



300618
10
2º
UNIVERSIDAD LA SALLE

**ESCUELA DE QUIMICA
INCORPORADA A LA U. N. A. M.**

**ESTUDIO PARA LA OBTENCION DE DISOLVENTES
GRADO ESPECTRO MEDIANTE UN PROCESO
BATCH Y UTILIZANDO EQUIPO DE VIDRIO,
A NIVEL DE PLANTA PILOTO**

TESIS PROFESIONAL
Que para obtener el Título de:
INGENIERO QUIMICO
P r e s e n t a:
MARIO HESLES FLORES

México, D. F.

1988

FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

INDICE

Pág.

INTRODUCCION	1
------------------------	---

PRIMERA PARTE TEORICA

CAPITULO I DISOLVENTES

1.1 GENERALIDADES Y DEFINICION	4
1.2 CLASIFICACION BASADA EN LA PUREZA	5
1.3 DISOLVENTES A ESTUDIAR	7
1.3.1 METANOL	7
1.3.1.1 Generalidades	7
1.3.1.2 Propiedades	8
1.3.1.3 Usos	9
1.3.1.4 Toxicidad Humana	9
1.3.1.5 Especificaciones de Pureza	10
1.3.2 BENCENO	12
1.3.2.1 Generalidades	12
1.3.2.2 Propiedades	12
1.3.2.3 Usos	13
1.3.2.4 Toxicidad Humana	13
1.3.2.5 Especificaciones de Pureza	14
1.3.3 ACETONA	15
1.3.3.1 Generalidades	15
1.3.3.2 Propiedades	16
1.3.3.3 Usos	17
1.3.3.4 Toxicidad Humana	18
1.3.3.5 Especificaciones de Pureza	19

CAPITULO II DESTILACION

2.1	PROPOSITO	21
2.2	DEFINICION E IMPORTANCIA	21
2.3	EQUILIBRIO VAPOR - LIQUIDO	22
2.3.1	DIAGRAMAS	22
2.3.1.1	Diagrama de Puntos de Ebullición ..	22
2.3.1.2	Diagrama de equilibrio Lfquido-Va por	23
2.3.2	FUNDAMENTO TEORICO	25
2.3.2.1	Leyes	25
2.3.2.1.1	Ley de Dalton	25
2.3.2.1.2	Ley de Raoult	25
2.3.2.1.3	Ley de Henry	26
2.3.2.2	Volatilidad	26
2.3.2.3	Desviaciones de la Idealidad Azeotropos	27
2.4	METODOS DE DESTILACION	28
2.4.1	DESTILACION DIFERENCIAL O SENCILLA	28
2.4.1.1	Descripción	28
2.4.1.2	Procedimiento de Cálculo	28
2.4.2	DESTILACION FRACCIONADA	29
2.4.2.1	Descripción	29
2.4.2.2	Procedimiento de Cálculo	30
2.4.2.2.1	Determinar la Cantidad mínima de Reflujo	31
2.4.2.2.2	Cálcular el Reflujo externo R.	32

	Pág.	
2.4.2.2.3	Método gráfico para operaciones a reflu- jo constante	32
2.4.2.2.4	Aplicar la ecuación de Smoker y Rose	34
2.4.2.2.5	Duración de la Destila- ción	34
 CAPITULO III ALGUNOS TIPICOS PROCESOS DE PURIFICACION		
3.1	GENERALIDADES	36
3.2	CLASIFICACION	37
3.2.1	GRUPO I PROCESOS DE DESTILACION SIMPLE Y FRACCIONADA	37
3.2.2	GRUPO II PROCESOS BASADOS EN EL TRATA- MIENTO QUIMICO CON OTROS COII PUESTOS	38
3.2.3	GRUPO III PROCESOS COMBINADOS DE DESTI- LACION Y TRATAMIENTO QUIMICO	38
3.2.4	GRUPO IV PROCESOS ESPECIFICOS DE DESTI- LACION	39
3.2.4.1	Destilación Extractiva	39
3.2.4.2	Destilación Azeotrópica	39
3.2.4.3	Destilación a Presiones Reducidas	39
3.2.5	GRUPO V PROCESOS QUE IMPLICAN DIVERSAS OPERACIONES DE TRANSFERENCIA DE MASA	39
3.2.5.1	Adsorción	40
3.2.5.2	Permeación	40
3.2.5.3	Dialísis	40
3.2.5.4	Extracción	41

	Pág.
3.2.5.5 Efusión	41
3.3 EJEMPLOS DE ALGUNOS PROCESOS TÍPICOS DE PURIFICACION	42
3.3.1 METODOS DE OBTENCION DE DISOLVENTES ALCOHOLICOS	42
3.3.2 METODOS DE OBTENCION DE ALGUNOS DISOL- VENTES NO ALCOHOLICOS	46
3.4 PROCEDIMIENTO A SEGUIR PARA LLEVAR ACABO EL ESTUDIO, SOBRE LA PURIFICACION DE UN- DISOLVENTE ESPECIFICO	47

CAPITULO IV ANALISIS

4.1 IMPORTANCIA Y USOS	48
4.2 PRUEBAS	49

SEGUNDA PARTE
EXPERIMENTAL

CAPITULO I DESCRIPCION DEL EQUIPO

1.1 GENERALIDADES	51
1.2 SOPORTE	51
1.3 REACTOR	52
1.4 TORRE EMPACADA	55
1.5 CONDENSADORES	57
1.6 ENFRIADOR	58
1.7 RECOLECTOR	60
1.8 ESQUEMAS	61

CAPITULO II DISOLVENTES

2.1 METANOL	64
-----------------------	----

	Pág.
2.1.1 DESCRIPCION DEL PROCESO DE PURIFICACION APLICADO	64
2.1.2 CALCULOS	65
2.1.2.1 Propósito	65
2.1.2.2 Cálculos de Equilibrio	66
a) Grados de Libertad	66
b) Equilibrio de la Mezcla bina- ria Metanol-Agua	66
2.1.2.3 Cálculos sobre la Operación de Rectificación	73
2.1.3 DATOS TEORICOS Y EXPERIMENTALES	80
2.1.3.1 Datos Teóricos	80
2.1.3.2 Datos Experimentales.	86
2.1.3.3 Análisis	93
2.2 BENCENO	97
2.2.1 DESCRIPCION DEL PROCESO DE PURIFICACION APLICADO	97
2.2.2 CALCULOS	100
2.2.2.1 Prpósito	100
2.2.2.2 Cálculos Referentes a la Elimi- nación de Tiofenos	101
2.2.2.3 Cálculos Referentes a la Elimi- nación del Agua	102
2.2.2.3.1 Solubilidad de la Mez- cla Benceno-Agua	102
2.2.2.3.2 Equilibrio Vapor-Liquf- do de la mezcla Benceno Agua	103

	Pág.
a) Análisis del Azeo- tropo	103
b) Cálculo de la línea de Equilibrio	106
c) Cálculo Sobre la Des- tilación Diferencial.	110
2.2.3 DATOS TEORICOS Y EXPERIMENTALES	114
2.2.3.1 Datos Teóricos	114
2.2.3.2 Datos Experimentales	115
2.2.3.3 Análisis	121
2.3 ACETONA	127
2.3.1 DESCRIPCION DEL PROCESO	127
2.3.2 CALCULOS	129
2.3.2.1 Propósito	129
2.3.2.2 Cálculos referentes a la recupe- ración de la acetona que se uti- liza como materia prima	130
2.3.2.3 Cálculo de Equilibrio Vapor-Líquido de la mezcla Acetona-Agua	131
2.3.2.3.1 Grados de libertad	131
2.3.2.3.2 Equilibrio de la Mez- cla binaria Acetona-Agua.	132
a) Coeficiente de Acti- vidad	132
b) Temperaturas de Ebullición	134
2.3.2.4 Cálculos referentes a la Operación de Rectificación	141
2.3.3 DATOS EXPERIMENTALES	151

	Pág.
2.3.3.1 Datos sobre el Proceso	151
2.3.3.2 Datos del Análisis	152
CAPITULO III ALMACENAMIENTO Y ENVASADO	153
CAPITULO IV CALCULOS REFERENTES A LA TRANSFERENCIA DE CALOR EN EL EQUIPO	
4.1 GENERALIDADES Y PROPOSITO	157
4.2 REACTOR	158
4.3 CONDENSADORES	163
4.4 ENFRIADOR	166
4.5 OBSERVACIONES Y SUGERENCIAS	168
TERCERA PARTE	
RESULTADOS	170
A) METANOL	171
B) BENCENO	172
C) ACETONA	174
CONCLUSIONES	177
BIBLIOGRAFIA	180

INTRODUCCION

Durante la primera mitad del presente siglo, se generalizó el uso de los disolventes, y en la actualidad es de gran importancia la utilización de los mismos por las múltiples aplicaciones que tienen tanto en la industria como en los laboratorios de análisis, de control de calidad y en centros de investigación.

Existe una gran cantidad de compuestos químicos que -- son utilizados como disolventes, siendo los de Grado Espectro -- los más puros, debiendo poseer una pureza superior al 99.5%, -- conforme a la clasificación de los mismos.

El presente trabajo está aplicado a tres disolventes típicos: Metanol, Benceno y Acetona, limitando los métodos de purificación a operaciones de destilación, rectificación y el uso de tratamientos químicos, basados en las características de los tres disolventes en cuestión y el equipo disponible para -- llevar a cabo el proceso. Utilizando como materia prima a los disolventes grado industrial o analítico.

La validez de los procesos aplicados es comprobada con los resultados obtenidos en la experimentación, que fue efectuada en una Planta Piloto, utilizando equipo de vidrio y realizan

do procesos intermitentes.

La importancia del estudio sobre la obtención de disolventes grado espectro radica en que siendo éstos, productos de importación y por lo mismo de un alto costo, sería de gran beneficio para numerosas industrias y laboratorios el producir estos disolventes.

Considerando que México es un país en vías de desarrollo, en el cuál día a día se da más importancia a la investigación y al control de calidad, el aumento de laboratorios en los cuáles ya es común encontrar instrumentación analítica y de investigación, ha hecho que la demanda de estos disolventes sea creciente y por lo que la producción de los mismos en nuestro país cobre con el tiempo una mayor importancia como consecuencia de su necesidad.

Es por lo que el objetivo esencial de éste estudio es el de obtener estos disolventes a nivel de planta piloto. Motivando a los laboratorios y pequeñas industrias a producir sus propios disolventes grado espectro en escala suficiente para cubrir su demanda.

Por otro lado cuando la demanda de estos disolventes sea lo suficientemente elevada para que económicamente sea costeable instalar el equipo necesario para producirlos a nivel industrial, el presente estudio puede servir como base para poder realizar una escalación a nivel industrial.

PRIMERA PARTE

TEORICA

CAPITULO I DISOLVENTES

CAPITULO II DESTILACION

**CAPITULO III ALGUNOS TIPICOS PROCESOS
DE PURIFICACION**

CAPITULO IV ANALISIS QUIMICO

CAPITULO I

DISOLVENTES

I.1. GENERALIDADES Y DEFINICION

Tomando en cuenta que el primer disolvente utilizado por el hombre fue el agua, esto nos bastaría para saber que el uso de los disolventes tiene una larga historia. A medida que a avanzado el desarrollo industrial con el perfeccionamiento de las tecnologías, el hombre a ido empleando nuevos disolventes - aumentando así la variedad de los mismos, siendo en la actualidad indispensable el uso de éstos en laboratorios e industrias.

Citaremos dos interpretaciones las cuales nos daran - una adecuada definición de lo que es un disolvente.

a) El disolvente es el componente de una mezcla homogénea que se encuentra en exceso.

b) El disolvente es un líquido que disuelve a otra -- sustancias generalmente un sólido, sin afectar su composición - química.

Existen diversas clasificaciones de los disolventes -- realizadas desde diferentes puntos de vista; estas se basan en:

Punto de ebullición
Presión de vapor
Rapidez de evaporación
Coeficiente de dilución
Límite de inflamabilidad
Polaridad
Composición Química
Aplicación Industrial
Pureza

Siendo de importancia en este estudio la clasificación basada en la Pureza ya que en esta ubicamos a los Disolventes - Grado Espectro.

1.2. CLASIFICACION BASADA EN LA PUREZA

Por los diferentes usos que se dan a los disolventes - tanto en la industria como en laboratorios, se hace necesario una clasificación de los mismos fundamentada en la pureza.

Para hablar sobre la pureza de un disolvente es necesario tomar en cuenta que el grado de pureza de un disolvente dependerá de los siguientes factores:

a) Grado de pureza obtenido con procesos industriales técnica y económicamente factibles.

b) Normas de calidad establecidas por el Gobierno, fabricantes y usuarios.

c) Especificaciones del usuario, según las necesidades del proceso.

En esta clasificación mencionaremos tres grados de pureza:

1. Disolventes grado industrial
Poseen 10 a 15% de impurezas
2. Disolventes grado reactivo ó analítico
Poseen una pureza superior al 98%.
3. Disolventes grado espectro o fotrex
Poseen una pureza superior al 99.5%

A este último grupo se refiere el presente estudio.

Así para llegar a obtener un disolvente ya sea grado industrial, reactivo o espectro; será necesario someterlo a uno o varios procesos de purificación, dependiendo de la materia prima que utilizemos.

En el presente estudio nos limitaremos a tratar procesos de purificación para obtener a los disolventes grado espectro, a partir de los mismos, grado industrial o analítico, por ser la forma más rápida y económica de obtención.

1.3. DISOLVENTES A ESTUDIAR

Cualquier disolvente puede ser procesado para obtener grado espectro, de una manera global diremos que este trabajo - tiene validez para disolventes orgánicos, pero siendo imposible referirnos a cada uno de ellos y no existiendo un proceso de purificación aplicable a todos por igual, canalizaremos los objetivos del presente estudio dirigiendo nuestra atención a tres de los disolventes más comunes: Metanol, Benceno y Acetona.

En base a los resultados obtenidos en éstos se realizará una extrapolación hacia otros disolventes con el fin de señalar de una manera panorámica una alternativa a seguir para obtenerlos grado espectro.

1.3.1. METANOL CH_3OH PM 32.04 gr/gr mol

1.3.1.1. Generalidades

También llamado alcohol metílico, carbinol, alcohol de

madera fué preparado hasta 1932 por la destilación destructiva de la madera. Actualmente gran parte del metanol se produce -- sintéticamente con rendimientos casi cuantitativos por la hidrogenación catalítica del monóxido de carbono.

El metanol es un líquido de gran movilidad, inflamable y venenoso. Cuando esta puro, apenas se percibe su olor característico a alcohol y arde con una llama azulada poco luminosa.

1.3.1.2. Propiedades

Punto de fusión	- 97.8°C
Punto de ebullición	64.7°C a 760 mmHg 58.5°C a 586 mmHg
Densidad	$d_{15}^{15} = 0.7964$ g/ml $d_{20}^{20} = 0.7924$ g/ml
Índice de Refracción	$n_0^{15} = 1.33066$ $n_0^{20} = 1.3296$
Densidad del vapor	1.11 (aire = 1)
Punto Flash	12°C (54°F)
Temperatura de flama	470°C (878°F)
Límites de explosividad	
(% vol. de aire)	6.0 - 36.5
Temperatura crítica	240°C (464°F)

Presión crítica	78.5 atm
Calor específico (Kcal/Kg°C)	0.595 - 0.605 (20-25°C)
Momento dipolo	1.69

El metanol es soluble en agua en todas proporciones.

1.3.1.3. Usos

El metanol es utilizado en la industria como disolvente en extracciones de aceites vegetales y animales. Es la materia prima en la fabricación del formol y ésteres metílicos de ácidos orgánicos e inorgánicos. Es utilizado también como anticongelante para radiadores de automóviles y líquido de freno. Como combustible para estufas de campaña y sopletes de soldador. Es el desnaturalizante más común del etanol. En la industria del plástico se utiliza como agente suavizador de plásticos piroxilínicos. En la industria farmacéutica es usado como disolvente en fabricación de colesterol, compuesto de clorafenicol, estreptomycin, vitaminas, hormonas y otros productos minerales.

1.3.1.4. Toxicidad Humana.

El envenenamiento por metanol puede ocurrir ya sea por ingestión, inhalación o adsorción cutánea. En estados agudos provoca dolores de cabeza, fatiga, náuseas, fallas visuales (en ocasiones ceguera permanente), acidez, convulsiones, colapsos -

circulatorios, fallas de respiración y la muerte. Se han reportado casos de muerte por ingestión de menos de 30 ml. La dosis letal media es de 100 a 250 ml.

1.3.1.5. Especificaciones de Pureza

La lista de especificaciones de Grado Industrial, Reactivo y Espectro que a continuación se presentan son básicamente con análisis realizados en el laboratorio de Farmex.

METANOL

Propiedad	Grado Industrial	Grado Reactivo
Humedad % KF	0.4 %	0.1 %
PH	6	6
CCF	Stándard	Stándard
Densidad gr/ml	0.7932	0.796 (20°C)
Temperatura		
ebullición	57 - 58 °C	57 - 58 °C
Descripción	Líquido ligera mente amarillo	Líquido incoloro, olor característico.

Especificaciones grado espectro (ACS)

METANOL GRADO ESPECTRO

Color (APHA)	10
Agua	0.1 %
Intervalo ebullición	
1 ml - 95 ml	1°C
95 ml - sequedad	1°C
Residuo evaporación	0.001 %
Acetona, aldehdos (como acetona)	0.001 %
Acidez (como HCOOH)	0.002 %
Alcalinidad (NH ₃)	0.0002%

METANOL GRADO ESPECTRO

Longitud de Onda (mn)	Absorbancia
210	0.80
220	0.40
230	0.20
240	0.10
260	0.04
280	0.01
400	0.01

1.3.2. BENCENO C_6H_6 PM 78.11 gr/grmol

1.3.2.1. Generalidades

El benceno es uno de los disolventes orgánicos más comunes y de gran importancia en la industria, éste es un líquido aromático volátil, incoloro, el cuál posee un olor característico. Fue en el siglo XVIII cuando se obtuvo por primera vez. - En la actualidad se obtiene el benceno industrialmente a partir esencialmente de dos fuentes, el petróleo y la hulla.

