente de vaporización) +
(Calor que sale con el subproducto CO₂Zn)

Calor que entra con el prod. nulo, entra a la temp. dato.

$$\text{Calor que entra con el aire: } 55,360 \times 0.245 \times (150 - 86) = 930,048 \text{ BTU}$$

$$\text{Calor que sale con el aire: } 55,360 \times 0.25 \times (130 - 86) = 608,960 \text{ BTU}$$

Calor latente de vaporización:

$$278,068 \text{ BTU}$$

Calor que sale con el Carbonato de Zinc:

$$930,048 - (608,960 + 278,068) = 43,020 \text{ BTU}$$

$$43,020 \times 0.252 = 10,841 \text{ Cal.}$$

$$\text{Calor esp. CO}_2\text{Zn: } 0.162 \text{ Cal} \cdot \text{Kgr} \times \text{C}^\circ \times 2118 = 343 \text{ Cal por C}^\circ$$

$$10,841 \div 343 = 31 \text{ C}^\circ$$

Luego el subproducto sale a:

$$27 + 31 = 58 \text{ C}^\circ$$

BALANCE DE MATERIALES.

Entrada		Salida
2021 Kgs. de Carbonato de Zinc		2021 Kgs. Carbonato de Zinc.
338 Kgs. de Agua		63.5 Kgs. de Agua (3% Hum.)
95 Kgs. de Hidrosulfito de Na		33.5 Kgs. Impurezas (1.58%)
16 Kgs. de otras impurezas.		
		TOTAL 2118 Kgs.
		274.5 Kgs. vapor de agua
		77.5 Kgs. Impurezas volátiles
		TOTAL 352 Kgs.
TOTAL	2470 Kgs.	TOTAL 2470 Kgs.

M O L I E N D A

Este sub-producto Carbonato de Zinc como quedó expuesto en la primera parte va a ser utilizado como pigmento blanco, así es que su finiza debe ser del mayor grado posible, por lo cual el molino adecuado para este caso es un molino de bolas del tipo HARDINGE cónico.

Para poder dejar empaçado el producto obtenido diariamente es necesario efectuar la molienda del material en la hora y media que queda para cerrar la hornada de 8 horas, así es que como son 2118 Kgs. en hora y media tenemos:

1412 Kgs. hr.

El producto al salir del horno sale con un tamaño promedio de 1/2" a 3/4" y es expendido en el Comercio con una finiza de 65 — 80 mallas.

El molino ocupado según tablas de los molinos Hardinge cónicos es de:

6' de largo por 48" de diámetro.

dando 27 revoluciones por minuto y ocupando un motor de 25 H. P. de potencia.

La separación del producto fino es mediante una corriente de aire, alcanzando a sacar únicamente el producto de una finiza deseada debido a la velocidad del aire aplicado.

El empaçado es efectuado en bolsas de papel de 50 Kgs. cada una a la salida del separador.

(
llevada
mites d
o sea e
uso de
este sis
los dive
puntos
char de
dio de
E
lo que
dian
caso, si
L
centraci
mo evap
para eli
expuest
to, ya q
tiene est
al enfri
rada a v
posición
ción de
D
te caso,
porador
utilizad
tubos h
culación
miento
(ver fig)
C
del punt
E
entrada
concentr
cristaliz
centro d
es arras
el tubo
al separ
que la
la bomb

BALANCE DE MATERIALES.

Entrada

2021 Kgs. de Carbonato de Zinc
 338 Kgs. de Agua
 95 Kgs. de Hidrosulfito de Na
 16 Kgs. de otras impurezas.

TOTAL 2470 Kgs.

Salida

2021 Kgs. Carbonato de Zinc.
 63.5 Kgs. de Agua (3% Hum.)
 33.5 Kgs. Impurezas (1.58%)

TOTAL 2118 Kgs.

274.5 Kgs. vapor de agua
 77.5 Kgs. Impurezas volátiles

TOTAL 352 Kgs.

TOTAL 2470 Kgs.

M O L I E N D A

Este sub-producto Carbonato de Zinc como quedó expuesto en la primera parte va a ser utilizado como pigmento blanco, así es que su fineza debe ser del mayor grado posible, por lo cual el molino adecuado para este caso es un molino de bolas del tipo HARDINGE cónico.

Para poder dejar empaçado el producto obtenido diariamente es necesario efectuar la molienda del material en la hora y media que queda para cerrar la hornada de 8 horas, así es que como son 2118 Kgs. en hora y media tenemos:

1412 Kgs. hr.

El producto al salir del horno sale con un tamaño promedio de 1/2" a 3/4" y es expandido en el Comercio con una fineza de 65 — 80 mallas.

El molino ocupado según tablas de los molinos Hardinge cónicos es de:

6' de largo por 48" de diámetro.

dando 27 revoluciones por minuto y ocupando un motor de 25 H. P. de potencia.

La separación del producto fino es mediante una corriente de aire, alcanzando a sacar únicamente el producto de una fineza deseada debido a la velocidad del aire aplicado.

El empaçado es efectuado en bolsas de papel de 50 Kgs. cada una a la salida del separador.

C
 llevada
 mites de
 o sea en
 uso de u
 este siste
 los diver
 puntos d
 char de
 dio de ca
 Es
 lo que n
 diante u
 caso, sier
 La
 concentració
 mo evap
 para elin
 expuesta
 to, ya qu
 tiene esta
 al enfriar
 rada a u
 posición.
 ción de M
 Do
 te caso, c
 porador c
 utilizado
 tubos hor
 culación
 miento de
 (ver fig).
 Ca
 del punto
 En
 entrada p
 concentra
 cristaliza
 centro de
 es arrast
 el tubo y
 al separ
 que la s
 la bombe

EVAPORACION:

Como anteriormente quedó dicho, la Evaporación debe ser llevada a cabo a una temperatura constante situada entre los límites de transición y de descomposición del Hidrosulfito de sodio o sea entre 52°C y 60°C razón por la cual, no es posible hacer uso de un sistema de Evaporación de varios efectos unidos, ya que este sistema está basado en los diferentes vacíos efectuados en los diversos efectos causando con esto una diferencia entre los puntos de ebullición de la solución en cada unidad, para aprovechar de esta manera el vapor desprendido en un efecto como medio de calefacción del siguiente.

Es debido, a esta diferencia en los puntos de ebullición, por lo que no obstante la economía de combustible que se logra mediante un múltiple efecto, no es posible utilizarlo en el presente caso, siendo forzoso el empleo de evaporadores de simple efecto.

La cristalización debe ser efectuada únicamente por concentración, por lo tanto, la cristalización se efectuará en el mismo evaporador teniendo que tener por lo tanto este aditamento para eliminar los cristales formados. Por la misma razón antes expuesta no se puede efectuar una cristalización por enfriamiento, ya que el evaporar para tener la solución sobresaturada o se tiene esta a más de 60°C (causando la descomposición) para que al enfriar la temperatura no baje de 52°C o se tiene sobresaturada a una temperatura no mayor de 60°C evitando la descomposición, pero al enfriar bajo de 52°C obtenemos una cristalización de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{N}_2\text{O}$

Dos tipos de Evaporadores son convenientes para el presente caso, ambos con aditamento para separar los cristales. El Evaporador de calandria corta vertical, que es el que creo puede ser utilizado en este caso y el otro tipo que tiene un calentador de tubos horizontales a un lado del Evaporador, y por medio de circulación forzada por una bomba centrífuga se verifica el movimiento del líquido del Evaporador a el calentador y viceversa. (ver fig).

Con este segundo tipo de evaporador se anula el aumento del punto de ebullición debido a la carga hidrostática.

En el tipo de calandria la solución alimentadora tiene su entrada por la parte inferior del Evaporador la solución va siendo concentrada en su paso hacia arriba empezando a verificarse la cristalización, esta solución, por medio de un tubo colocado en el centro de la calandria y que baja hasta el separador de cristales, es arrastrada hasta el separador de cristales que funciona así: Por el tubo ya citado baja la salmuera con los cristales, que al llegar al separador A, los cristales se depositan en el fondo, mientras que la salmuera es atraída mediante una succión efectuada por la bomba centrífuga G que hace que la salmuera pase a través

del espacio anular B y por el tubo C para que mediante la misma bomba sea introducida otra vez al evaporador.

El sistema de evaporadores de elemento de calefacción horizontal externo trabaja de un modo parecido, en el esquema II puede verse el funcionamiento de ambos Evaporadores así como el del separador de cristales.

La cristalización efectuada es sencilla, ya que ni siquiera hay la formación de solvatos siendo precisamente la formación de este la que se ha evitado durante todo el proceso.

Al evaporador entran para cristalizarse:

11.662 Kgs. de Agua.

2,530 Kgs. de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en sol.

236 Kgs. de impurezas solubles o volátiles (Las impurezas volátiles no entran al evaporador, más desconociendo el % exacto de cada una de ellas, sigo poniendo el dato junto para obtener un balance de materiales correcto).

Del separador de cristales sale la cantidad de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ cristalizado con la impureza y con la salmuera correspondiente a un 6.3% de humedad.

La concentración de esta es de 28.2% de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, o sea sol. conc.

$2250 \times 0.48 = 108$ Kgs. de impurezas solubles estas son la imp. que acompañan al Hidrosulfito de Sodio y que corresponden al 4.8%

La humedad que acompaña al $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ al salir del Evaporador es de 6.3%

$$\frac{2250 \times 0.063}{0.937} = 152 \text{ Kgs. de Agua.}$$

que contendrá en solución a:

$$\frac{28.2 \times 152}{100} = 43 \text{ Kgs. de } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3,$$

o sean $152 + 43 = 195$ Kgs. de Salmuera acompañan a los 2250 — $(108 + 42) = 2099$ Kgs. de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ cristalizados.

La cantidad de agua que debe ser evaporada es pues:

$$11,662 - 152 = 11,510 \text{ Kgs.} = 25,380 \text{ lbs.}$$

siendo el calor latente de vaporización del agua a 60 C de 1013 BTU. lb

$$25,380 \times 1013 = 25,709,940 \text{ B. T. U.}$$

El calor sensible para levantar la temperatura de la solución de 30 C° a 60 C° (85 F° a 146 F°) es:

$$25,380 \times 1 \times (146-85) = 1,548,180 \text{ B. T. U.}$$

TIPO CIRCULACION FORZADA.