1.3.2.2. Propiedades

Peso molecular	78.11 gr/grmol
Punto de fusión	5.533°C
Punto de ebullición	80.100°C
Densidad	873.3 kg/m ³ a - 3.77°C
Presión de vapor	100.0 mmHg a 26°C
Índice de refracción	$n_D^{25} = 1.4979$
Temperatura crítica	289.45 °C
Presión crítica	48.6 atm
Punto flash	-11.1 °C
Temperatura ignición	538.0 °C
Límites explosividad	1.5 - 8 % en aire
Solubilidad en agua	0.180 g/100gragua

Solubilidad de agua

en benceno

0.05 g/100 g benceno

1.3.2.3. Usos

El benceno es de gran importancia en la industria puesto que es utilizado como materia prima en la síntesis de estireno, fenol, ciclohexano, anilina, anhídrido maleico, alquilbencenos, clorobencenos y otros productos utilizados en la producción de medicamentos, insecticidas y plásticos. El benceno también es uno de los componentes de la gasolina y como disolvente tiene una gran utilidad.

El benceno tiene como propiedades características los varios espectros, los cuáles son ampliamente usados como medio de análisis. El benceno puede ser identificado tanto en forma cuantitativa como cuantitativa en mezclas con otras sustancias -- por comparación, la intensidad de la radiación absorción del ultravioleta o infrarojo en la mezcla, se compara con la longitud de onda específica del compuesto puro.

1.3.2.4. Toxicidad Humana.

El benceno es una substancia venenosa con efectos tóxicos, agudos y crónicos. En cortos lapsos los efectos por inhalación, ingestión o contactos dérmicos se manifiestan inmediata

mente pero los efectos crónicos de exposición a bajos niveles de benceno no se manifiestan inmediatamente, por lo que periódicos análisis de sangre deben ser efectuados a los que están en contacto continuo con el benceno. El benceno debe ser manejado solo en sistemas cerrados y debe ser utilizado solo en el caso de que no pueda ser sustituido por otro disolvente, en el caso de ser utilizado debe existir la ventilación adecuada.

La inhalación de aire con benceno en concentración de 64000 mg/m³ es fatal en un lapso de 5 minutos, la concentración de benceno de 8000 mg/m³ produce efectos tóxicos en 60 minutos.

1.3.2.5. Especificaciones de Pureza

A continuación se dan las especificaciones, de los diferentes grados de pureza que posee el benceno. Primeramente una lista de especificaciones grado industrial y reactivo con análisis realizados en el laboratorio.

BENCENO

Propiedad	Grado Industrial	Grado Reactivo
Humedad _{KF}	0.05 %	menor 0.05 %
PH	6	6
CCF	STD	STD

Densidad a 20°C gr/ml	0.879	0.88
Temperatura		
ebullición	69 - 72°C	70 - 71°C
Identificación	Presenta Tiofenos	Libre de Tiofenos
Descripción	Líquido amarillo olor característico.	Líquido incoloro, olor característico.

Especificaciones del benceno grado espectro (Reagent)-
 dado por la ACS.

BENCENO GRADO ESPECTRO

Rango ebullición	1 - 95 ml no más de 0.5°C
	95 - seco no más de 0.5°C
Residuo después de evaporación	no más de 0.001 %
Tiofenos	libre no más 0.001 %
Compuestos de S	no más 0.005 %
Agua	no más de 0.05 %

1.3.3. ACETONA CH_3COCH_3 PM 58.08 gr/grmol

1.3.3.1. Generalidades

También llamada dimetil cetona o 2 propanona, es la --

más simple e importante de las cetonas. Hasta la primera guerra mundial fué fabricada por destilación vfa seca del acetato de calcio, el cuál fué obtenido por la neutralización del ácido piroleñoso (destilación de madera) con lima y evaporando hasta secar.

En la actualidad algunos de los más importantes procesos de manufactura son:

- a) Procesos a partir de propano y propeno
- b) Procesos a partir de alcohol isopropílico
- c) Procesos a partir de cumeno

La acetona es un líquido incoloro, flamable y con un olor aromático suavemente picante. Es miscible en todas proporciones con el agua y con disolventes orgánicos como el eter, metanol, etanol y esterés.

1.3.3.2. Propiedades.

Punto de fusión	- 94.6°C
Punto de ebullición	56.1°C a 760 mmHg 51.7°C a 586 mmHg
Índice de Refracción	n = 1.3588
Calor Específico (liq)	0.62 cal/g a 20°C
Calor vaporización	6.9 Kcal/mol a 56.1°C

Calor combustión (liq)	427 Kcal/mol
Gravedad específica (t/20 °C)	0.783 a 20°C 0.759 a 40°C
Viscosidad	0.32 cP a 20°C
Punto flash	- 18°C
Temperatura autoignición	538 °C
Límites de explosividad (% vol. de aire)	2.15 - 13 a 25°C
Temperatura crítica	508°K (235°C)
Presión crítica	47 atm

1.3.3.3. Usos

La acetona tiene importancia como disolvente de acetato de celulosa, utilizado en la manufactura de rayón, plásticos y película fotográfica. Se le utiliza como disolvente de nitrocelulosa, en la formulación de lacas, bases para pinturas de avión, cementos de hule y removedores de pinturas y barnices.

Debido a su facilidad de absorción de grandes volúmenes de gas acetileno, se utiliza como medio de transporte de este material. Se le utiliza también en procesos de extracción de disolventes, para la preparación de vitaminas, antibióticos y productos farmacéuticos.

La aplicación intermedia para producir algunos productos químicos tiene gran importancia, entre estos tenemos el anhídrido acético, cloroformo, yodoformo, alcohol diacetónico, -- sulfonal, bisfenol A, metacrilato de metilo y otros productos de importancia. Su volatilidad, combinada con sus excelentes propiedades disolventes, hacen a la acetona valiosa para el lavado y desgrase de superficies metálicas o de vidrio, así como para la purificación de aceites.

Un nuevo campo de aplicación de la acetona se presenta en la síntesis de nuevos productos, así como en los nuevos procesos de extracción en la industria farmacéutica, aumentando -- con esto su consumo. Además, debido a que la acetona es una materia prima para plásticos, donde se emplean estos últimos, se ofrece un vasto campo de aplicación para este disolvente.

1.3.3.4. Toxicidad Humana

La acetona puede ser ubicada dentro del grupo de disolventes con bajos efectos, agudos y crónicos. La exposición prolongada con grandes concentraciones de vapor producen anestesia, provocando posible irritación de ojos, nariz, y garganta; el -- olor puede ser desagradable. No tiene las propiedades suficientes como para prevenir los efectos adversos que puede producir su exposición prolongada.

El contacto directo de la acetona con los ojos puede producir irritación y una lesión transitoria de la córnea. El prolongado o repetido contacto con el líquido puede secar la piel y puede ser una posible causa de dermatitis.

Para la seguridad del personal que trabaja con acetona, industrialmente es aceptado 1000 ppm (2400 mg/m³) en aire para período diario de trabajo, para altos niveles de acetona debe usarse equipo de protección para respirar. La acetona puede ser manejada con seguridad si se toman precauciones de sentido-común; debe evitarse el contacto con el líquido, no debe ser usado para limpiar la piel, debe utilizarse guantes de protección.

Debe haber una ventilación adecuada al trabajar con este disolvente y en caso de incendio puede ser controlado con dióxido de carbono o extinguidores químicos secos.

1.3.3.5. Especificaciones de Pureza

Especificaciones de la acetona grado comercial

Gravedad específica 20°C/20°C	0.790 - 0.793
Rango de destilación	55.5 - 57°C
Residuo a 100°C no exceda	0.003%
Acidez no exceda	0.002% (ac. acético)
Humedad no exceda	0.3 %

Especificaciones del laboratorio para grado espectro.

Humedad %	0.1 máximo
Densidad	0.79 gr/ml
CCF	Stándard (libre impurezas)
Temperatura	
ebullición	52 - 53°C
Descripción	Líquido incoloro olor características

CAPITULO II

DESTILACION

2.1 PROPOSITO

Este capítulo pretende dar una imagen objetiva de la operación de transferencia de masa que es utilizada en los procesos aplicados (Destilación Intermitente); siendo imposible -- tratar la parte correspondiente a cada una de las operaciones -- existentes que pueden ser aplicadas en la purificación de disolventes, aún cuando no puede discutirse que sea en principio importante.

2.2 DEFINICION E IMPORTANCIA

La destilación es una operación de transferencia de masa que sirve para aislar los componentes de una solución, la separación depende de la distribución de los componentes entre dos fases (líquido-vapor), siendo aplicable cuando todos los -- componentes están presentes en dichas fases.

A los disolventes en cuestión para ser purificados se les somete generalmente a una destilación, por lo que es indispensable antes de analizar los diferentes procesos de purificación el comprender perfectamente esta operación. Por lo que se

desarrollan algunos conceptos importantes referentes a la misma con los cuáles conoceremos los fundamentos teóricos de ésta.

2.3 EQUILIBRIO VAPOR-LIQUIDO

Para aplicar con éxito los métodos de destilación es necesario conocer los equilibrios que existen entre la fase vapor y líquido de la mezcla binaria, presentandose como variables la presión de vapor, temperatura y composición.

2.3.1 DIAGRAMAS

Para mezclas binarias contamos con las tres variables antes mencionadas, por lo que la representación gráfica completa del equilibrio requiere un diagrama tridimensional. Sin embargo al considerar un equilibrio a presión constante podemos representar al equilibrio utilizando dos diagramas.

2.3.1.1 Diagrama de Puntos de Ebullición

Este lo obtenemos gráficamente la temperatura de ebullición contra las fracciones mol del componente más volátil en el líquido y en el vapor respectivamente. Podemos observar en la figura 2.1 dicho diagrama, éste presenta una curva inferior que representa las temperaturas de puntos de burbuja y una curva su

perior que representa las temperaturas de puntos de rocío, ambas con respecto a la concentración de la mezcla. En los extremos del diagrama se localizan las temperaturas de ebullición de los componentes puros. Recordando que dicho diagrama se refiere a una presión determinada la cuál permanece constante.

2.3.1.2 Diagrama de equilibrio líquido-vapor

El diagrama de equilibrio entre las dos fases nos relaciona las composiciones de la mezcla en éstas, donde:

x sera la fracción mol de la sustancia más volátil en el líquido.

y corresponde a la fracción mol de la sustancia más volátil en el vapor, estando en equilibrio.

Podemos observar en la figura 2.2 representada la curva de equilibrio, ésta presenta variaciones en función de la presión, así, la separabilidad de una mezcla generalmente es menor a presiones elevadas.

FIGURA 2.1
 DIAGRAMA DE PUNTOS DE EBULLICION

- 1 Temperatura ebullición del componente B puro.
 - 2 Temperatura ebullición del componente A puro.
 - 3 Curva de temperaturas de puntos de Rocío.
 - 4 Curva de temperaturas de puntos de burbuja
 - 5 Línea de unión.
 - 6 Líquido saturado
 - 7 Vapor saturado
 - 8 Mezcla vapor-líquido, composición x , y^* .
- A componente más volátil
 B componente menos volátil

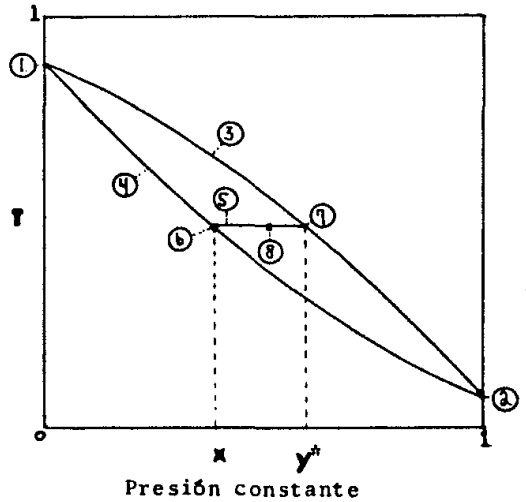
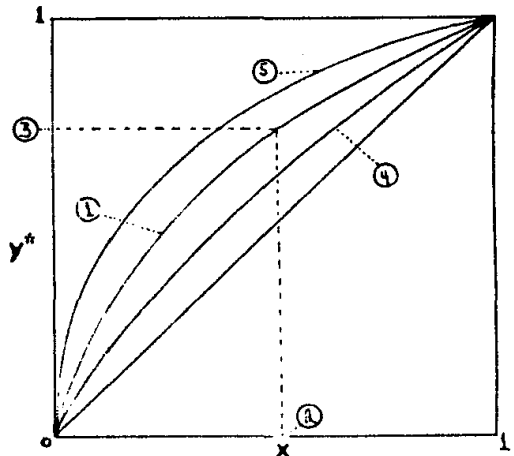


FIGURA 2.2
 DIAGRAMA EQUILIBRIO VAPOR - LIQUIDO

- 1 Curva de equilibrio
- 2 Fracción mol. del líquido saturado.
- 3 Fracción mol vapor saturado en equilibrio con el líquido.
- 4 Tendencia de la curva a presión aumentada
- 5 Tendencia de la curva a disminución de presión.



2.3.2 FUNDAMENTO TEORICO

El conocimiento de estos aspectos permite comprender la operación de destilación y con la ayuda de los cálculos se tendrá una base sólida para dar una adecuada interpretación a los datos obtenidos en la experimentación llegando a obtener conclusiones acertadas, mismas que nos ayudaran a mejorar el proceso aplicado.

2.3.2.1 Leyes.

2.3.2.1.1. Ley de Dalton: "La presión total es igual a la suma de las presiones parciales de los componentes que forman la mezcla gaseosa".

$$P = \bar{P}_A + \bar{P}_B$$

Siendo P Presión total (mezcla binaria)

\bar{P} Presión Parcial

A, B Componentes

2.3.2.1.2 Ley de Raoult: "La presión parcial de un componente a una temperatura determinada, es igual al producto de la presión de vapor de dicho componente puro a la misma temperatura por la fracción mol del mismo en -

el líquido".

$$\bar{p} = x p^{\circ}$$

Siendo \bar{p} Presión parcial

x fracción mol en el líquido

p° presión de vapor del componente puro a la misma temperatura.

La fracción mol en la fase vapor es la relación entre la presión parcial y la presión total. $y^A = \bar{p}/P$

Las soluciones ideales son aquellas cuyo comportamiento se acata a lo descrito por la Ley de Raoult.

2.3.2.1.3 Ley de Henry: "La presión parcial de un componente sobre una solución es proporcional a su fracción mol en el líquido".

$$\bar{p} = Hx$$

siendo \bar{p} Presión parcial

x Fracción mol en el líquido

H Constante de Henry

2.3.2.2 Volatilidad

La volatilidad es una medida numérica de la facilidad

de separación y depende de la diferencia entre la composición del líquido y el vapor. Podemos calcularla de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{y_A/x_A}{y_B/x_B}$$

Siendo x Fracción mol en el líquido

y Fracción mol en el vapor

$a; b$ Componentes

Para soluciones ideales $\alpha = p_a^0 / p_b^0$

Siendo p^0 La presión de vapor.

2.3.2.3 Desviaciones de la idealidad. Azeótropos.

Generalmente las mezclas presentan desviaciones de la idealidad, se considera positiva cuando la presión total es mayor que la prevista por la ley de Raoult y negativa cuando es menor. Cuando existe una gran desviación positiva ó negativa, las curvas en el diagrama de puntos de ebullición presentan un máximo ó un mínimo, las mezclas con tales características son azeotrópicas y tienen un punto de ebullición constante, requiriendo para su separación métodos especiales de destilación.

2.4 METODOS DE DESTILACION

Al llevar a cabo una destilación ésta puede efectuarse de diversas formas dependiendo de las condiciones de operación y las características del equipo, según las necesidades específicas del proceso, así encontramos que existen distintos tipos de destilación de entre los cuáles podemos mencionar, Destilación Destructiva, Flash, diferencial, Fraccionada, azeótropica. De éstas enfocaremos nuestra atención a los dos tipos que fueron aplicados en el desarrollo experimental de éste trabajo -- siendo éstas, la destilación diferencial y la fraccionada.

2.4.1 DESTILACION DIFERENCIAL O SENCILLA

2.4.1.1 Descripción

En la destilación diferencial el vapor que se genera al hervir el líquido, se va separando a medida que se forma y seguidamente se condensa recolectandolo como producto.

2.4.1.2 Procedimiento de Cálculo

Para realizar los cálculos de ésta se utiliza la ecuación de Rayleigh, siendo ésta:

$$\ln \frac{F}{W} = \int_{x_w}^{x_F} \frac{dx_s}{(x_D - x_s)}$$

Siendo F Moles iniciales en el hervidor
 W Moles finales en el hervidor
 x Fracción mol; (s) hervidor, (D) destilado

Así podemos determinar F, W, x_F ó x_W conociendo tres de ellas. La integración del lado derecho se lleva a cabo gráficamente con $1/(y - x)$ como ordena contra x como abscisa y determinando el área bajo la curva entre los límites indicados.

2.4.2 DESTILACION FRACCIONADA

2.4.2.1 Descripción

La destilación fraccionada es conocida por rectificación, en ésta, los vapores generados a partir del líquido se introducen en una columna por la cuál asciende poniendose en contacto y a contracorriente con el líquido condensado que desciende, después de haber pasado por la columna los vapores se condensan regresando una parte a la columna (reflujo) y obteniendo otra como producto.

En la rectificación encontramos las siguientes variables importantes: Reflujo, retención (holdup), presión de vapor (active driving force), volatilidad y número de etapas teóricas.

La columna funciona como sección de enriquecimiento,*

*Refiriendonos al equipo del que disponemos.

donde el progreso de la destilación puede controlarse por tres formas diferentes:

- 1) El reflujo constante y composición en el domo variable.
- 2) Composición constante en el domo, producto de un reflujo variable.
- 3) Utilizando un sistema de ciclaje.

2.4.2.2 Procedimiento de cálculo.

Antes de referirnos a la secuencia de cálculo es necesario mencionar que la operación se lleva a cabo en estado no estacionario, se denomina Destilación Batch, y se caracteriza por que las concentraciones en cualquier punto del equipo cambia con el tiempo, trabajando por medio de lotes.

El procedimiento de cálculo para la destilación batch-fraccionada consiste en utilizar el análisis basado en el método gráfico de McCabe - Thiele, suponiendo columna adiabática, sobreflujo equimolar, calor de mezcla y retención despreciables. Conociendo el número de etapas* que nos proporciona el equipo, el procedimiento está compuesto por los siguientes puntos:

* Fenske; referencia # 2 , pag # 180

2.4.2.2.1 Determinar la cantidad mínima de reflujo.

Hacemos uso de nuestra curva de equilibrio para representar el cálculo del reflujo interno mínimo $(L/V)_{\min}$. En el diagrama, figura 2.3, localizamos el punto D que correspondiera al destilado de composición $x_D = y_D$ localizado sobre la diagonal. En seguida localizamos el punto que nos representa las condiciones en el hervidor, teniendo una composición inicial en el líquido x_i en equilibrio con el vapor de composición y_i^* , éste punto se ubica sobre la curva de equilibrio. La recta -- que obtenemos al unir estos dos puntos sera la línea de operación y la pendiente de ésta nos da el valor del reflujo mínimo, el cual puede ser expresado con la siguiente ecuación:

$$\left(\frac{L}{V}\right)_{\min} = \frac{y_D - y_s^*}{x_D - x_s}$$

Donde la D se refiere al destilado y la s al hervidor.

Figura 2.3 Cantidad mínima de reflujo $(L/V)_{\min}$.

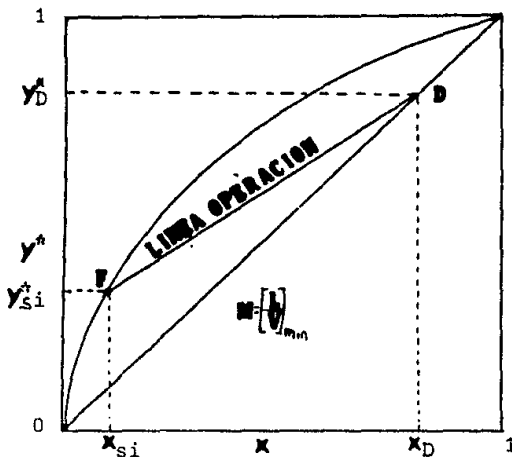
Curva de equilibrio

x fracción mol del líquido

y^* fracción mol de vapor en equilibrio

D Destilado donde $x_D = y_D^*$

F Condiciones en el hervidor composición x_s, y_s^*



2.4.2.2.2. Cálculo del reflujo externo R.

Con el valor de reflujo interno mínimo $(L/V)_{\text{mfn}}$, calculamos el reflujo externo R que se define como $R = L/D$, utilizando la expresión:

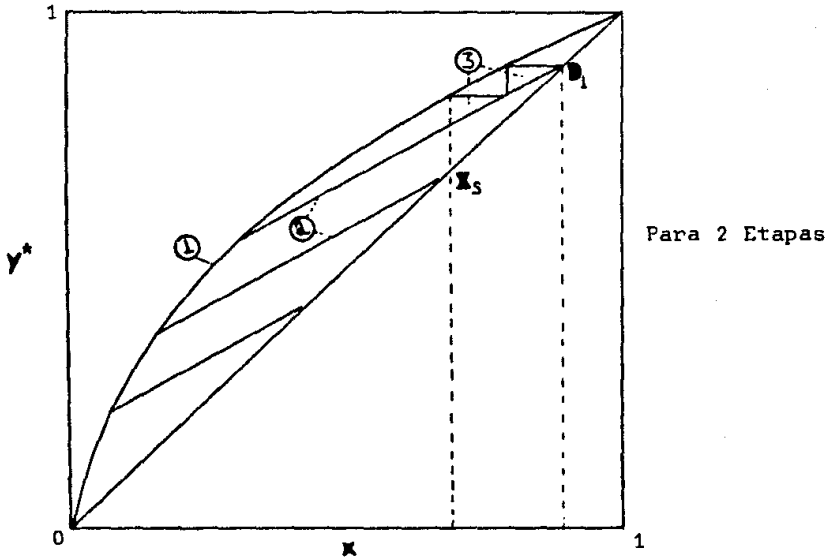
$$R = \frac{L/V}{(1 - L/V)}$$

Se debe utilizar un reflujo operacional de 1.5 a 10 veces el valor de reflujo mínimo.

2.4.2.2.3 Método gráfico para operaciones a reflujo constante.

Valiendonos de la gráfica de equilibrio, trazamos en esta líneas de operación de pendiente constante que partan de la diagonal de 45 grados. El número de platos teóricos se escala en cada una de las líneas, determinando así las composiciones en equilibrio entre el hervidor (x_s) y el destilado (y^*). - En la figura 2.4 podemos visualizar lo antes descrito.

FIGURA 2.4
 METODO GRAFICO PARA OPERACIONES A REFLUJO
 CONSTANTE. REPRESENTA UN PROCESO DE DOS-
 ETAPAS TEORICAS



- donde
- 1 Curva Equilibrio
 - 2 línea de operación
 - 3 etapas. Cada escalon representa una etapa-teórica.
 - x Fracción mol en el líquido
 - y^* Fracción mol en el vapor

2.4.2.2.4 Aplicación de la ecuación de Smoker y Rose.

Utilizando esta ecuación, realizando la integración -- gráfica, junto con la ecuación de la composición promedio, realizamos un cálculo por tanteos para determinar el contenido final en el hervidor (S_f) que corresponde al valor final especificado de la concentración final promedio del destilado (X_D prom). La ecuación de Smoker y Rose es:

$$\ln \frac{S_i}{S_f} = \int_{X_{sf}}^{X_{si}} \frac{dx_s}{x_D - x_s}$$

y para el cálculo de la concentración promedio del destilado

$$x_{D \text{ prom}} = \frac{S_i x_i - S_f x_f}{S_i - S_f}$$

donde la S se refiere a las cantidades contenidas en el hervidor, i al inicio, f al final y x a las fracciones mol.

2.4.2.2.5 Duración de la destilación.

Si denominamos como z a la integral del lado derecho de la ecuación de Smoker y Rose, el tiempo en horas para la destilación se puede determinar por medio de la siguiente ecuación:

$$\theta = (R + 1) \frac{W_i e^z - 1}{V e^z}$$

ó también:

$$\theta = \frac{R + 1}{V} (W_i - W_f)$$

siendo θ Tiempo

W Contenido en el hervidor

i inicial ; f final

R Reflujo externo

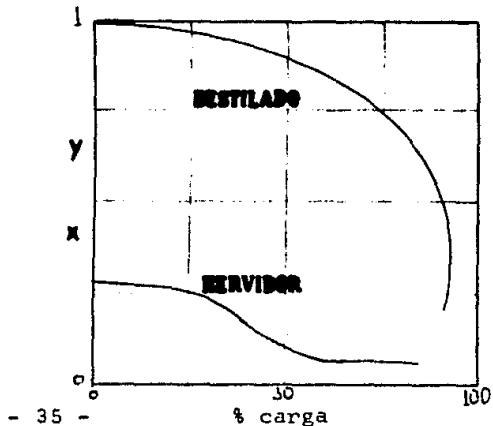
V FLUJO DE VAPOR

2.5 RESULTADOS

Los resultados de una destilación intermitente son claramente presentados por medio de gráficas de curvas referentes a la cantidad de destilado (% carga destilado) contra composición. La figura 2.5 nos muestra este tipo de diagrama.

FIGURA 2.5
RESULTADOS DE UNA DESTILACION
INTERMITENTE (BATCH).

El siguiente diagrama muestra la variación típica de las composiciones del destilado y del líquido del hervidor, contra la cantidad destilada en una destilación intermitente con relación de reflujo constante.



CAPITULO III

ALGUNOS TIPICOS PROCESOS DE PURIFICACION

3.1 GENERALIDADES

A pesar de que existen una gran cantidad de procesos de purificación, no pretende el presente capítulo dar a conocer todos y cada uno de ellos, solo citaremos algunos procesos típicos que se aplican para obtener disolventes grado espectro a -- partir de grado reactivo ó industrial.

Debido a la gran variedad de disolventes que existe, - al tomar en cuenta que cada uno de los mismos posee sus propias características y propiedades, nos encontramos con que cada uno de éstos representa un problema diferente, por lo que no existe un proceso de purificación el cuál pueda ser aplicado por igual a todos los disolventes. Por tanto de una manera general clasificaremos los procesos y daremos ejemplos, con el fin de indicar el panorama de los procesos a tratar y de esta manera proporcionar un medio para poder elegir el proceso más adecuado. - Aún cuando la elección está usualmente limitada por las características físicas peculiares de los materiales con que se va a - trabajar.

3.2 CLASIFICACION

I	Grupo	Procesos de destilación simple y fraccionada.
II	Grupo	Procesos basados en el tratamiento químico con otros compuestos.
III	Grupo	Procesos combinados de destilación y tratamientos Químicos.
IV	Grupo	Procesos específicos de Destilación.
V	Grupo	Procesos que implican diversas operaciones de transferencia de masa.

3.2.1 GRUPO I. PROCESOS DE DESTILACION SIMPLE Y FRACCIONADA

Estos procesos quedan comprendidos con lo descrito en el capítulo anterior. Lo importante sera conocer si la operación de destilación, ya sea simple o fraccionada, sera suficiente para obtener el grado espectro, en caso afirmativo seran descritas las condiciones de la operación.

3.2.2 GRUPO II PROCESOS BASADOS EN EL TRATAMIENTO QUIMICO CON OTROS COMPUESTOS

Estos procesos estan basados en la acción que tienen algunos compuestos químicos, sobre el disolvente líquido en cuestión. Algunos ejemplos de estos agentes son:

Agente		función
Cloruro de calcio fundido	CaCl_2	deshidratar
Carbonato de Potasio	K_2CO_3	deshidratar
Oxido de calcio	CaO	deshidratar
Hidróxido de sodio	NaOH	deshidratar
Sulfato de calcio (yeso)	CaSO_4	deshidratar
Acido sulfúrico	H_2SO_4	elimina tiofenos al benceno

El agente a utilizar dependera de las necesidades específicas del proceso de purificación.

3.2.3 GRUPO III PROCESOS COMBINADOS DE DESTILACION Y TRATAMIENTOS QUIMICOS.

En este tipo de procesos se utiliza el mismo tipo de agentes químicos descritos en el grupo anterior, aplicandolos -

anterior, posterior ó simultaneamente a la operación de destilación ya sea simple ó fraccionada.

3.2.4 GRUPO IV. PROCESOS ESPECIFICOS DE DESTILACION.

Dentro de éste grupo mencionaremos a:

3.2.4.1 Destilación Extractiva. Se fundamenta en alterar la volatilidad relativa añadiendo un agente no volátil -- con respecto a la mezcla.

3.2.4.2 Destilación azeótropica. Se basa en agregar un compuesto químico a la mezcla azeótropica, formando de esta manera una mezcla azeótropica diferente a la anterior de la cuál podemos separar más fácilmente alguno de los componentes.

3.2.4.3 Destilación a presiones reducidas. Este tipo de destilación se basa en la alteración de la volatilidad relativa de una mezcla por efecto de la presión.

3.2.5 GRUPO V PROCESOS QUE IMPLICAN DIVERSAS OPERACIONES DE -- TRANSFERENCIA DE MASA.

Mencionamos en éste grupo algunas otras operaciones de transferencia de masa, cuya importancia es indiscutible, en ba-

se a las cuáles pueden fundamentarse algunos procesos de purificación y ayudaran a visualizar un panorama más amplio de las diversas alternativas que tenemos para obtener disolventes grado espectro.

3.2.5.1 Adsorción

La adsorción comprende el contacto de sólidos con líquidos o gases y la transferencia de masa en la dirección del fluido al sólido. En estas operaciones se explota la capacidad especial de ciertos sólidos para hacer que sustancias específicas de una solución se concentren en la superficie de estos sólidos.

3.2.5.2 Permeación.

Las separaciones por permeación consisten, en que una solución líquida ó una mezcla de gases se pone en contacto con una membrana no porosa y el gas o líquido que se difunde a través de la membrana se disuelve inicialmente en ella y después - de atravesar la membrana se separa el componente que se disolvió en forma preferente.

3.2.5.3 Diálisis

Por este nombre se conoce a la separación de una subs-

tancia cristalina presente en un coloide, mediante el contacto de la solución de ambos con un disolvente líquido y mediante una membrana permeable tan solo al disolvente y a la sustancia cristalina disuelta.

3.2.5.4 Extracción.

La extracción líquida es la separación de los componentes de una solución líquida por contacto con otro líquido insoluble, esta operación produce nuevas soluciones que a su vez deben separarse.

3.2.5.5. Efusión.

Consiste en poner una mezcla gaseosa en contacto con una membrana microporosa, de tal manera que los diferentes componentes de la mezcla pasan a través de los poros con una rápidez que depende de los pesos moleculares, logrando de esta manera la separación de la mezcla.

3.3 EJEMPLOS DE ALGUNOS PROCESOS TIPICOS DE PURIFICACION

3.3.1. METODOS DE OBTENCION DE DISOLVENTES ALCOHOLICOS GRADO-ESPECTRO

La tabla I(A) contiene sintetizados los ejemplos de estos procesos. El grupo^o se refiere al de la clasificación mencionada con anterioridad.

TABLA IA
METODOS DE OBTENCION DE DISOLVENTES ALCOHOLICOS
GRADO ESPECTRO

GRUPO	PROCESO	DESHIDRATANTE	DESCRIPCION
2	Lorriet	CaCl ₂ fundido K ₂ CO ₃	Se pasa el líquido (alcohol) por una capa de deshidratante; se deseca a T = 138°C (horas) T Temperatura °C
3	Gay Lussac	Cal viva	Mezcla alcohol y cal viva - se destila generalmente - dos veces.
3	Lorriet	Cal viva	Vapores de alcohol por cal. Necesario control de T para evitar formación de alcoholato de calcio. Necesario la redestilación. T Temperatura °C

TABLA IA (Continuación)

GRUPO	PROCESO	DESHIDRATANTE	DESCRIPCION
3	Mariller y Ganger	CaCl_2	Se rectifican los vapores y condensan. Se refluja-cierta parte al deposito-de CaCl_2 donde se burbu-jean vapores a la columna. Deshidratante se deseca a 138°C . T Temperatura $^\circ\text{C}$
3	Martine Legrand	Cal viva	Utiliza un macerador donde agrega la cal y calienta - con una chaqueta.
3	Barbet	Cal pulveri- zada.	Calienta el alcohol y lo - mezcla con la cal, luego - pasa a un evaporador (pro-ceso continuo)
3	I.G. Farben Industrie	CaSO_4 (yeso)	Vapores alcoholicos pasan por CaSO_4 quedando $\text{CaSO}_4 - (1/2) \text{H}_2\text{O}$. El alcohol debe pasar por filtros tiempo reacción - 15 seg. Deshidratante se puede -- usar varias veces se recu-pera a 175°C T Temperatura $^\circ\text{C}$

TABLA IA (Continuación)

GRUPO	PROCESO	DESHIDRATANTE	DESCRIPCION
4	Hiag	Mezcla sales CaCO_3 , CuSO_4 cal	Utiliza una torre de absorción en la parte inferior introduce vapores de alcohol humedo y por la parte superior alcohol <u>ab</u> soluto con el agente deshidratante disuelto, éste se recupera a una temperatura de 300°C.
4	Mariller	Glicerina sola o <u>mez</u> clada KCO_3 , ZnCl_2 CaCl_2	Torre de rectificación -- parte inferior vapores <u>al</u> coholicos, por la parte - superior glicerina conti- nuamente, mayor contacto, - recuperación de glicerina por arrastre vapor -- T = 170°C y 720 mmHg.
4	Sydney Young Keyes	Benceno Cloroformo CCl_4	Crea un azeotropo terna-- rio y de eso parte para - obtener el alcohol, proce- so intermitente (Continuo - Ricard Allement y Cía)

ETANOL

TABLA IA (Continuación)

GRUPO	PROCESO	DESHIDRATANTE	DESCRIPCION
4	Lewis		Para etanol trabajando a una presión de 70 mmHg desaparece el azeotropo.
4	Merck	CaI	Realizando el proceso a presión de 4-5 atmosferas, acelera la fijación de -- agua.
3	Para Metanol	CaH ₂	Se destila en dos ocasiones el metanol y al red <u>es</u> tilado se trata con CaH ₂ para secar.
3	Propanol y altos alcoholes	CaH ₂	Fracccionarlo y coleccionarlo desp <u>u</u> és del azeotropo, re destilar y tratar con CaH ₂

3.3.2 METODOS DE OBTENCION PARA ALGUNOS DISOLVENTES NO ALCOHOLICOS, CON EL FIN DE OBTENERLOS GRADO ESPECTRO

La tabla I (b) nos describe estos métodos utilizando como ejemplo al Pentano, Hexano, Benceno y Acetona.

TABLA IB
METODOS DE OBTENCION DE
DISOLVENTES NO ALCOHOLICOS
GRADO ESPECTRO

GRUPO	DISOLVENTE	AGENTE QUIMICO	DESCRIPCION
2	Pentano Hexano	H ₂ SO ₄ CaCl ₂	Lavar varias veces con H ₂ SO ₄ concentrado, para remover olefinas lavar con agua y secar con CaCl ₂
3	Benceno	H ₂ SO ₄	Reacción con H ₂ SO ₄ para eliminar tiofenos, eliminar humedad destilando usando CaCl ₂
3	Acetona	CaSO ₄	Destilar y secar utilizando CaSO ₄ , redestilar.

3.4. PROCEDIMIENTO A SEGUIR PARA LLEVAR A CABO EL ESTUDIO SOBRE LA PURIFICACION DE UN DISOLVENTE ESPECIFICO.

a) Analizar al disolvente. Propiedades y características.

b) Determinar las impurezas que presenta.

c) En base a lo anterior elegir un proceso de purificación ubicandolo en el grupo más adecuado a la clasificación.

d) Aplicar el Proceso. Haciendo las especificaciones adecuadas referentes a las condiciones de operación y al uso de los agentes químicos con los que se llevan a cabo los tratamientos, cuando éstos son necesarios.

El Ingeniero Químico encarado con el problema de separar los componentes de una solución, generalmente tiene que escoger entre varios métodos posibles. En cualquier caso, la base principal para la elección es el costo; el método que resulta más barato es el que generalmente se utiliza.

Siempre en la elección se deben tener en cuenta las experiencias previas favorables.

CAPITULO IV

ANALISIS

4.1 IMPORTANCIA Y USO

En base a un análisis, cuantitativo y cualitativo, conocemos las propiedades, características e impurezas que posee nuestro disolvente problema. Fundamentados en el mismo, elegimos el proceso más adecuado para lograr su purificación, obteniéndolo así grado espectro.

Una vez elegido el proceso se procede a llevarlo a la práctica, siempre al aplicar el mismo, se requiere tener un control adecuado de éste, para lo cuál utilizamos el análisis de la siguiente manera:

1) Materia Prima.- Debido a que la misma puede presentar variaciones, a las predichas por su especificación, utilizando éste podemos hacer los ajustes necesarios al proceso.

2) Proceso.- Durante la duración de la destilación podemos verificar a diferentes intervalos de la misma, si el proceso ofrece resultados positivos.

3) Producto. Se comprueba que cumpla con las especi-

ficaciones necesarias de grado espectro.

4.2 PRUEBAS

El análisis realizado consiste en las siguientes pruebas (vía húmeda):

- a) Humedad $\%KF$
- b) pH
- c) C C F (cromatografía)
- d) Densidad
- e) Temperatura ebullición
- f) Descripción del disolvente

Para el caso del producto si es posible debe incluirse en el análisis el espectro del mismo para la comprobación de su grado de pureza. Esto dependerá obviamente del instrumental con que cuente el laboratorio.