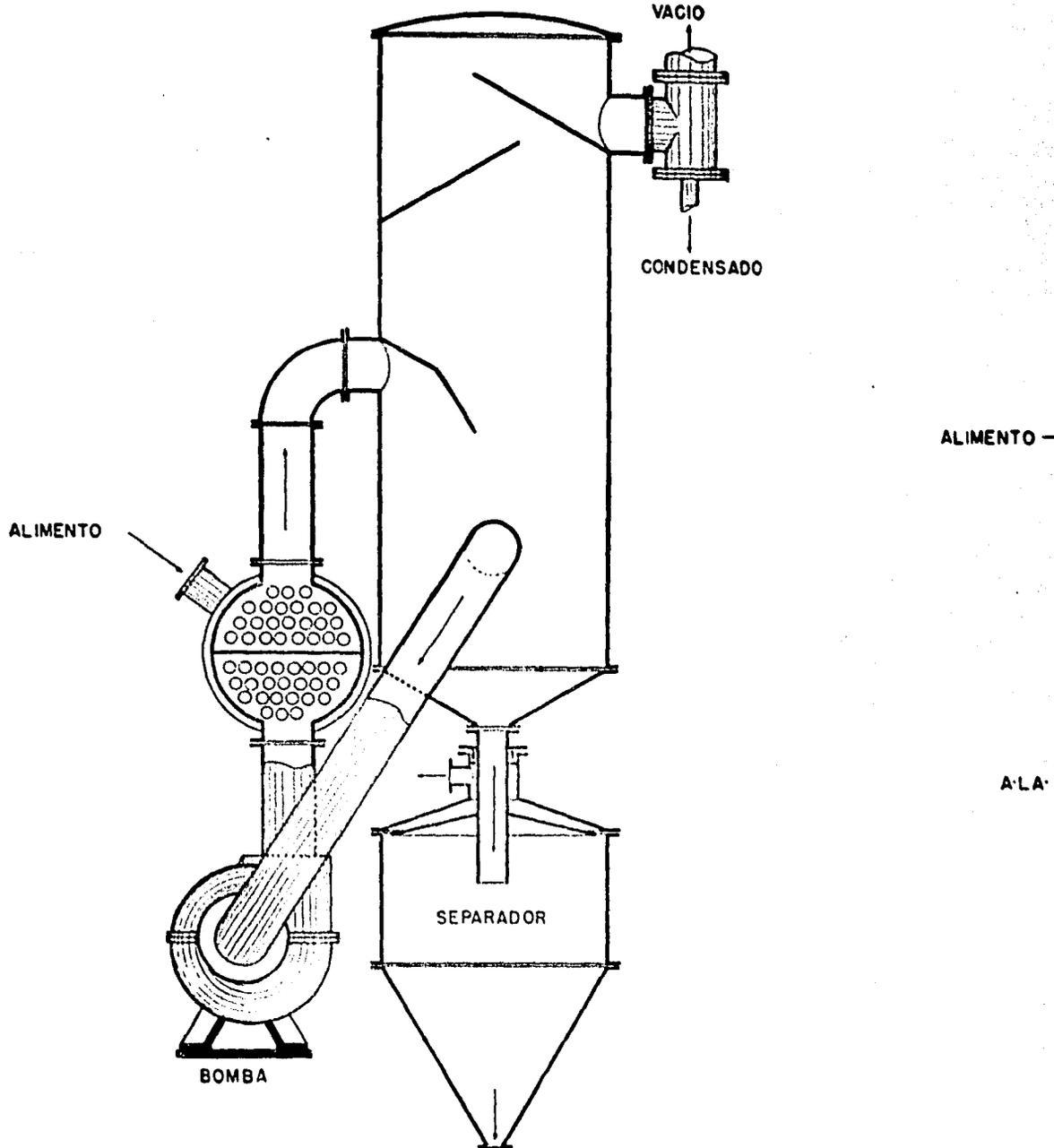
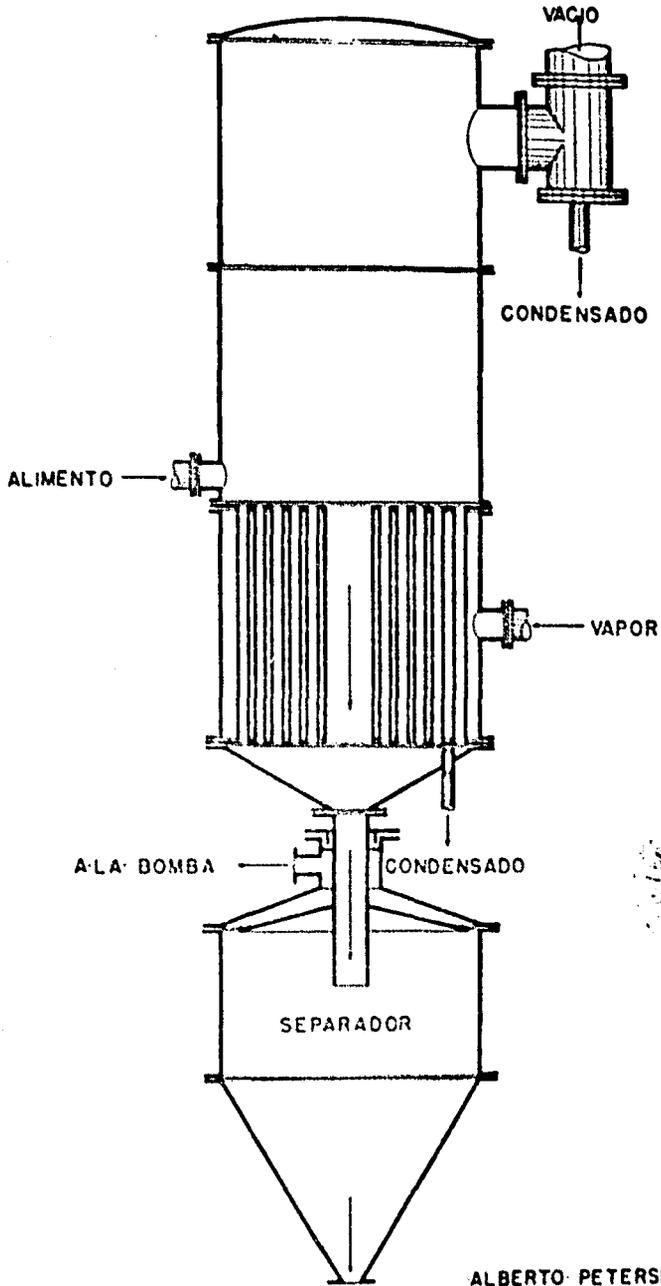