La cromatografía del líquido es un medio seguro y necesario de comprobación.

SEGUNDA
PARTE EXPERIMENTAL

CAPITULO I DESCRIPCION DEL EQUIPO

CAPITULO II DISOLVENTES

2.1 METANOL

2.2 BENCENO

2.3 ACETONA

CAPITULO III ALMACENAMIENTO Y ENVASADO

CAPITULO IV TRANSFERENCIA DE CALOR EN
EL EQUIPO

CAPITULO I

DESCRIPCION DEL EQUIPO

1.1 GENERALIDADES

El equipo en el cuál se llevo a cabo la parte experimental pertenece a una planta piloto instalada con fines de investigación y producción en pequeña escala. El equipo esta -- constituido por un reactor provisto de sistemas de agitación y calentamiento; éste además de servir como reactor, hace las -- funciones de un hervidor que forma parte del sistema de frac-- cionamiento.

Este se complementa con una torre de destilación empa cada (anillos Rasching), un sistema de dos condensadores, un - enfriador del producto y un recolector del mismo.

1.2 SOPORTE

La altura del equipo es de 600 cm. pero esta localiza do a 160 cm de altura del piso, por tanto en base a éste la al tura total del equipo es de 760 cm. En la parte externa y ro- - deando a todo el equipo que integra la planta piloto, se en- - cuentra una estructura metálica que consta de dos niveles y po see corredores, con lo cuál se tiene acceso y control de cual-

quier parte del equipo.

Existe un soporte tubular metálico en el cuál están fijos cada una de las unidades que constituyen el equipo antes descrito. A nivel del primer piso se encuentran colocados paralelamente el reactor S-6 y el recolector (en soportes diferentes). En el mismo soporte donde esta instalado el reactor S-6, se encuentra instalado entre el primer y segundo nivel la torre empacada y el enfriador. A nivel del segundo piso se encuentra el sistema de condensación (dos condensadores), la tubería del sistema de vacío y la válvula de venteo.

La altura del soporte en el cuál está instalado el recolector es de 340 cm y la altura del soporte en el cuál estan fijas las demás unidades es de 720 cm. Ambos soportes se encuentran colocados paralelamente.

1.3 REACTOR (S-6)

Es un recipiente esférico colocado a nivel del primer piso del soporte a 210 cm de la planta baja, la capacidad máxima de éste recipiente es de 100 litros, utilizando un volumen de operación entre 60 y 80 litros. En la parte interior del reactor se encuentra un agitador y un serpentín de calentamiento, la parte inferior del reactor termina en un tubo de 3 cm de diámetro externo (2 cm \varnothing interno) y una longitud de 22 cm,-

éste posee una válvula para controlar el flujo del fluído que circula por éste conducto ya sea en el momento de cargar o descargar.

La altura del reactor es de 120 cm teniendo un diámetro de 60.5 cm. Visto de frente en la parte superior izquierda tiene una abertura conectada a una tubería de 11 cm de diámetro, la cuál se comunica con la parte inferior de la torre empacada. En el centro tiene una boca con tapa, teniendo un diámetro de 12 cm. ésta sirve para cargar o lavar el reactor.

En la parte superior derecha tiene una abertura conectada con una tubería de 3.5 cm de diámetro y por medio de la cuál se comunica con un embudo. En lo que se refiere a la instrumentación en el reactor, éste cuenta con un termómetro con el cuál medimos la temperatura del líquido en el interior del reactor.

El embudo antes mencionado tiene una capacidad de 10-litros, teniendo un diámetro 23 cm y una altura de 45 cm, en su parte inferior posee una válvula por medio de la cual se -- controla el flujo que se dirige al reactor, el líquido fluye por gravedad. El agitador se mueve por un motor eléctrico el cuál se encuentra localizado en el centro y arriba del reactor, de ahí sale el eje del impulsor y se introduce por la parte superior al reactor, la longitud vertical del eje del impul

El agitador es de 75 cm y en la parte inferior de la misma se encuentra la propela cuya longitud horizontal es de 20 cm (diámetro), éste agitador no llega el fondo del reactor sino que esta colocado a 1/4 parte de distancia del fondo, estando separado de la parte superior del serpentín por una distancia de 20 cm.

El serpentín de calentamiento es una tubería de vidrio en forma de espiral, el diámetro de la tubería es de 1.5 cm. En la parte inferior, casi a nivel del tubo de descarga del reactor, se conecta con la tubería de vapor, el vapor se introduce y fluye ascendiendo a través de la espiral exterior y una vez que ha alcanzado la parte superior, el vapor desciende por una espiral interna y se descarga por la parte inferior, conectando se con una tubería de retorno del vapor colocada en el lado opuesto a la tubería de alimentación del vapor. La tubería de vapor cuenta con una válvula colocada cerca de la entrada al serpentín y por medio de la cuál se realizan las purgas, cuando el líquido condensado obstruye el libre paso del vapor a lo largo del serpentín.

La espiral exterior del serpentín tiene un diámetro de 12 cm quedando en la parte inferior separado de las paredes del reactor por una distancia de 3 cm. La altura del serpentín es de 40 a 50 cm teniendo su base 4 cm arriba de la parte superior del tubo de descarga.

La conexión entre el hervidor* y la torre empacada se realiza por medio de una tubería de 11 cm de diámetro. Parte del lado superior izquierdo del hervidor y termina en la base inferior de la torre, por donde es alimentado el vapor proveniente del hervidor. Esta tubería consta de un codo de 150 -- grados, un codo de 90 grados y un tramo de tubería recta. La longitud total de estos tres segmentos es 110 cm. En el codo de 90 grados está instalado un manómetro para medir la presión existente en el equipo, tiene en la parte posterior un tramo de tubería el cuál termina con un sello, éste sirve como seguridad teniendo un límite de resistencia con respecto a la presión, cuando la presión excede éste límite, el sello revienta evitando que el aumento de presión pueda dañar el equipo

1.4 TORRE EMPACADA

Esta torre es alimentada por los vapores provenientes del hervidor, los cuales se introducen en la misma por la parte inferior. Tiene una altura empacada de 148 cm y un diámetro de 20 cm. Esta empacada con anillos Rasching, los cuáles tienen la característica de tener la misma longitud de diámetro y altura, los primeros 35 cm de empaque lo forman anillos de 2.5 cm - (1 pulgada); el resto del empaque lo forman anillos de 1.25 cm,

* Hervidor equivale al reactor S-6

esto facilita la entrada de vapor en la parte inferior de la -
torre. Los anillos estan empacados al azar siendo el objetivo
primordial del empaque el proporcionar un eficiente contacto -
entre las dos fases que se encuentran en contracorriente, los-
vapores que ascienden y el líquido que desciende.

En la parte superior a una distancia de 6 cm arriba -
del empaque se encuentra un pequeño recipiente el cuál recoge-
las gotas condensadas del líquido destilado, dirigiendose ha--
cia una tubería de 3 cm de diámetro, la cuál desemboca en la -
parte superior del enfriador, el flujo del líquido es por gra-
vedad. La pequeña tubería antes mencionada y cuya longitud to-
tal es de 55 cm. tiene una válvula colocada a 28 cm de la sali-
da de la torre y por medio de la cuál se controla el flujo con-
densado, así en un principio de la destilación se puede operar
a reflujo total manteniendo esta válvula cerrada hasta que se-
alcanse el equilibrio, posteriormente abriendola podemos hacer
fluir el producto condensado hacia el enfriador, dejando una -
cierta cantidad de reflujo. A pesar de esta válvula es muy di-
fícil tener un control cuantitativo del reflujo.

El tiempo que tarda en recorrer todo el empaque el va-
por, tiempo de retención, cuando el empaque esta completamente
seco y que se ha tomado experimentalmente al inicio de la des-
tilación varía entre 5 y 10 minutos, y esto se debe a la velo-
cidad de evaporación que se tiene en el hervidor, siendo fun--

ción del flujo de vapor alimentado al serpentín del hervidor.

En la parte superior y a una distancia de 10 cm del empaque (a 5 cm del recipiente recolector del condensado), se encuentran los condensadores.

1.5 CONDENSADORES

Están colocados en la parte superior de la torre, en el segundo piso a una altura de 600 cm en el soporte, tomando base la parte superior del empaque la altura del sistema de condensación mide 165 cm. Existen dos condensadores; el primero tiene un diámetro de 22 cm y por él ascienden los vapores que salen de la torre, en su interior está el serpentín de enfriamiento que condensa los vapores, éste tiene una altura de 25 cm de los 53 cm que tiene éste primer condensador, el diámetro exterior de la espiral es de 18 cm quedando a una distancia de las paredes del condensador de 2 cm, la tubería que forma este serpentín tiene un diámetro de 2 cm. Por la parte superior del serpentín está conectado con la tubería que proporciona el líquido enfriante (agua), éste entra por la parte superior y va descendiendo por la tubería del serpentín hasta llegar a la parte inferior donde está conectado a la tubería la cuál recibe el líquido caliente, el flujo del líquido es continuo. El segundo condensador está conectado al primero por medio de una tubería de 3.5 cm de diámetro y 5 cm de altura.

ra. El segundo condensador tiene una altura de 65 cm y un diámetro de 12 cm, por el ascienden los vapores que no fueron condensados en el primero, en su interior esta instalado el serpentín que tiene una altura de 58 cm y la espiral tiene un diámetro exterior de 10 cm, la tubería de este serpentín tiene un diámetro de 1 cm. Al igual que en el primero el líquido enfriante entra por la parte superior y desciende por el serpentín siendo desalojado en la parte inferior en la conexión de la tubería de descarga del mismo. El segundo condensador termina en su parte superior en una tubería de 3.5 cm de diámetro la cuál forma una T. La parte derecha de la misma se conecta con la tubería del sistema de vacío y pose una válvula para el control del mismo. En el centro y arriba de la T se encuentra una válvula de venteo. Hacia el lado izquierdo de ésta tubería, se recupera el líquido que pudiera llegar ahí mandandolo hacia el recolector.

1.6 ENFRIADOR

El enfriador del condensado esta paralelo al lado superior izquierdo de la torre, como ya mencionamos anteriormente el líquido condensado proveniente de la torre llega al enfriador por la parte superior y fluye por gravedad. La altura del enfriador es de 40 cm y tiene un diámetro de 12 cm, por la parte superior entra la tubería del líquido condensado, el - -

cual desciende por el enfriador através de una tubería en forma de espiral (serpentín), la tubería tiene un diámetro de 1.25 -- cm, la altura del serpentín equivale a la altura del enfriador, el diámetro exterior de la espiral es de 9 cm estando separado de las paredes del enfriador por un cm. El enfriador esta totalmente lleno del líquido enfriante (agua) y esta en continua-circulación, ya que por la parte inferior del enfriador se conecta con una tubería por la cuál fluye el líquido enfriante, - la parte superior tiene una salida para desalojar el líquido -- que circula por el exterior del serpentín, siempre se mantiene el enfriador lleno de líquido.

El líquido condensado sale del enfriador por la parte inferior desalojandose en una tubería de 3.5 cm de diámetro, esta tiene un tramo vertical de 40 cm encontrandose en el extremo una válvula la cuál controla la salida del flujo en ese punto, - es en esta parte donde se realiza el descabezado y donde se tiene la oportunidad de tomar muestras en diferentes tiempos de la destilación. Anterior a la válvula la tubería tiene un tramo horizontal el cuál forma una U la cuál se dirige hacia el recolector, esto ocurre al encontrarse cerrada la válvula.

La distancia entre el enfriador y el recolector através de esta tubería, tiene una longitud de 350 cm, y el líquido fluye através de la tubería por gravedad.

A diferencia de los condensadores, en el enfriador - - nuestro disolvente fluye através de la tubería del serpentín, - - teniendo nuestro líquido enfriante en la parte exterior. En -- los condensadores nuestro disolvente (vapor) fluye por la parte exterior del serpentín circulando en el interior el líquido enfriante.

1.7 RECOLECTOR

El producto llega al recolector por medio de una tubería proveniente del enfriador, el líquido fluye através de esta tubería por gravedad, la longitud de la misma es de 350 cm.

El recolector es un recipiente esférico con un diámetro de 50 cm, teniendo una capacidad de 60 litros, recolectando se generalmente un volumen de 35 a 50 litros, la altura del recolector es de 105 cm. Tiene colocado a $3/4$ partes de la altura de la esfera, en el frente y centrada, una boca con tapa, la cuál es utilizada para agregar substancias ó bien se utiliza para realizar el lavado interior del mismo. En la parte superior del recolector tenemos la tubería proveniente del enfriador, -- por la parte superior izquierda tenemos una abertura conectada a una tubería de 3.5 cm de diámetro y la cuál se conecta con la tubería del sistema de vacío se cuenta con una válvula para el control del mismo, anterior a ésta válvula existe un tramo vertical el cuál termina con una válvula de venteo.

El producto obtenido se descarga de éste recipiente - por la parte inferior fluyendo el líquido por gravedad. La -- parte inferior del recipiente, al igual que en el reactor, termina en una tubería de aproximadamente 3 cm de diámetro y 30 - cm de longitud, posee una válvula por medio de la cuál se controla la salida del flujo.

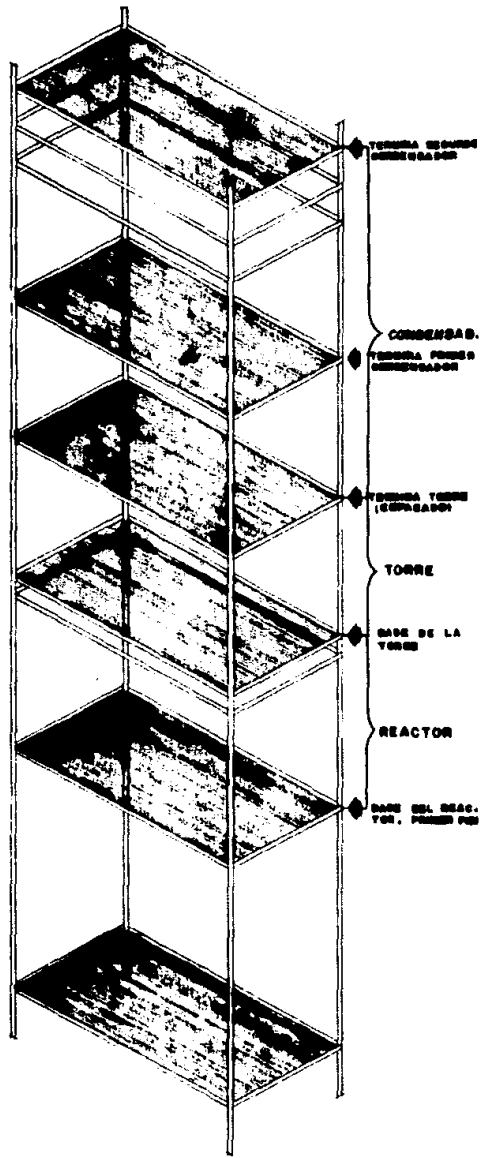
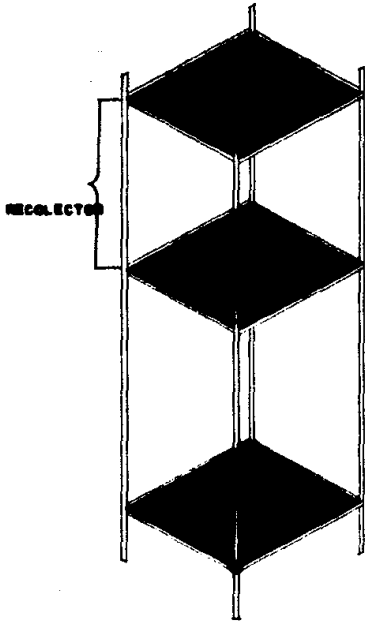
1.8 ESQUEMAS DEL EQUIPO.

Por medio de los esquemas se da una imagen objetiva - del equipo utilizado perteneciente a la planta piloto.

El primer esquema representa la estructura tubular - metálica que sirve como soporte y a la cuál están fijos las diferentes unidades que integran el equipo, las cuáles están descritas con anterioridad.

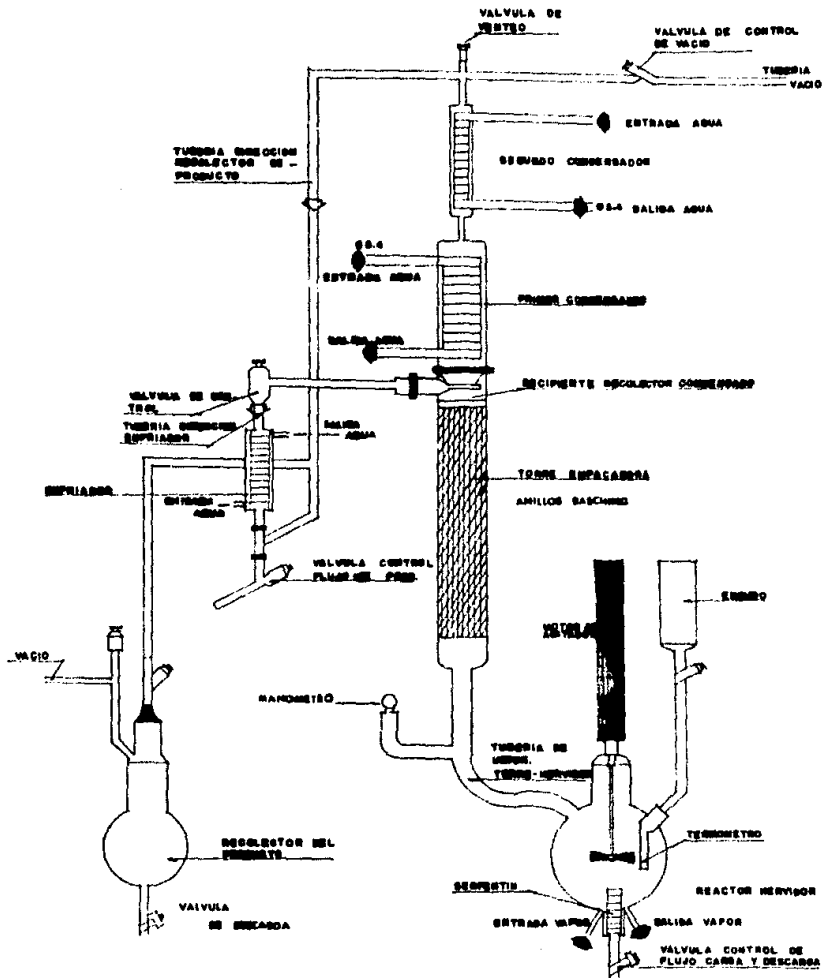
El segundo esquema es una imagen del equipo de vidrio utilizado, formado por las siguientes unidades:

Reactor y/o Hervidor S-6
Torre Empacada
Condensadores
Enfriador
Recolector



NOTA: EL DIAMETRO UTILIZADO
ES DE 6 CENTIMETROS.

INGENIERO PROFESIONAL M.L.S.A.		
SOPORTES		
ESTRUCTURA METALICA TUBULAR		
MARCO RESILES FLORES		
ESCALA 1:50	DIBUJO no.1	FECHA



TESIS PROFESIONAL		ULSA
DIAGRAMA GENERAL DEL EQUIPO		
MARIO REYES FLORES		
ESCALA No	DIBUJO No. 2	FECHA

CAPITULO II

DISOLVENTES

2.1. METANOL

2.1.1. DESCRIPCION DEL PROCESO

El proceso de purificación aplicado al metanol, con el fin de obtenerlo, grado espectro, pertenece al primer grupo de la clasificación (*), consistiendo éste en una destilación fraccionada.

Utilizando como materia prima el metanol grado indus--
trial, encontramos valiéndonos del análisis que la única impureza
presente es el agua. La mezcla binaria (Metanol - Agua) puede
ser separada utilizando ésta operación. La técnica llevada-
acabo consiste en:

- a Lavar y secar el equipo
- b Cargar en el reactor S-6 de 60 a 80 litros de Metanol grado industrial
- c Poner a funcionar el sistema de agitación
- d Dejar fluir el líquido enfriante (agua) en los condensadores y el enfriador
- e Iniciar el calentamiento dejando fluir el vapor

(*) Capítulo III Procesos de Purificación página (37)

- f Descabezar de 10 a 15 litros en función de la temperatura
- g Recolectar el producto
- h Suspender el calentamiento dejando de 10 a 15 litros de colas, en función de la temperatura
- i Descargar y almacenar el producto
- j Descargar las colas

NOTA: Realizar análisis para controlar el proceso de Materia prima, descabezado, producto intermedio y final.

El metanol que no cumpla con las especificaciones requeridas se redestila.

2.1.2. CALCULOS

2.1.2.1. Propósito

Al llevar acabo el desarrollo del presente trabajo se realizo primeramente la parte experimental de la cuál se obtuvieron una serie de datos y resultados del proceso aplicado. Posteriormente se efectuaron los cálculos teóricos los cuáles, para el Metanol, consisten en:

- a) Cálculos de Equilibrio líquido-vapor de la Mezcla Metanol-Agua
- b) Cálculo de la operación de Rectificación

Teniendo como propósito la de comprender los fenómenos que ocurren, durante el proceso aplicado, dando una adecuada interpretación a los datos experimentales, mismos que al ser comparados y completados con los teóricos permiten realizar conclusiones fundamentadas teórica y experimentalmente.

2.1.2.2. Cálculos de Equilibrio

A) Grados de libertad. Nuestro sistema en el equilibrio tiene como variables la temperatura, presión y concentración. Siendo "C" los componentes presentes y "P" el número de fases, los grados de libertad O serán: $O = C - P + 2$

Los grados de libertad son dos o sea que de las tres variables del proceso solo una puede fijarse constante. Si las variables calculables son la temperatura y la concentración la constante será la presión; en nuestro caso, la atmosférica.

B) Equilibrio de la mezcla binaria metanol - Agua. - Nuestra presión de operación permanece constante $P = 586 \text{ mmHg.}$ - Para determinar las relaciones partimos de los datos de las presiones de vapor de los componentes de la mezcla en estado puro.

TEMPERATURA

PRESIONES DE VAPOR (mmHg)

°C	Metanol	Agua
58.5	586	139
60.5	645	149.38
64.5	760	183
70.0	940	233.7
75	1150	289.1
80	1370	355.1
85	1650	433.6
90	1950	525.76
92.2	2085	586

Considerando la solución ideal, comportamiento según - lo previsto por la Ley de Raoult, calculamos las concentraciones del vapor y el líquido en equilibrio utilizando las siguientes ecuaciones:

$$\text{líquido} \quad x_1 = \frac{P - P_2^{\circ}}{P_1^{\circ} - P_2^{\circ}}$$

$$\text{vapor} \quad y_1 = \frac{P_1}{P^{\circ}} x_1$$

Siendo

- P Presión total
- P° Presión de vapor
- 1 Se refiere al metanol
- 2 Se refiere al agua

Obtenemos así los datos de equilibrio de la mezcla Metanol-Agua,

TEMPERATURA	FRACCION MOL DEL METANOL	
	x	y
C		
58.5	1.00	1.00
60.5	0.940	0.988
64.5	0.700	0.905
70.0	0.510	0.810
75.0	0.345	0.680
80.0	0.228	0.532
85.0	0.125	0.353
90.0	0.042	0.141
92.9	0.00	0.00

Con estos valores obtenemos las siguientes gráficas:

Gráfica 1 Puntos de ebullición (Graficando la temperatura contra las composiciones del líquido y vapor).

Gráfica 2 Curva de equilibrio (Graficando la composición en el líquido contra la del vapor).

NOTA: La mezcla metanol - agua no presenta un comportamiento ideal, como podemos observar en la gráfica 3, ésta presenta una desviación positiva, o sea que la presión total es mayor que la descrita por la ley de Raoult, sin -

PUNTOS DE EBULLICION

Mezcla: Metanol - Agua

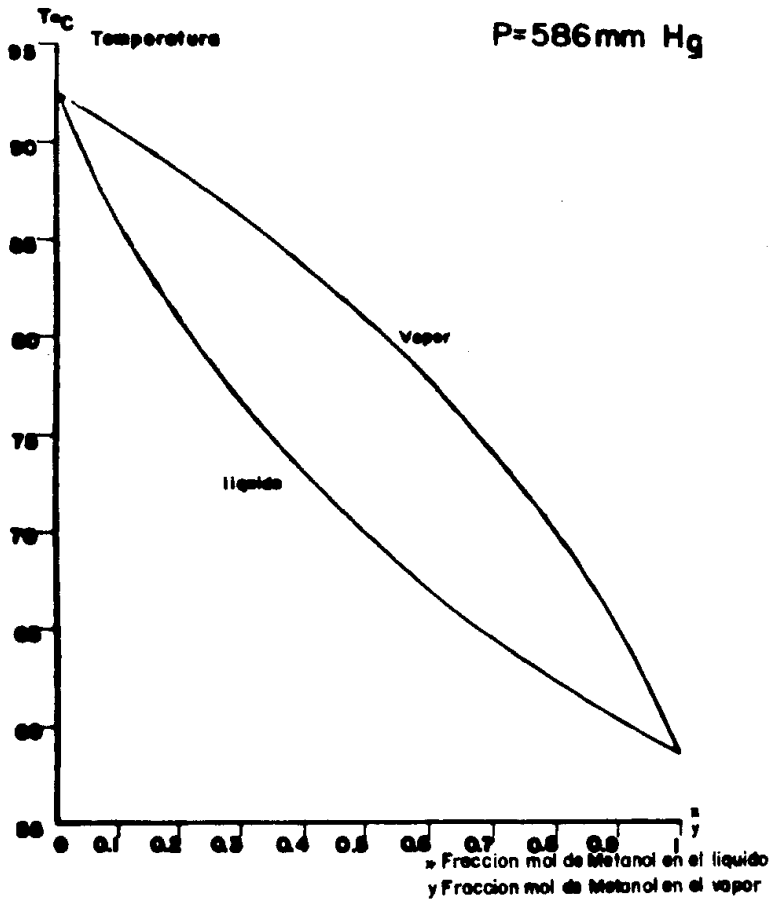
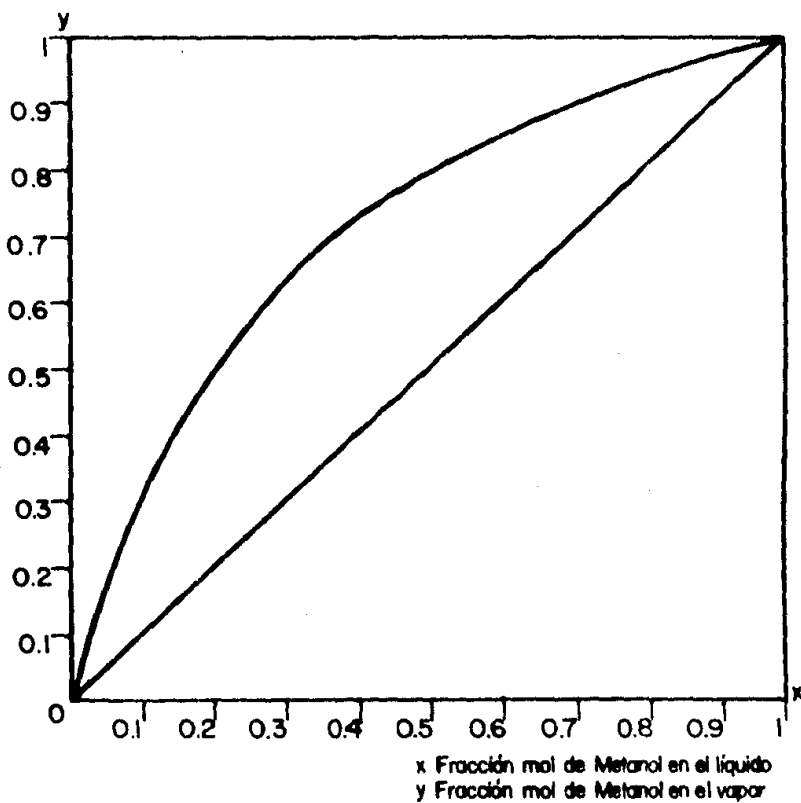


Grafico I

CURVA DE EQUILIBRIO

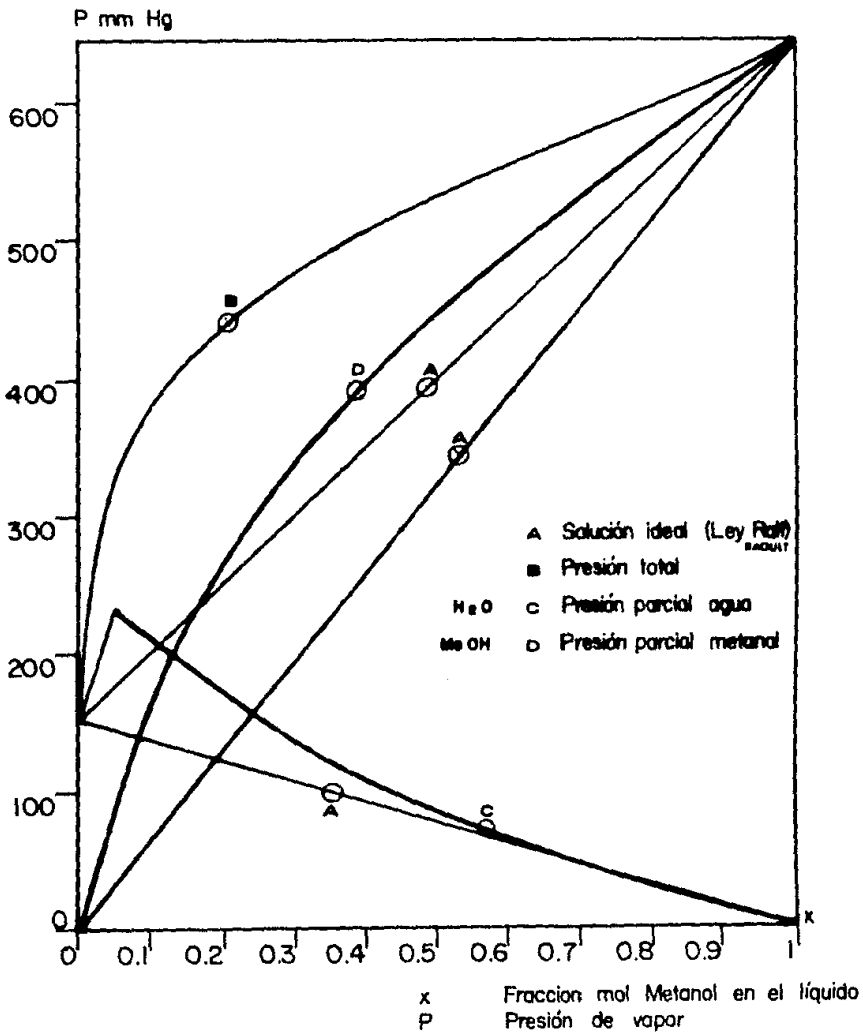
Mezcla: Metanol-Agua



Gráfica 2

DESVIACION POSITIVA

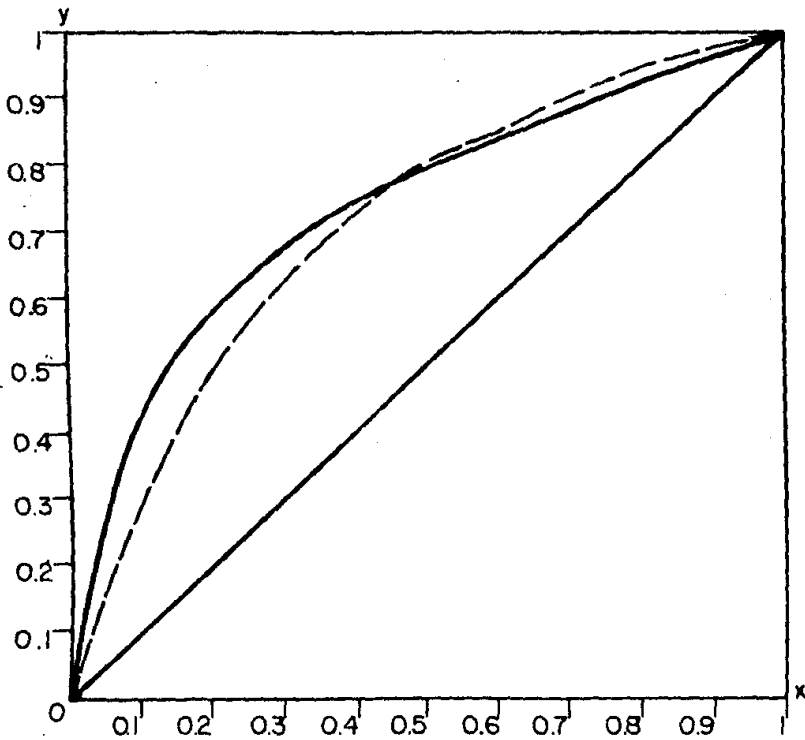
Mezcla Metanol-Agua



Gráfica 3

COMPARACION DE CURVAS DE EQUILIBRIO

Mezcla: Metanol-Agua



Gráfica 4

x Fracción mol de Metanol en el líquido
y Fracción mol de Metanol en el vapor
— Curva real
- - - Curva ideal

embargo para soluciones diluidas la desviación es mínima. La gráfica 4 nos muestra las variaciones que presenta -- nuestra curva de equilibrio ideal con respecto a la real a diferentes concentraciones.

Considerando que nuestra solución esta sumamente diluida, siendo el porcentaje de error entre los datos reales e ideales menor al 1.7%, es válido considerar que nuestra solución -- presenta un comportamiento ideal.

Siendo esto válido no solo para ésta mezcla, si no que es aplicable a otras soluciones diluidas.

2.1.2.3. Cálculos sobre la operación de Rectificación

Para llevar a cabo éstos partimos de los siguientes datos:

V	Volumen de materia prima	60 lts. Metanol industrial
d_m	Densidad de la mezcla	
d_1	Densidad del metanol	0.7924 g/ml
d_2	Densidad del agua	1.0000 g/ml
	% peso del agua	0.40
	% peso del metanol	99.60
X_1	Fracción peso del agua	0.004
X_2	Fracción peso del metanol	0.996

M Masa
N Moles

$$d_m = d_1 X_1 + d_2 X_2$$

$$d_m = (0.7924)(0.996) + (1)(0.004)$$

$$d_m = 0.7932 \text{ g/ml}$$

$$M_t = d_m V$$

$$M_t = (0.7932) \text{ g/ml} (60000) \text{ ml}$$

$$M_t = 47592 \text{ gr}$$

$$M_1 = 47592 \text{ gr} (0.996) = 47401.632 \text{ gr MeOH}$$

$$M_2 = 47592 \text{ gr} (0.004) = 190.369 \text{ gr H}_2\text{O}$$

$$N = M/PM$$

$$N_1 = (47401.632 \text{ gr}) / (32 \text{ gr/mol}) = 1481.301 \text{ mol}$$

$$N_2 = (190.369 \text{ gr}) / (18 \text{ gr/mol}) = 10.576 \text{ mol}$$

$$N_t = 1491.877$$

x_1	Fracción mol metanol	$x_1 = 0.99291$
x_2	Fracción mol agua	$x_2 = 0.00709$

Graficamos nuestra línea de equilibrio entre los valores de $x_1 = 0.99$ y $x_1 = 1.00$, en éstas concentraciones nuestra curva de equilibrio es una línea recta.

Datos Equilibrio

x	y
0.9900	0.99762
0.99200	0.998094
0.99605	0.99906
1.0000	1.0000

Para el cálculo del número de etapas teóricas utilizamos el valor experimental de la concentración del destilado $x_1 = 0.9995$ y lo determinamos graficamente como se muestra en la gráfica 5, utilizando nuestra curva de equilibrio.