DIAGRAMA DE EVAPORADORES CON SEPARA

DA.

TIPO CALANDRIA.



ALBERTO PETERSEN BIESTER

CON SEPARADORES DE CRISTALES

Las pérdidas por radiación aunque muy pequeñas comparados con el calor total antes calculado, las tomaré en cuenta aplicando la Ec de Stefan Boltzman.

$$q_r = h_r A (T_s - T_r)$$

$$0.173 p \left(\frac{T_s}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_r}{100} \right)^4$$

$$h_r = \frac{\quad}{T_s - T_r}$$

$p_r =$ factor de emisividad, en este caso vale 0.7

$$0.173 \times 7 \left(\frac{606}{100} \right)^4 - \left(\frac{540}{100} \right)^4$$

$$h_r = \frac{\quad}{606 - 540}$$

El área de Emisividad del Evaporador es aprox. de 166 fts^2

$$q_r = 0.834 \times 166 \times 66 = 9237 \text{ B. T. U.}$$

Las otras pérdidas tales como calentamiento de la unidad etc. por ser de un valor relativamente pequeño pueden ser despreciadas.

Por lo visto en la primera parte de este trabajo, también el evaporador debe estar recubierto de plomo en aquellas partes en que está en contacto con la solución, por lo tanto, la calandria o se hace con tubería de plomo o se recubre una calandria común con Plomo. Es más conveniente seguir este segundo proceso ya que una tubería de plomo causaría condensación en forma de gotas del vapor que provocarían una disminución del valor de H.

Coefficiente filmico para el vapor:

$$h = 0.725 \sqrt{\frac{k^3 \rho^2 g \Delta t}{D \mu}}$$

El Vapor utilizado para efectuar la Evaporación es de 6 Kgs./ cmt^3 de Presión^o el cual nos da una temperatura de 320 F^o. Ya que la solución se está evaporando a 60 C^o debido al vacío de 25" efectuado en el evaporador, que causaría que el agua se evapora a 56 C^o, pero debido al aumento del punto de ebullición de 4 C^o debido al soluto, esta evaporación a 60 C^o o sean 140 F^o.

La temperatura a que se encuentra la película de vapor puede ser considerada de 275 F^o debido a que, la pared del tubo la

tomamos como la media entre la temp. de la solución y la del vapor:

$$(320 + 140) = 230 \text{ F}^\circ$$

considerando la película de vapor a una temperatura media entre la del tubo y de la corriente de vapor

$$(320 + 230) + 2 = 275 \text{ F}^\circ$$

k :	Cond. térmica del agua considerada a 275 F°	= 0.396
ρ :	densidad del agua condensada	= 60 lbs/ft ³
ν :	Viscosidad: 0.265 c. p. x 2.42	= 0.7 lb/ftxhr
λ :	Calor latente de vaporización	= 928 BTU/lb
g :	Aceleración de la gravedad	= 4.18 x 10 ⁶
D :	tubo st de 2"	= 0.155
Δt :	320 — 233	= 90 f°

$$h = 0.725 \frac{4 \cdot 0.396^3 \times 60^2 \times 928 \times 4.18 \times 10^6}{0.155 \times 0.7 \times 90}$$

La conductibilidad térmica del tubo es:

Para el Fe :	28
Para el Pb :	20

El coeficiente de película líquida no puede ser calculado de una manera determinada como fue hecho el coeficiente de película del vapor, esto es debido a la gran variedad de tipos de Evaporadores existentes.

Los factores que determinan el valor de h son principalmente, la velocidad del líquido, la viscosidad, la limpieza de la tubería y otros datos pero en menor importancia.

En un tipo de evaporador como el empleado aquí en el que no existe la circulación forzada, la velocidad del líquido varía principalmente con la forma del evaporador y sobre todo con el gradiente de temperatura que existe entre el vapor y el líquido, ya que este es el que causa que la ebullición sea mayor o menor. Entre mayor sea este gradiente, mayor será el coeficiente Total.