Podemos también determinarlos por la ecuación de Fenske*, para la cuál tendremos un valor de la volatilidad $\alpha = 4.2$ - constante. Los dos métodos tienen el mismo resultado 2 platos teóricos.

a) Cantidad mínima de reflujo.

$$\frac{L}{V} = \frac{Y_D - Y_{wi}}{x_D - x_{wi}}$$

$$x_D = y_D = 0.9995$$

$$x_{wi} = 0.99291 \quad \text{-----} \quad y_{wi} = 0.998272$$

$$(L/V) = 0.08184$$

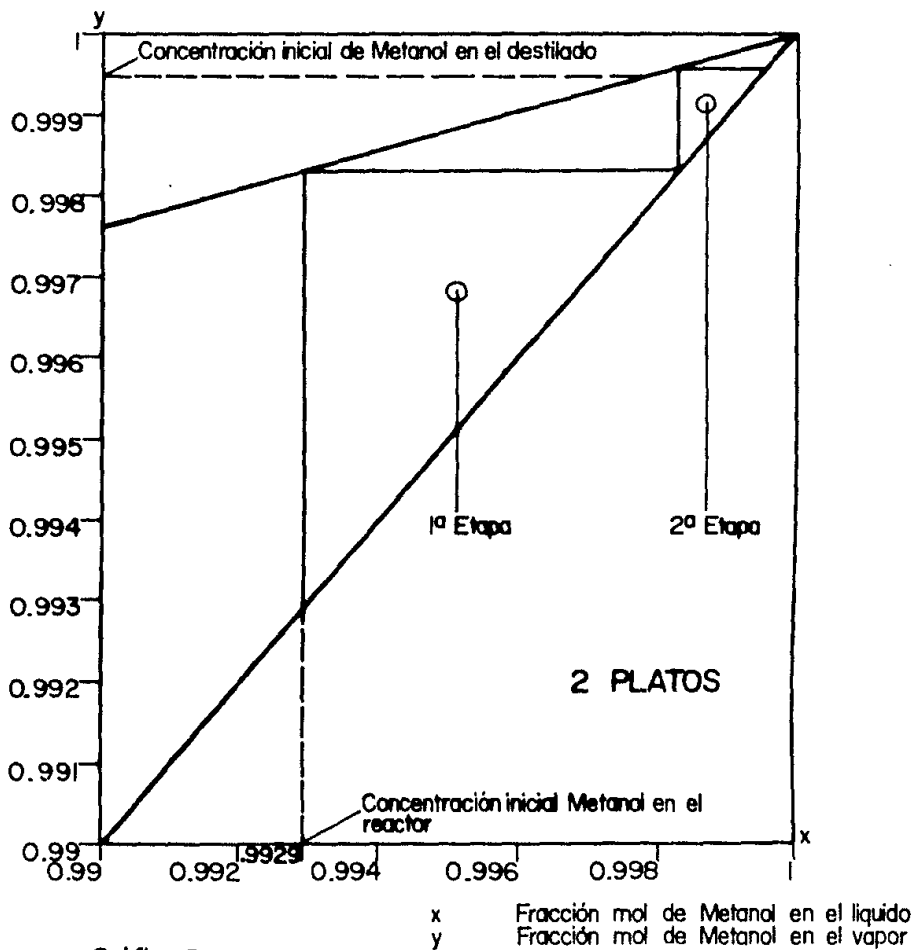
$$R = (L/V)/(1 - (L/V))$$

$$R = 0.08913$$

* referencia # 2 PAG.180

DETERMINACION DE PLATOS TEORICOS

Mezcla: Metanol-Agua



Gráfica 5

El reflujo de operación debe ser 1.5 veces el mínimo, pero en este caso se trabajó con el reflujo mínimo. La pendiente de nuestra línea de operación será $m = 0.08184$

b) Método gráfico. En nuestro diagrama de equilibrio trazamos nuestras líneas de operación que tendrán un ángulo de 4.67 grados. Obteniendo de la gráfica 6 los siguientes datos:

x_D	x_w	$x_D - x_w$	$\frac{1}{x_D - x_w}$
0.9984	0.9929	0.0055	181.81
0.9980	0.9891	0.0089	112.35
0.9975	0.9858	0.0117	85.47
0.9958	0.9766	0.0192	52.08
0.9937	0.9662	0.0275	36.36
0.9916	0.9531	0.0385	25.97

En la gráfica 7 calculamos la integral del lado derecho de la ecuación de Smoker y Rose (*), cuyo valor será el área bajo la curva.

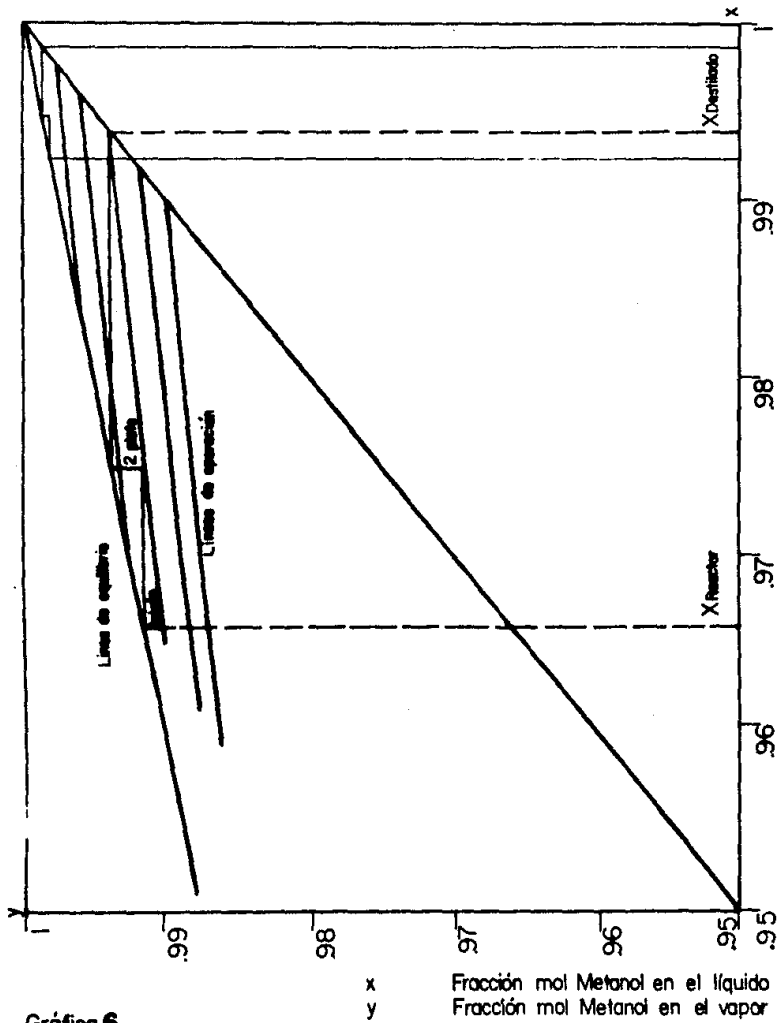
Ecuación
$$\ln \frac{W_i}{W_f} = \int \frac{dx}{x_D - x_w}$$

Para obtener nuestro metanol grado espectro, el valor del destilado promedio deberá ser $x_{prom} = 0.998$, utilizando una secuencia de tanteos podemos encontrar los resultados así obtenidos.

(*) Ver el capítulo 2 (destilación) de la parte teórica. **PAG. 34**

LINEA DE EQUILIBRIO

Mezcla Metanol-Agua

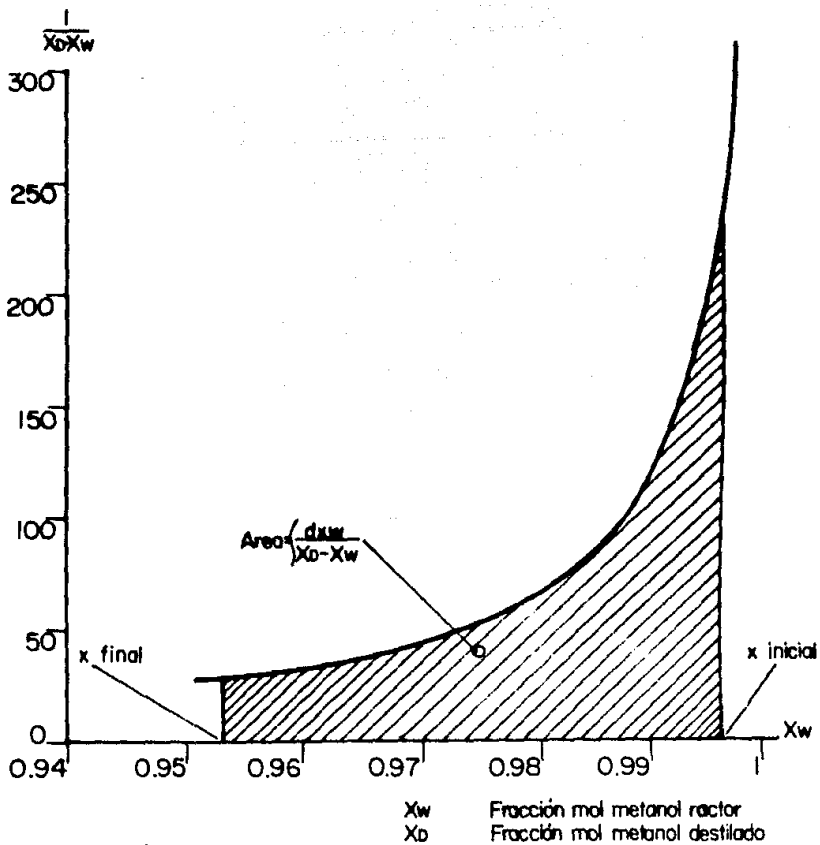


Gráfica 6

x Fracción mol Metanol en el líquido
y Fracción mol Metanol en el vapor

CALCULO DE $\int \frac{dx_w}{X_D - X_w}$

Mezcla Metanol-Agua



Gráfica 7

nemos los siguientes datos:

Area	x_{prom}
2.3438	0.9971
1.9860	0.9973
1.61	0.99734
1.33	0.9976
1.06	0.9979
0.9855	0.99800

Teniendo moles iniciales $W_1 = 1491.8$

moles finales $W_f = 556.79$

moles espectro $W_e = 935$

Por lo tanto el 62.67% de la carga de metanol la obtenemos con una pureza tal que cumple con especificaciones del grado.

2.1.3. DATOS TEORICOS Y EXPERIMENTALES

2.1.3.1. Datos Teóricos

Los datos obtenidos al realizar los cálculos teóricos, siguiendo el procedimiento ejemplificado en la sección 2.1.1.3, para la mezcla Metanol-Agua estan sintetizados en la tabla 2 .- Para la cuál damos la siguiente clave.

C L A V E

C O N C E P T O

1	Lote
2	Volumen
3	Fracción Peso de Metanol Inicial x_{W-1}
4	Fracción Peso de Agua Inicial x_{W-2}
5	Masa Metanol (gr)
6	Masa Agua (gr)
7	Masa Total
8	Moles Metanol
9	Moles Agua
10	Moles, Totales
11	Fracción Mol Metanol Inicial x_{W-1}
12	Fracción Mol Agua Inicial x_{W-2}
13	Número Etapas Teóricas (Gráfico o Fenske)
14	(L/V) Mínimo
15	Reflujo Mínimo
16	Línea Operación (Pendiente)
17	Area de la Ecuación de Smoker y Rose
18	Moles Totales Iniciales (Reactor)
19	Moles Totales Finales (Reactor)
20	Fracción Mol Promedio Destilado (Espectro)
21	Moles Obtenidos Grado Espectro
22	Porcentaje de Producción

Para dejar claro el contenido de la tabla daremos una-

CALCULOS DE LA MEZCLA

METANOL-AGUA

CLAVE

1	1	2	3	(4-12)	5	6	7	8	9	10	11	(13-14-16)	(15-21-22)
2	80	80	72	60	65	60	60	38	35	45	32	60	75
3	0,996	0,996	0,996	0,996	0,996	0,996	0,996	0,99689	0,9676	0,9975	0,9982	0,996	0,996
4	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004	0,00311	0,0024	0,0025	0,0018	0,004	0,004
5	63202	63202	56882	47402	51352	47402	47402	30042	27684	35592	25313	47402	59252
6	254	254	228	190	206	190	190	94	67	90	46	190	238
7	63456	63456	57110,4	47592	51558	47592	47592	30136	27751	35681	25369	47592	59490
8	1975	1975	1778	1481,3	1605	1481,2	1481,2	938,8	865,12	1112,2	791,34	1481,2	1851,6
9	14	14	12,6	10,5	11,44	10,5	10,5	5,2	3,72	5	2,55	10,5	13,2
10	1989	1989	1790,6	1491,8	1616,4	1491,8	1491,8	944	868,84	1117,2	793,89	1491,8	1864,8
11	0,9929	0,9929	0,9932	0,9929	0,9929	0,9929	0,9929	0,9944	0,9957	0,9955	0,9967	0,9929	0,9929
12	0,0071	0,0071	0,0068	0,0071	0,0071	0,0071	0,0071	0,0056	0,0043	0,0045	0,0033	0,0071	0,0071
13	2	1,5	2	2	2	1,5	1	2	2	2	2	2	2
14	0,0818	0,0818	0,0818	0,0818	0,0818	0,0818	0,0	0,0818	0,0818	0,0818	0,0818	0,0818	0,0818
15	0,8913	0,8913	0,8913	0,8913	0,8913	0,8913	0,0	0,8913	0,8913	0,8913	0,8913	0,8913	0,8913
16	4,67°	4,67°	4,67°	4,67°	4,67°	4,67°	0,0	4,67°	4,67°	4,67°	4,67°	4,67°	4,67°
17	0,9855	0,5305	0,9855	0,9855	0,9855	0,5305	0,3161	1,95	2,65	2,65	3,05	0,9855	0,9855
18	1989	1989	1740,6	1491,8	1616,4	1491,8	1491,8	944	868,84	1117,2	793,84	1491,8	1864,8
19	742	1170	668,3	556,79	603,3	877	1087,8	133	68	78	30	556,79	696
20	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980	0,9980
21	1247	819	1122	935	1931,1	614,8	404	811	800	1039,2	763,89	935	1168,8
22	62,69%	41,17%	62,67%	62,67%	62,67%	41,17%	27,00%	85,00%	90,00%	93,00%	95,00%	62,67%	62,67%
								R # 7	R # 6	R # 4	R # 9		

TABLA 2

CALCULOS DE LA MEZCLA
METANOL - AGUA

CLAVE

1	17	18	19	20	(25-29)	24	(26-34)	27	28	30	31	32	(33-35)
2	62	76	75	76	70	70	80	40	140	80	140	200	75
3	0.996	0.996	0.996	0.996	0.996	0.996	0.996	0.99807	0.996	0.996	0.996	0.996	0.996
4	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.00197	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004
5	49891	60045	59252	60045	55302	55302	63202	31650	110603	63202	110603	158005	59252
6	197	241	238	241	222	222	254	62	445	251	445	635	238
7	4978.4	60286	59499	60286	55524	55524	63456	31712	111048	63456	111048	158640	59499
8	1559	1976	1851.6	1876	1729.18	1729.18	1975	969	3456.3	1975	3456.3	4937.6	1851.6
9	11	14	13.2	14	12.33	12.33	14	4	24.7	14	24.7	35.3	13.2
10	1570	1890	1864.9	1890	1740.51	1740.51	1999	993	3481	1999	3481	4972.9	1864.9
11	0.993	0.9925	0.9929	0.9925	0.9929	0.9929	0.9929	0.9959	0.9929	0.9929	0.9929	0.9929	0.9929
12	0.007	0.0075	0.0071	0.0075	0.0071	0.0071	0.0071	0.0041	0.0071	0.0071	0.0071	0.0071	0.0071
13	2	2	1.5	2	1.5	1.5	1	2	1	2	1	1	2
14	0.0818	0.0818	0.0818	0.0818	0.0818	0.0818	-	0.0818	-	0.0818	-	-	0.0818
15	0.08913	0.08913	0.08913	0.08913	0.08913	0.08913	-	0.08913	-	0.08913	-	-	0.08913
16	4.67°	4.67°	4.67°	4.67°	4.67°	4.67°	-	4.67°	-	4.67°	-	-	4.67°
17	0.9855	0.9855	0.9855	0.9855	0.9855	0.9855	0.3161	2.80	0.3161	0.9855	0.3161	0.3161	0.9855
18	1570	1890	1864.8	1890	1740.5	1740.5	1989	993	3481	1989	3481	4972.9	1864.8
19	596	705	1097	1112	649.5	1023	1449	90	2537	742	2537	3625.1	649.5
20	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980	0.9980
21	984	1185	767.8	778	1091	717.5	540	905	944	1247	944	1347.8	1168.5
22	62.67%	62.69%	41.00%	41.16%	62.68%	41.22%	27.00%	90.00%	27.00%	62.69%	27.00%	27.00%	62.67%

R # 25

CONTINUACION

TABLA 2

breve descripción de la misma. El número de Lotes (clave 1) se refiere a las diferentes ocasiones en que se llevo a cabo el proceso, siendo un total de 40 ocasiones. El volumen (2), fracción peso de Metanol inicial (3) y fracción peso del agua inicial (4), son los datos de los que partimos para iniciar el balance de masa y los tomamos de los datos experimentales específicos para cada Lote: Obteniendo así la masa metanol (5), masa agua (6), masa total (7), moles metanol (8), moles agua (9), moles totales (10), fracción mol metanol inicial (11), y fracción mol agua inicial (12). Estos dos últimos datos nos determinan en que zona de la curva de equilibrio se efectúa el proceso.

Tomando el valor experimental de la fracción mol de metanol en el destilado de 0.9995 podemos calcular por método gráfico o por la ecuación de Fenske el número de etapas teóricas (13).

Posteriormente realizamos los cálculos del análisis de la rectificación siguiendo los pasos del método gráfico de Mc. Cabe - Thiele (*), obteniendo el reflujo mínimo y la pendiente de la línea de operación (14; 15; 16).

Aplicamos la ecuación de Smoker y Rose calculando el valor de la integrar gráficamente (17), que corresponde al área

(*) Método descrito en el Capítulo II (2.4.2.2)

bajo la curva de la gráfica 7.

Tenemos así los siguientes resultados.

Moles totales finales en el reactor	(19)
Fracción mol promedio del destilado,	(20)
Moles obtenidos grado espectro	(21)
Porcentaje de Producción	(22)

Acerca de los datos podemos hacer las siguientes observaciones.

a) Los volúmenes de la materia prima varían de 30 a 80 litros.

b) La materia prima que se utilizó en la mayoría de los casos poseía una fracción peso de metanol de 0.996; En otros casos hubo ligeras variaciones, el realizar redestilaciones.

c) Para fines de análisis de datos se realizaron los cálculos para lotes similares suponiendo 1; 1.5 y 2 etapas teóricas.

d) Reflujo mínimo calculado fue constante por lo que la pendiente de la línea de operación tuvo un valor constante -

de 4.67°. Por las características del equipo no se experimento-
variando el reflujo, aunque lo más apropiado hubiera sido trabaja
jar con un reflujo mayor para aumentar la transferencia de masa.

e) La fracción mol promedio del destilado es la mñi-
ma para poder considerarlo grado espectro.

f) Los porcentajes de producción aumentan al incrementa
tar el número de etapas, también observando un crecimiento al -
utilizar como materia prima una solución con una pureza mayor,-
como se observo en el caso de algunas redestilaciones.