Debido pues a la imposibilidad de calcular el coeficiente de película de lado del líquido, nos es imposible hacer uso de la fórmula general para el cálculo del Coeficiente Overall, siendo forzoso el empleo de datos experimentales con soluciones parecidas a la aquí evaporada y en el mismo tipo de Evaporadores. Dichos datos los encontré en el Manual Perry en donde pude encontrar que para una solución de una viscosidad aproximada a la de este caso y con un evaporador de tubos verticales, un valor promedio de 300 para U. La gráfica en donde fué encontrado es-

te valor es
tura contra
El 4

$$q = 25$$

La e

$$q = 27$$

U	300
t	210

A =

En e
dor de crist
con ventaja

11,662 Kgs
ción
2,530 Kgs
236 Kgs.
bles

Total

te valor es una en la que está planteada el gradiente de temperatura contra la temperatura del punto de ebullición.

El área de calentamiento ocupado para la Evaporación es:

$$q = U A \Delta tm$$

$$q = 25,709,940 + 1,548,940 + 9,237 = 27,268,117 \text{ B. T. U.}$$

La evaporación dura dos horas así es que:

$$q = 27,268,117 \text{ B. T. U.} \div 2 = 13,634,058 \text{ B. T. U. por hora}$$

$$\begin{array}{l} U \quad 300 \\ t \quad 210 \text{ F}^{\circ} \end{array}$$

$$A = \frac{13,634,058}{300 \times 210} = 220 \text{ Fts}^2 \text{ de superficie de calentamiento}$$

En evaporador Buffalo de calandria vertical con separador de cristales y con un área de calefacción de 220 fts² puede ser con ventaja.

Balace de Materiales en el Evaporador.

Entran:

11,662 Kgs. de Agua de disolución.
2,530 Kgs. de Na SO disueltos
236 Kgs. de impurezas solubles o volátiles.

Salen:

2,099 Kgs. Na₂S₂O₃ cristalización
108 Kgs. impurezas solubles correspondientes al
4.8%
43 Kgs. Na₂S₂O₃ disueltos en
152 Kgs. de agua formando la salmuera.

Total 2,402 Kgs.

11,510 Kgs. Vapor de agua.
516 Kgs. Impurezas volátiles.

Total 12,026 Kgs.
TOTAL 14,428 kgs.

Total 14,428 kgs.

CONDENSADOR.

Cálculo del agua necesaria en el condensador.

El condensador más conveniente en este caso, ya que el condensado no tiene ningún objeto recuperarlo es del tipo barométrico seco en contra corriente, no habiendo necesidad de bomba para remover el condensado, saliendo este junto con el agua, y el aire, sale a la temperatura de entrada del agua enfriadora.

Por un balance de calor:

$$G = 0.00201 \times \frac{W(L + H_s) + W(t_o - t_e)}{t_e - t_w}$$

W = Libs. de condensado por hora: 12,690 lbs./hr.

L = calor latente de vaporización a 140 F° = 1013.6 B.T.U./lb.

Hs = sobrecalentamiento del vapor; nulo

t_o = temperatura del punto de rocío: 140 F°

t_e = temperatura del agua a la salida del condensador: 130 F°

t_w = temperatura del agua a la entrada del condensador: 80 F°

$$G = 0.00201 \times \frac{12,690(1013.6) + 12,690(140 - 130)}{130 - 80}$$

520 galones por minuto.

Un condensador Buffalo de 300 Fts² de superficie enfriadora puede ser empleado en este caso.

DESHIDRATACION

La deshidratación del Hidrosulfito sódico, ya sea del agua de humedad o del agua de cristalización en el caso de que se hubiera formado algo de Hidrosulfito sódico cristalizado con dos moléculas de agua puede ser logrado mediante la mantención por espacio de 1/2 hora del Na₂S₂O₄ en presencia de un deshidratante, Alcohol en este caso, y a una temperatura de 60 C° para que el Hidrosulfito que cristalizó con dos moléculas, pueda desprenderlas, las cuales serán inmediatamente absorbidas por el alcohol.

El alcohol empleado es de 96° desnaturalizado con Piridina, pudiendo ser desnaturalizado con cualquier otro agente químico que le de al Alcohol un sabor y olor desagradable, y algunas veces lo convierta nocivo para de esta manera, no ser empleado como bebida evitando un alto costo del mismo.

El tanque
un tanque for
de 2 x 2 1/2

El sep
2402 Ks. o se

Estos
anteriormente
ma el calor q
rador es sum
pasa a través
ministrado p
60 C° es:

Cal es

o sea para ca
se necesitará

El agu
ra de 100 C°
de entrar al
puede supon
lorias al Alca

18

Esta a
nutos, pasad
una longitud

Medi
agua caliente

El Alca
cristales, sal
de pureza de
poder usar e
efectuar esta
ción o con el

El em
veniente ya
mento de op
de combustib
es bastante

El tanque deshidratador, no tiene ninguna complicación es un tanque forrado de plomo interiormente y con unas dimensiones de 2 x 2 1/2 mts. con una capacidad para 6000 lts.

El separador de cristales descarga aproximadamente 1/4 x 2402 Ks. o sean 600.5 Kgs. de cristales húmedos cada media hora.

Estos son tratados con 2500 lts. de Alcohol Industrial del anteriormente citado y mediante un agitador de paletas se uniforma el calor que con el agua de descarga de la trampa del Evaporador es suministrado al tanque deshidratador. Esta agua caliente pasa a través de un serpentín de Plomo. El calor que debe ser suministrado para elevar la temperatura de la suspensión de 27 a 60 C° es:

$$\text{Cal esp. C}_2\text{H}_5\text{OH es: } 0.7 \text{ cal. gr C}^\circ \text{ D} = 0.785$$

$$0.785 \times 2500 \times 0.7 \times 33 = 45,334 \text{ Calorías.}$$

o sea para calentar el alcohol que se suministra en las 4 hornadas, se necesitarán:

$$45,334 \times 4 = 181,336 \text{ calorías.}$$

El agua al salir de las trampas debe salir a una temperatura de 100 C°, suponiéndole un descenso de 10 C° por lo que se puede enfriar al ser transportada del Evaporador al Deshidratador, puede suponerse que cada Kgs. de agua es capaz de ceder 30 Calorías al Alcohol.

$$\frac{181,336}{30} = 6050 \text{ Kgs. de agua caliente.}$$

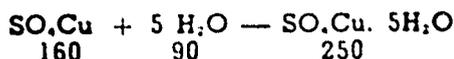
Esta agua deberá ser introducida durante los primeros 5 minutos, pasados a través del serpentín que es de 1" de diámetro con una longitud no menor de 70 mts.

Mediante una válvula es después regulada la cantidad de agua caliente necesaria para mantener la temperatura a los 60 C°.

El Alcohol al abandonar la centrifuga que lo separa de los cristales, sale con una densidad mayor o sea con un grado menor de pureza debido al agua que ahora lo acompaña, co nel objeto de poder usar este Alcohol, hay que deshidratarlo también pudiendo efectuar esta operación bien mediante una columna de rectificación o con el empleo de un deshidratador sólido.

El empleo de la columna rectificadora no lo considero conveniente ya que haciendo a un lado el costo que representa un aumento de operarios que deberán manejar la Columna, el consumo de combustible necesario para provocar la evaporación del Alcohol es bastante grande.

Con gran ventaja puede emplearse como agente deshidratante del sulfato de cobre anhidro el cual absorbe 5 mols. de agua por cada mol.



o sea por cada 160 Kilos de sulfato de cobre anhidro pueden ser eliminados del Alcohol 90 Kgs. de Agua.

El deshidratado del Sulfato de cobre, puede verificarse periódicamente, una vez por semana por ejemplo, no pudiendo hacerse esta en grado perfecto, por lo cual suponiendo que este ya lleve un 25% de su agua de Cristalización, solo podrá absorber el 75% restantes o sea que en vez de absorber 90 Kgs. de agua, arrastrará tan solo: $90 \times 0.75 = 67.500$ Kgs.

La cantidad total de agua que deben ser eliminadas diariamente del Alcohol son las que éste elimina al Hidrosulfito o sean 152 Kgs., luego el Sulfato de Cobre necesario es:

$$\frac{160 \times 152}{67.5} = 360 \text{ Kgs. de SO}_4\text{Cu}$$

O sea que en el tanque de Almacén del Alcohol, en el cual debe haber cuando menos 10,000 lts., con poner:

$$360 \times 6 = 2160 \text{ Kgs.}$$

de sulfato de cobre, tenemos un alcohol durante un periodo de una semana, con una pureza que no baja de 96°.

La cantidad de Vitriolo azul que deben ser tratadas semanalmente para hacerlas perder su agua de cristalización son

$$\frac{2160 \times 250}{160} = 4620 \text{ Kgs.}$$

CENTRIFUGACION.

El objeto de esta centrifugación es con el objeto de sacar al Hidrosulfito con la menor cantidad posible de Alcohol, para que, el secado sea sumamente ligero sin que haya peligro de una posible descomposición del producto.

El secado del producto salido de la Centrifuga podía ser perfectamente secado con exponerlo durante un tiempo más o me-

nos corto al sol, alcohol, es efectivamente un condensador de su pureza. Para que la cantidad que el Evaporador

(2500

o sea que cada hora La centrifugación se hace en una hora según

Tiempo de centrifugación
Aceleración
Marcha
Disminución de velocidad
Descargado
Total

La centrifugación se hace a una velocidad de 40" siendo el tiempo aproximado de 6 horas en las dos horas. Deben ser

El consumo de Alcohol que

nos corto al sol, sin embargo con el objeto de recuperar este Alcohol, es efectuado el secado en un secador al vacío y con Condensador de superficie.

Para que la centrífuga trabaje a la misma razón de velocidad que el Evaporador, son necesarias 4 unidades:

$$(2500 \text{ lts.} \times 0.875) + 600.5 \text{ Kgs.} = 2563 \text{ Kgs.}$$

o sea que cada media hora deben ser centrifugados 2563 kgs.

La centrífuga escogida puede ser cargada 5 veces en una hora según:

Tiempo de Cargada	3 min.
Aceleración para llegar a 900 r. p. m.	3 min.
Marcha a toda velocidad	1 min.
Disminución de velocidad hasta frenar	2 min.
Descargue	3 min.
Total	12 min.