2.1.3.2. Datos Experimentales.

Los datos experimentales obtenidos en los procesos de-
destilación realizados, aparecen sintetizados en la tabla 9 .-
Para la cuál damos la siguiente clave:

C L A V E

C O N C E P T O

0	Lote
1	Fecha
2	Volumen de Carga (lts)
3	Duración de la Carga (min)
4	Temperatura Inicial del Reactor (°C)
5	Tiempo Estabilización
6	Temperatura Estabilización (°C)
7	Duración del Descabezado (min)
8	Volumen Descabezado (Lts)
9	Temperatura Reactor Descabezado (°C)
10	Volumen Destilado (Lts)
11	Duración Descarga Destilado (min)
12	Volumen Colas (Lts)
13	Duración Descarga Colas (min)
14	Duración Destilación (min)
15	Duración del Proceso (min)

Observaciones sobre los datos experimentales:

- a) Se realiza el proceso 40 veces (0 lotes)
- b) El volumen de carga (2) varía de 30 a 80 litros, dependiendo esencialmente de esto la duración de la carga (3).
- c) La temperatura inicial en el reactor corresponde

generalmente a la ambiental variando entre 13 y 27°C.

d) El tiempo de estabilización (5) es el intervalo en tre el inicio del calentamiento hasta que se alcanza a estabili zar la temperatura de ebullición de la solución, la duración de pende de la velocidad de calentamiento, y esta varía entre 10 y 40 minutos. La temperatura de estabilización (6), que corres-- ponde a la de ebullición de la solución, se observa que casi -- permanece constante durante el proceso; aunque existen cambios-- en la misma a través del proceso, por el rango de concentración en que se trabaja estos casi son imperceptibles por el instru-- mental utilizado. Las variaciones son entre 57 y 62°C.

e) La duración del descabezado (7) depende de la velo cidad de la destilación y del volumen del desabezado (8); va-- riando la duración entre 10 y 90 minutos con rango en lo refe-- rente al volumen de entre 5 y 45 litros. Llevandose acabo gene ralmente a una temperatura de 50°C.

f) Se deja un volumen de colas (12) de 10 a 15 litros quedando el sobrante como destilado (10).

g) Como podemos observar representado en la gráfica - 9 la duración de la destilación (14) fue muy irregular, esto bá sicamente debido al flujo de vapor de calentamiento, por lo mis mo el muestreo de datos no es adecuado para en base a ellos de-- terminar un tiempo óptimo de duración de la destilación.

DATOS EXPERIMENTALES
MEZCLA METANOL - AGUA

CLAVE	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	270384	280384	290384	290384	300384	040484	100484	100484	100484	100484	110484	120484	240484	250484	260484	080584	080584	210584	210584	220584	220584
2	80	80	72	60	65.5	60	60	38	35	45	32	60	60	60	75	60	62	76	75	76	
3	30	90	35	30	30	20	30	15	5	20	14	30	30	30	25	35	35	20	30	20	
4	20	18	18	22	17	18	17	34	25	16	20	20	25	27	27	21	17	22	18	26	
5	25	25	38	25	11	10	17	55	30	12	13	19	30	20	17	21	36	15	30	15	
6	59	59	58	58	58	58	58	58	58-62	58	58	58	58	58	58	58	58	58	58	58	
7	25	30	105	60	95	98	20	16	14	36	10	29	40	43	33	33	56	23	55	25	
8	15	15	30	18	12	11	10	5	5	6	3	11	12	12	20	11	10	11	10	10	
9	52	52	58	58	58	58	58	58	62	58	58	58	58	58	58	58	58	58	58	58	
10	60	60	36	32	43.5	40	42	42	20	32	26	40	38	36	50	38	50	60	55	58	
11	10	10	20	15	25	5	10	10	5	15	10	9	8	8	10	8	14	15	5	10	
12	5	5	5	10	10	9	9	0	10	7	3	9	10	12	5	11	2	5	10	8	
13	5	5	5	5	5	9	8	5	10	10	4	5	8	3	5	6	5	3	3	2	
14	90	120	230	230	135	340	150	150	102	303	265	203	227	163	145	146	261	134	225	150	
15	135	225	290	280	195	374	198	178	122	348	293	247	273	204	185	195	315	172	270	182	

R#7 R#6 R#4 R#9 R#1

TABLA 3

DATOS EXPERIMENTALES
MEZCLA METANOL - AGUA

CLAVE	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37
0																	
1	230584	150684	180684	190684	220684	220684	250684	260684	260684	270684	280684	280684	250684	020784	050784	080884	080884
2	75	75	70	70	70	80	40	140	70	80	140	200	75	80	75	70	50
3	30	15	15	10	10	10	10	30	20	10	15	15	20	10	15	15	10
4	18	13	15	18	25	15	21	20	20	20	20	20	20	18	17	35	22
5	15	18	15	8	15	25	10	25	25	22	15	20	20	30	20	15	20
6	59	58	59	57	58	58	58	58	56	58	58	60	56	59	59	60	61
7	46	42	38	18	25	55	10	28	25	19	33	27	30	50	16	120	45
8	10	15	10	10	10	10	5	15	10	15	8	10	15	11	10	15	4
9	59	59	56	55	53	58	55	58	40	58	58	58	58	59	57	61	59
10	55	55	50	50	50	65	25	110	50	65	100	160	55	78	55	50	35
11	5	5	7	15	24	20	11	40	15	20	10	15	10	4	10	8	15
12	10	15	10	10	12	15	10	15	10	5	25	30	5	5	5	15	11
13	5	10	5	10	10	5	5	10	10	5	4	10	7	5	7	5	4
14	240	250	288	222	181	255	195	390	250	162	395	420	260	330	260	305	575
15	280	280	315	257	235	280	221		295	197	424	460	297	349	292	333	604

R#25

R-3

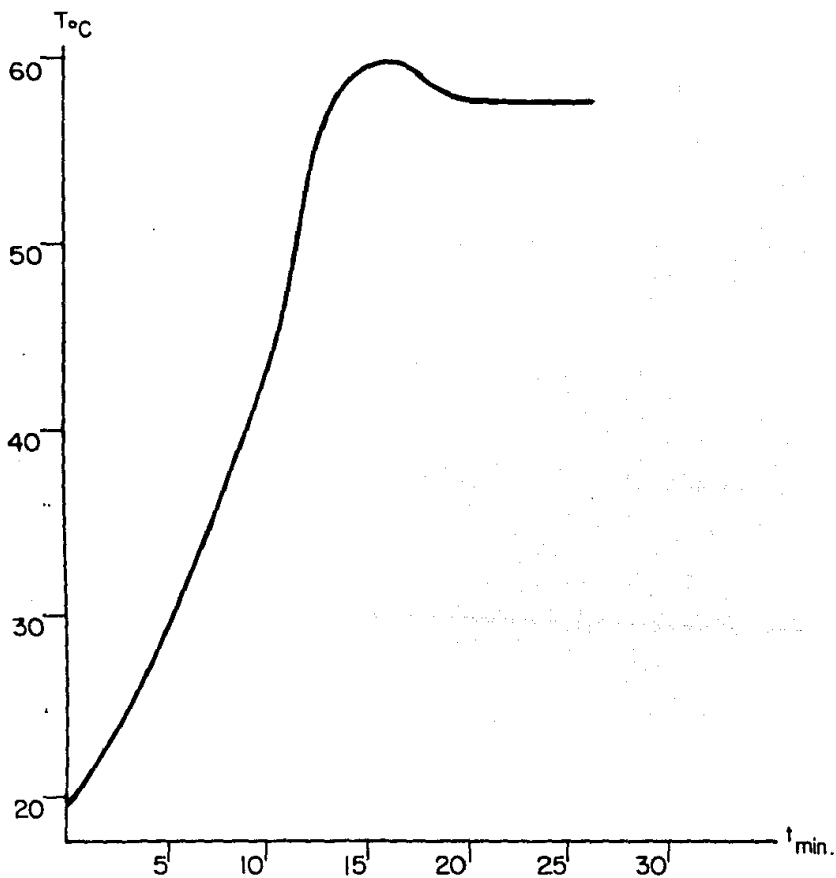
R-3

R#39

TABLA 3

CURVA ESTABILIZACION

Mezcla Metanol-Agua

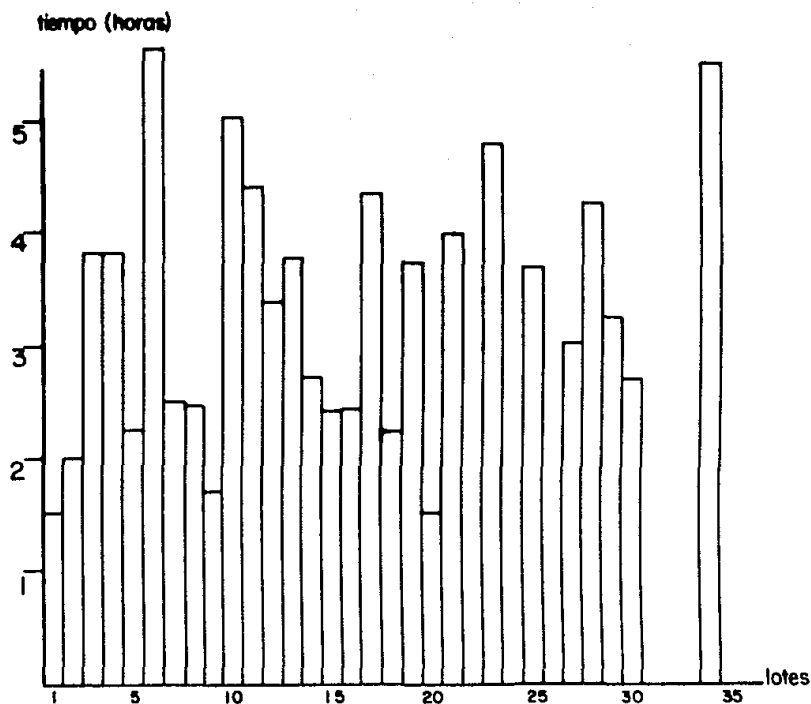


Gráfica 3

T Temperatura °C
t tiempo minutos

DURACION DE LA DESTILACION

Mezcla Metanol-Agua



Gráfica 9

2.1.3.3. Análisis

Los datos del destilado muestran que en la mayoría de los lotes, se mantienen constantes los siguientes puntos:

pH	6			
T_b	58.5 - 59	°C		
	estadístico	\bar{x}	58.62	
		σ	0.1732	
		rango	0.5	
TLC	Stándar			
	Libre de impurezas			

T_b Temperatura de ebullición

Las variaciones se presentan en las humedades

	Humedad			
Estadístico		\bar{x}	0.18	(media)
		σ	0.0818	(desviación -- Stándar)
		rango	0.22	

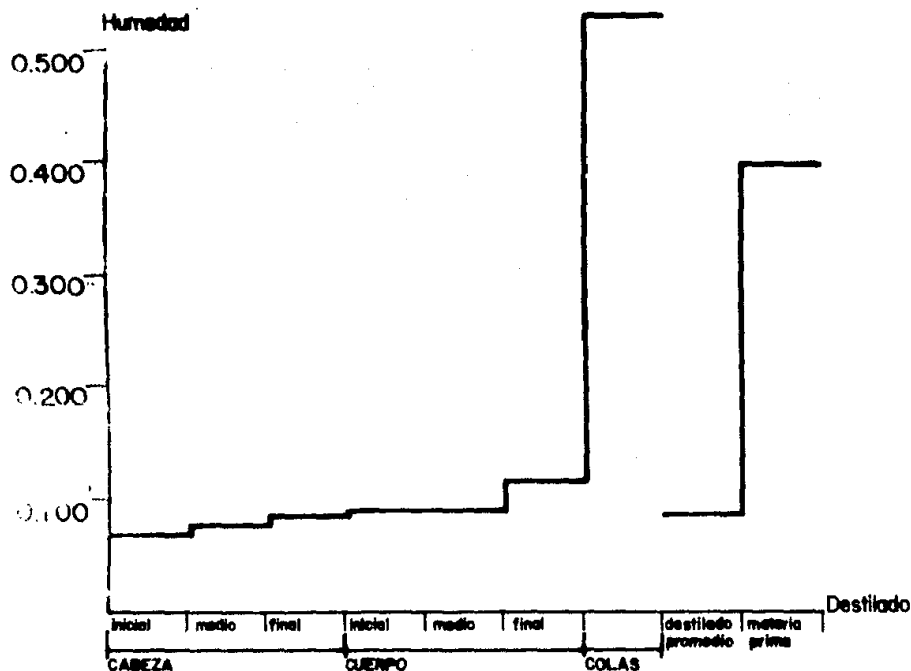
En la gráfica 10 se representa la variación de la humedad durante la destilación para la mezcla Metanol-Agua. Se observa que en la cabeza y la parte inicial del cuerpo es donde -

se obtiene el Metanol grado espectro. Conforme avanza la destilación el contenido de humedad en el hervidor aumenta y por ende aumenta el contenido de humedad en el destilado, característico de un proceso intermitente.

En la gráfica 11 representamos la humedad promedio del destilado en los diferentes lotes que se realizaron experimentalmente para la Mezcla Metanol-Agua: Se observa que existen muchas diferencias esto provocado por la relación de volumen, entre las cabezas el cuerpo y las colas. También en algunos casos por fallas en el equipo o en la operación del mismo.

VARIACION DE HUMEDAD DURANTE LA DESTILACION

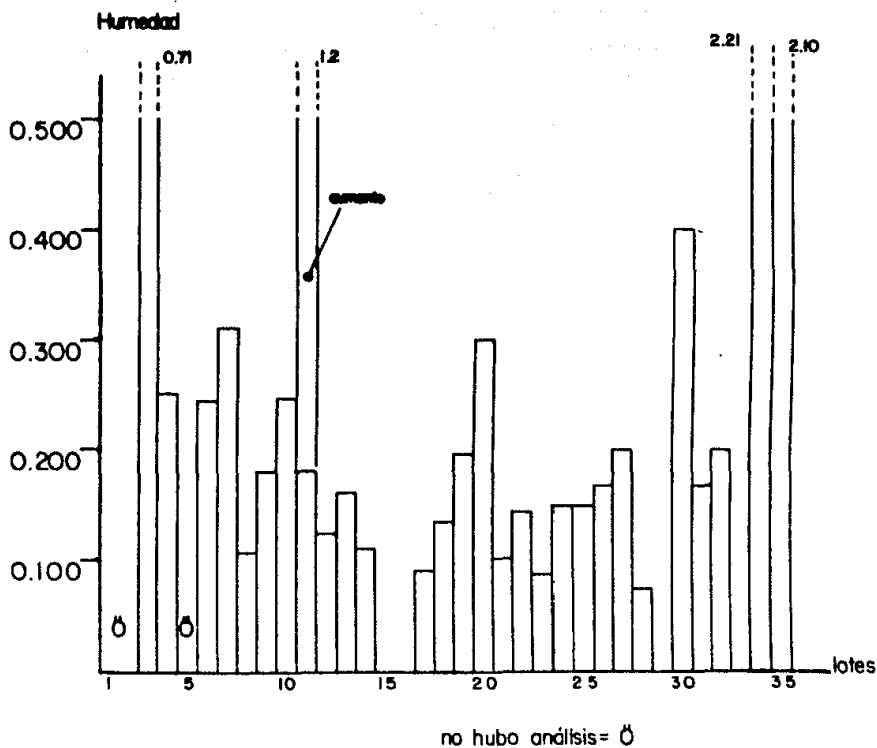
Mezcla Metanol-Agua



Gráfica 10

HUMEDAD DEL DESTILADO

Mezcla Metanol-Agua



Gráfica 11

2.2 BENCENO

2.2.1. DESCRIPCION DEL PROCESO

El proceso de purificación aplicado al benceno, con el fin de obtenerlo grado espectro, pertenece al tercer grupo de la clasificación,^(*) consistiendo éste en un tratamiento químico y una destilación.

Utilizando como materia prima el benceno grado industrial encontramos, valiendonos del análisis, que presenta tiofeno como principal impureza, para eliminar éste se realiza un tratamiento químico con ácido sulfúrico. Terminado el tratamiento y debido a los lavados realizados en el mismo el contenido de agua en el benceno es superior al especificado, por tanto para reducir el contenido de humedad realizamos una destilación.

La técnica llevada acabo consiste en:

- a Lavar y secar el equipo
- b Cargar de 60 a 80 litros de benceno grado industrial en el reactor S - 6

(*) Capítulo III Proceso de Purificación página (37)

TRATAMIENTO QUIMICO

- c Reacción Tiofeno y ácido sulfúrico
- c1 Carga en el embudo 5 litros ácido sulfúrico
- c2 Poner a funcionar el sistema de agitación
- c3 Dejar fluir lentamente el ácido sulfúrico del embudo hacia el reactor (1)
- c4 Mantener el reactor con agitación constante de 10- a 15 minutos, tiempo en que se lleva acabo la reacción (2)
- c5 Suspender la agitación
- c6 Dejar reposar la solución 10 minutos (3)
- c7 Formadas las dos fases líquidas se desecha la capa inferior (4)
- d Lavado del benceno
- d1 Cargar en el embudo 15 litros de agua

-
- (1) El H_2SO_4 debe agregarse lentamente para evitar una reacción violenta, al agregarlo la solución inicialmente incolora adquiere una tonalidad blanca.
 - (2) Se observa tonalidad amarilla, lo que indica la presencia de tiofeno en la solución.
 - (3) Reacción ligeramente exotérmica $T = 30^\circ C$
 - (4) De las dos capas existentes, la superior es la del benceno el cuál presenta un color verdoso. La fase inferior la cuál se desecha esta formada por el ácido sulfúrico y el ácido 2 tiofensulfónico producto de la reacción, ésta capa es de color gris oscuro.

- d2 Prender el sistema de agitación
- d3 Dejar fluir el agua del embudo hacia el reactor
- d4 Mantener agitación constante durante 15 minutos para un lavado efectivo (5)
- d5 Suspender agitación
- d6 Dejar reposar la solución 15 minutos
- d7 Formadas las dos fases desechar la inferior (6)

--- DESTILACION (7)

- c Prender sistema de agitación
- f Dejar fluir el líquido enfriante (agua) en los condensadores y enfriador
- g Iniciar calentamiento dejando fluir el vapor
- h Descabezar de 10 a 15 litros en función de la temperatura
- i Recolectar el producto
- j Suspender calentamiento dejando 10 litros de colas en función de la temperatura
- k Descargar y almacenar el producto
- l Descargar y almacenar colas

-
- (5) Solución color blanco
 - (6) Las dos capas formadas se separan, la inferior contiene el agua de lavado y la superior el benceno.
 - (7) Debemos antes de realizar la destilación verificar que sólo exista una fase líquida, esto con el fin de evitar el azeotropo.

Para control del proceso se realiza análisis de:

Materia Prima: Benceno grado industrial

Benceno Tratado: Después del tratamiento químico se --
analiza el benceno, si presenta tiofe
no se repite el tratamiento.

Producto: Se verifica si el contenido de agua -
cumple las especificaciones del grado
espectro.