La centrífuga empleada tiene una canasta con un diámetro de 40" siendo su volumen de 7 pies cúbicos con una capacidad aproximada de 650 lbs. o sea cada hora puede centrifugar 3250 lbs. en las dos horas que debe durar, alcanzaría a centrifugar 6500 lbs.

Deben ser tratadas: $2563 \times 4 = 10,256 \text{ Kgs.}$ o sean

$$10,256 \times 2,205 = 22,605 \text{ lbs.}$$

$$22,605 + 6500 = 4 \text{ unidades.}$$

El consumo de potencia por unidad es de 10 H. P.

De la centrífuga sale el Hidrosulfito acompañado por un 6% de Alcohol que corresponde a 48.2 Kgs.

Balance de materiales.

Entrada.	Salida.
350 Kgs. de Alcohol de 96°	2142 Kgs. de Hidrosulfito de sodio cristalizados.
099 Kgs. de Hidrosulfito sódico cristalizado.	108 Kgs. impurezas que acompañan al Hidrosulfito.
108 Kgs. impurezas solubles cristalizadas.	193 Kgs. de Alcohol de 94°
43 Kgs. Hidrosulfito disuelto en	<hr/>
152 Kgs. de Agua.	TOTAL 2443 Kgs. a la Cén-
<hr/>	ga.
TOTAL 10,252 Kgs. entran.	7657 Kgs. de Alcohol
	152 Kgs. de Agua.
	<hr/>
	TOTAL 7809 Kgs. al Almacén de Alcohol.
	<hr/>
	10,252 Kgs.
	<hr/>

SECADO

Los 10,000 lit

7850 x 4

100

Esta cantidad
 trar al tanque desh
 152 Kgs. que acom
 medad, por lo tanta
 8002 Kgs. de Alcohol

476 x 10

8002

Luego el alc
 del tanque de desh
 (NOTA: Los
 dos en un alcohol d
 que lógicamente d
 ción es que, ya que
 tanque de almace
 etc. va perdiendo e
 ser un alcohol prop
 degradamiento de
 antes expuesta.)

Al salir de
 cristales o sea 193
 agua que lleva est

193 x 6

100

Al efectuar
 mente son retenida
 mente los 193 — 1
 Alcohol absoluto, c
 nos el Hidrosulfito

11.5

2250

SECADO DEL HIDROSULFITO DE SODIO.

Los 10,000 lts. de Alcohol de 96° (7850 Kgs.) contienen:

$$\frac{7850 \times 4}{100} = 314 \text{ Kgs. de Agua.}$$

Esta cantidad de agua es la que contiene el Alcohol al entrar al tanque deshidratador, al salir de él, habrá absorbido los 152 Kgs. que acompañaban al Hidrosulfito bajo la forma de humedad, por lo tanto, de la Deshidratación saldrán $7850 + 152 = 8002$ Kgs. de Alcohol con una pureza de:

$$\frac{476 \times 100}{8002} = 5.9 \text{ o sean } 6\% \text{ aprox.}$$

Luego el alcohol tendrá un grado de pureza de 94° al salir del tanque de deshidratación.

(NOTA: Los cálculos efectuados en esta parte, están basados en un alcohol de 96°, sin tomar en cuenta su desnaturalización, que lógicamente disminuirá su pureza, la causa de esta suposición es que, ya que el alcohol en cada circuito que da a través del tanque de almacenamiento, tanque de deshidratación, secadora, etc. va perdiendo el producto que lo desnaturaliza hasta llegar a ser un alcohol propiamente dicho. Siendo imposible calcular este degradamiento de la Piridina me ví forzado a hacer la suposición antes expuesta.)

Al salir de la centrífuga, el alcohol que acompaña a los cristales o sea 193 Kgs. de Alcohol de 94°. Siendo la cantidad de agua que lleva este alcohol de:

$$\frac{193 \times 6}{100} = 11.580 \text{ Kgs.}$$

Al efectuar el secado, estos 11.580 Kgs. de agua probablemente son retenidos por el Hidrosulfito siendo evaporados únicamente los $193 - 11.580 = 181.420$ Kgs. que corresponderían a un Alcohol absoluto, así es que de esta manera en el peor de los casos el Hidrosulfito sódico saldrá al mercado con una humedad de:

$$\frac{11.580 \times 100}{2250 + 11.580} = 0.512\%$$

como se ve es un porcentaje de humedad perfectamente despreciable que puede ser admitido, y como quedó dicho, esto es en el peor de los casos, ya que una buena cantidad de agua es arrastrada por el vapor alcohólico que se evapora.

El secador empleado es uno de hornada, al vacío con agitación interna del tipo de charola, que tiene que estar cubierto por una campana para poder hacer el vacío. Una chaqueta para el vapor o el agua caliente está en la parte inferior de la Secadora. Haciéndolo trabajar a un vacío adecuado, la evaporación puede ser efectuada mediante agua caliente de desperdicio del secador del subproducto se logra bastante economía. Un vacío de 26" nos reduce la temperatura de ebullición del Alcohol a 35 C° y la del agua a 53 C°. El agua proveniente del Secador puede ser traída a una temperatura no menor de 90 C° pudiendo proporcionar esta agua al calor necesario.

Para evaporar los 181.420 Kgs. de Alcohol se ocupan:

$$181.420 \times 217 \text{ cal. Kg.} = 39,370 \text{ calorías.}$$

Tomando en cuenta también el calor necesario para evaporar el agua:

$$11,580 \times 563 = 6520 \text{ Calorías.}$$

El calor total ocupado para el completo secado del producto.

$$39,370 + 6520 = 45,890 \text{ Calorías.}$$

que son proporcionados por 1530 Kgs. de agua caliente capaces de desprender cuando menos 30 Cal/kg.

La
una la Elé
vimiento a
nos produc
ción.

POI
todos ellos

MO'

Tanques de
Agitadores

Bomba:

Secador del

Horno:

Ventilador:

Transporta

Molienda:

Molino:

Evaporación:

Bomba:

Bomba Cer

Bomba de

Deshidratador

Bomba:

Centrifugas:

4 unidades:

Secadora del

Secadora:

Bomba de

Tota

288.
gasto

BALANCE DE POTENCIA

La potencia es suministrada bajo dos formas diferentes, una la Eléctrica que es la que mueve los motores que dan el movimiento a toda la fábrica, otra la suministrada por el vapor, que nos produce el calor necesitado en las diversas fases de la operación.

POTENCIA ELECTRICA: Los motores aquí empleados son todos ellos Trifásicos operando en línea de 220 voltios.

MOTORES OCUPADOS:

Tanques de Reacción:			
Agitadores:	2 motores de	1 H.P. — 2H.P.x4h=	8H.P.h.
Bomba:	1 motor de	1 H.P. — 1H.P.x4h=	4H.P.h.
Secador del Sub-prod.			
Horno:	1 motor de	35 H.P. — 35H.P.x2h=	70H.P.h.
Ventilador:	1 motor de	7 5H.P. — 75H.P.x2h=	15H.P.h.
Transportador:	1 motor de	3 H.P. — 3H.P.x2h=	6H.P.h.
Molienda:			
Molino:	1 motor de	25 H.P. — 25H.P.x5h=	37.5H.P.h.
Evaporación:			
Bomba:	1 motor de	2 H.P. — 2H.P.x2h=	4H.P.h.
Bomba Centrí:	1 motor de	2 H.P. — 2H.P.x2h=	4H.P.h.
Bomba de Vacío:	1 motor de	5 H.P. — 5H.P.x2h=	10H.P.h.
Deshidratador:			
Bomba:	1 motor de	2 H.P. — 2H.P.x2h=	4H.P.h.
Centrífugas:			
4 unidades:	4 motores de	10 H.P. — 10H.P.x2h=	80H.P.h.
Secadora del Hidrosul.			
Secadora:	1 motor de	20 H.P. — 20H.P.x2h=	40H.P.h.
Bomba de Vacío:	1 motor de	3 H.P. — 3H.P.x2h=	6H.P.h.

Total de H. P. h. consumidas diariamente:

288.5 H.P. horas o sean:

288.5 x 0.746 = 212.25 Kilowatts horas + 1.5% de otros gastos:

215.22 Kilowatts horas.

POTENCIA SUMINISTRADA POR EL VAPOR: El vapor ocupado para la evaporación y secado es suministrado por una caldera cuya potencia está expresada en "mega B.T.U." que es el equivalente de 1,000,000 de B. T. U. transmitidas por hora. Este es el nuevo sistema de expresión de potencia de vapor propuesto por **A. S. M. E.**

Secado 941,120 B.T.U.
Evap. 27,268,117 B.T.U.

o sea un total de 28,209,237 B. T. U. que deben ser suministradas en un espacio de 2 horas.

14,104,619 B. T. U. x hora.

+ un 2% aprox. ocupado en el precalentador del agua que va a la caldera.

14,104,619 + 282,092 = 14,386,711 B. T. U. x hora.

La eficiencia de una caldera del tipo común es de 85%

$$\frac{14,386,711 \times 100}{85} = 16,932,000 \text{ B. T. U./hr.}$$

o sea 17 mega B. T. U.

que corresponden a una caldera de:

1 H. P. caldera es mas o menos 15 kgs. vapor por hora.

El calor latente de vaporización del agua es de 945 BTU/lb

$$\frac{16,932,000}{945} = 14,900 \text{ lbs. por hora de vapor;}$$

14,900 x 0.453 = 6,705 Kgs. por hora de vapor;

Luego la caldera es de:

$$\frac{6,705}{15} = 447 \text{ H. P.}$$

NOTA: Haciendo la instalación de unos cuantos motores de vapor puede evitarse el empleo de la Calandria del Evaporador y del Secador reforzadas, ya que pueden emplearse motores de vapor para recibir la presión alta de 80 lbs. empleándose en las calandrias el vapor de descarga a 8 lbs. únicamente.

Guadalajara, Mayo de 1946.

Chemical
Elements
Chemical
Principle
Industria
Enciclope
Standart

BIBLIOGRAFIA

Chemical Engineers' Handbook	J. E. Perry
Elements of Chemical Engineering	Badger & McCabe
Chemical Engineering Plant Design	Vilbrand
Principles of Chemical Engineering	Walter, Lewis, Mc Adam & Gilliland
Industrial Chemical Calculations	Hougen & Watson
Encyclopedia Ullman	Tomé XIII
Standard Methods of Chemical Analysis	Scott