2.2.2. CALCULOS

2.2.2.1. Propósito

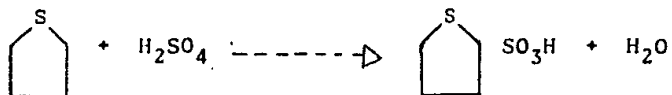
ASí como para el metanol, después de haber llevado aca
be primeramente la parte experimental, el propósito de los cálcu
los es el de comprender el proceso aplicado, dando una adecuada
interpretación de los datos experimentales mismos que conjunta-
dos con los teóricos nos permitiran sacar conclusiones fundamen
tadas teórica y experimentalmente.

Para el benceno los cálculos se enfocan a :

- a) La eliminación de los tiofenos.
- b) La eliminación de agua.

2.2.2.2. Eliminación de Tiofenos

Se realiza el tratamiento químico agregando ácido sulfúrico, llevándose a cabo la siguiente reacción:



El producto de esta reacción es el ácido 2 tiofensulfónico el cuál es soluble en ácido sulfúrico y se separa del benceno fácilmente ya que se forman 2 fases insolubles en el reactor. En base a la estequiometría de la reacción calculamos la cantidad de ácido sulfúrico necesario para que reaccione con el tiofeno presente en el benceno, la cantidad de tiofeno presente en la solución es muy pequeña y se puede expresar en ppm.

Tiofeno	PM 132	Gr/grmol	$\rho = 1.074$	gr/ml
H ₂ SO ₄	PM 98	gr/grmol	$\rho = 1.83$	gr/ml

gr Tiofeno	gr H ₂ SO ₄	ml Tiofeno	ml H ₂ SO ₄
1.074	0.7973	1	0.435
5.37	3.9868	5	2.214
10.74	7.9736	10	4.35
53.7	39.86	50	21.78

El volumen teórico necesario de ácido sulfúrico para las cantidades supuestas de tiofeno es menor a 1 litro, por lo-

que utilizando un volumen de 5 a 10 litros del mismo sera suficiente para llevar acabo la reaccion y formar las dos fases, la del benceno (capa superior) y la del ácido 2 tiofensulfónico diuelto en el ácido sulfúrico.

2.2.2.3. Cálculos Referentes a la Eliminación del Agua

Una vez eliminado el tiofeno presente en el benceno, se debe eliminar la humedad del mismo, ésta puede ser un poco elevada debido a los lavados efectuando en el tratamiento químico analizamos por tanto:

2.2.2.3.1. Solubilidad de la Mezcla Benceno-Agua

Tabla de solubilidad de agua en benceno.

g mol	T ° C
0.2606	22.7
0.3674	30.5
0.5041	40.6
0.5153	41.9
0.6064	45.9
0.6902	51.9
0.7211	53.2
1.121	67.2
1.302	73.2

% peso	T ° C
0.024	5
0.034	9.5
0.041	14.5
0.060	22.5
0.082	32
0.102	40
0.181	56
0.251	67.5
0.300	73

El benceno grado espectro especifica una humedad máxima de 0.05 % peso. Observando la tabla sabemos que a temperatura ambiente de aproximadamente 25°C la solubilidad de agua en benceno es 0.07% en peso. Después del tratamiento aplicado a los tiofenos nuestra temperatura puede ser un poco superior, dejando enfriar hasta ésta temperatura y teniendo solo una fase la cantidad de agua a eliminar es pequeña y lo podemos realizar mediante una destilación.

2.2.2.3.2. Equilibrio Vapor-líquido de la Mezcla Benceno Agua

a) Análisis del Azeótropo

Analizaremos primeramente si nuestra mezcla Benceno - Agua al destilarla llegara al punto azeotrópico, lo cuál nos --

evitaría llevar a cabo la separación utilizando este proceso.

Sabemos que:

Benceno Punto ebullición	T = 80.2 °C
Azeotropo Punto ebullición	T = 69.25 °C
Azeotropo presente a	8.83 % peso.

Por los datos anteriores y los de solubilidad se deduce que el azeotropo se presenta cuando existen 2 fases (benceno agua). Nuestra mezcla posee una concentración superior al punto azeotrópico. Debido a que es un azeotropo de punto de ebullición mínimo (presenta una desviación positiva), al tener nuestra mezcla con una concentración superior a la azeotrópica al destilar obtendremos en el vapor una solución con mayor cantidad de agua (tendencia al azeotropo), quedándonos en el líquido una mayor concentración de benceno.

Suponiendo que después del tratamiento tenemos 100 litros de benceno conteniendo 0.07 % peso de agua, debemos reducir la concentración de agua a un 0.05 % peso por lo menos.

Volúmen 100 litros	$\bar{\rho}$ solución = 0.8733 gr/ml
Masa de la solución	= (0.8733) (100000) = 87330 gr.
Agua en solución	= (87330) (0.0007) = 61.131 gr
Agua en solución grado espectro	= (87330) (0.0005) = 43.66 gr
Agua eliminada	17.46 gr. \approx 20 ml

Por lo que con una destilación simple podemos eliminar esta cantidad misma que saldra en la cabeza de la destilación.

Tipo de diágramas que presenta la mezcla binaria agua-benceno.

A Punto azeotropico

$$x = 0.7043$$

B Punto azeotrópico

$$T = 69.25^{\circ}\text{C}$$

C Punto ebullición H_2O

$$T = 100^{\circ}\text{C}$$

D Punto ebullición C_6H_6

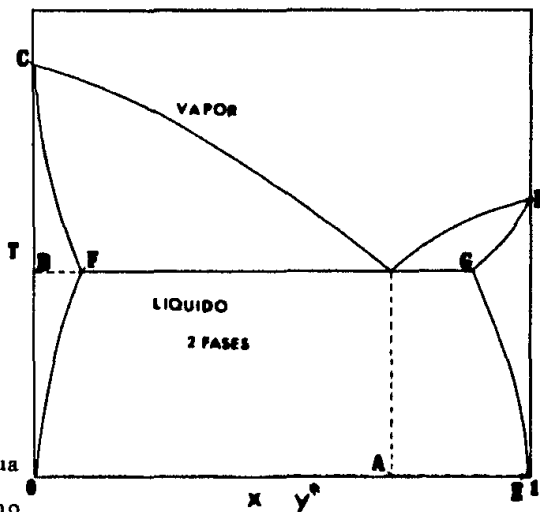
$$T = 80.2^{\circ}\text{C}$$

E Nuestra Mezcla

$$x = 0.996973$$

F Solubilidad Benceno en Agua

G Solubilidad Agua en Benceno



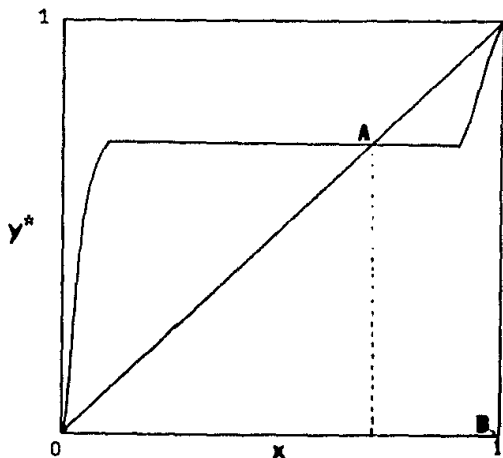
Curva de puntos de ebullición
desviación positiva de la
idealidad. Benceno - agua.

y^* Fracción mol del vapor

x Fracción mol del líquido

T Temperatura

- A** Punto azeotrópico
x = 0.7043
- B** Nuestra mezcla
x = 0.996973
- x Fracción mol líquido
- y^o Fracción mol vapor



Curva de equilibrio

b) Cálculo de la línea de equilibrio entre la fase vapor - líquido para la mezcla Benceno - Agua.

Estos compuestos presentan una desviación positiva tan grande del ideal que no se disuelven completamente en el estado líquido por lo que presentan límites de solubilidad, siendo en la mayoría de las mezclas inmiscibles.

En el rango de composiciones donde los líquidos son -- completamente insolubles, la presión de vapor de cualquiera de los compuestos no puede ser modificada por la presencia del -- otro. La presión de vapor de cada uno, sumadas, ejercen una -- presión de vapor verdadera a la temperatura predominante, a la -- cuál la mezcla hierve.

La temperatura de ebullición de la mezcla en la zona - que presenta dos líquidos insolubles, corresponde a la suma de las presiones de vapor de los componentes puros, cuando ésta alcanza la presión atmosférica 586 mmHg. Así tenemos:

t (°C)	P° agua (mmHg)	P° benceno (mmHg)	P _T = P _a + P _b (mmHg)
7.6	7.8300	40	47.8300
15.4	13.0523	60	73.0523
26.1	25.3516	100	125.3516
42.2	61.6020	200	261.6020
60.6	153.5410	400	553.5410
61.95	165.70	420.298	586.00
73.00	265.234	586	851.234

La temperatura de ebullición de la mezcla inmisible - es 61.95°C.

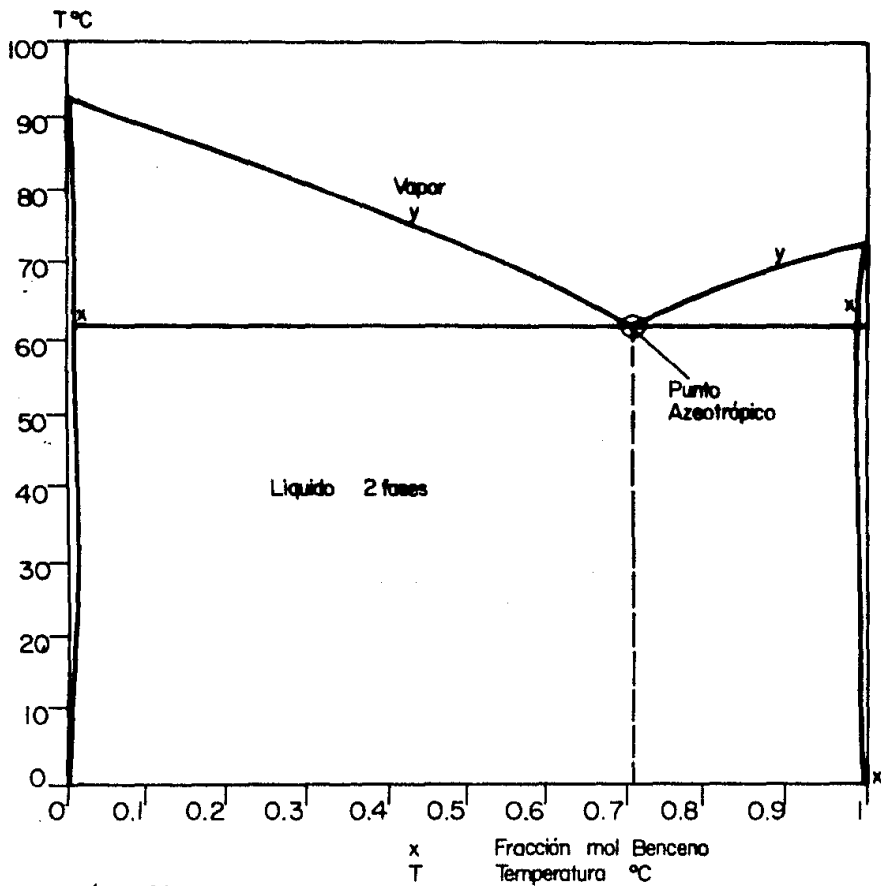
La composición del vapor $Y = (P_a/P_t)$ $Y = 0.7093$.

El límite de solubilidad del agua en benceno es $x=0.990$ y tomando en cuenta que la solubilidad de los líquidos se presenta en soluciones sumamente diluidas, tanto en el diagrama de puntos de ebullición como en la curva de equilibrio consideramos como rectas las curvas que salen de los puntos que marcan los límites de solubilidad.

TEMPERATURAS DE EBULLICION

Mezcla Benceno-Agua

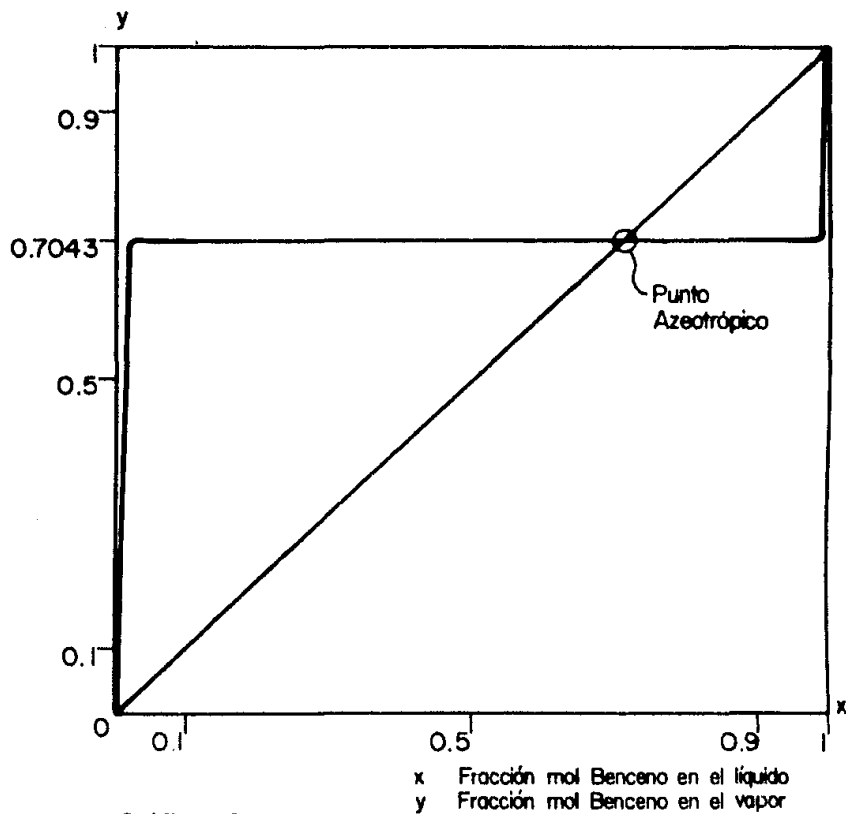
P=586 m Hg



Gráfica 12

CURVA DE EQUILIBRIO

Mezcla: Benceno-Agua



Gráfica 13

Así se muestra en la gráfica 13 la curva de equilibrio de la mezcla Benceno - Agua la cuál presenta un azeotro. En la gráfica 12 se presenta la curva de temperatura de ebullición para ésta mezcla y se observa que en la mayoría del intervalo - concentraciones se presentan 2 fases insolubles localizando en la misma el punto azeotrópico.

c) Cálculo de la Destilación Diferencial.

Una vez obtenida la curva de equilibrio, podemos realizar los cálculos de la operación diferencial utilizando la ecuación de Rayleigh. Los datos de equilibrio los obtenemos de la gráfica de curva de equilibrio.

La ecuación de Rayleigh es la siguiente:

$$\ln \frac{F}{W} = \int_{X_F}^{X_W} \frac{X_W}{y - x} dx$$

- donde:
- F moles iniciales en el hervidor
1120.65 moles (100 litros)
 - x_F fracción mol benceno, inicial
 $X_F = 0.99697$
 - W moles finales en el hervidor (grado espectro)
 - X_W fracción mol de benceno residual (grado espectro)
 $X_W = 0.9987$

De esta forma obtenemos W y sabremos la cantidad de líquido que tendremos que destilar para eliminar la cantidad suficiente de agua, quedandonos en el residuo benceno grado espectro.

La integración del lado derecho de la ecuación de Rayleigh se lleva acabo gráficamente con $1/(x-y^*)$ como ordenada - contra X como abcisa y determinando el área bajo la curva entre los límites indicados, esta la representamos en la gráfica 14.

Datos de equilibrio

X	y*	x - y*	$\frac{1}{x - y^*}$
0.990	0.7093	0.2807	3.5625
0.992	0.7674	0.22456	4.4531
0.994	0.8255	0.16846	5.9361
0.996	0.88364	0.11236	8.89996
0.998	0.94178	0.05622	17.7372
0.999	0.97085	0.02815	35.5239
1.000	1.00000	0.00	

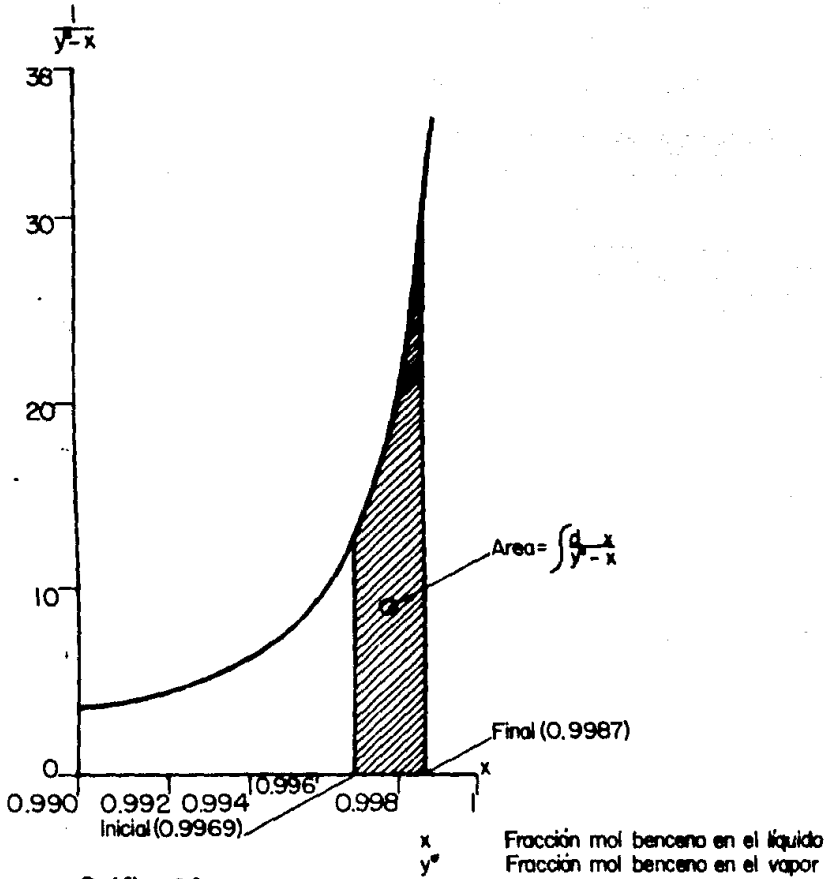
de gráfica 14 $\int \frac{dx}{y-x} = 0.03261$

$\ln(F/W) = 0.03261$

$W = 1084.693$ moles

DETERMINACION DE $\int \frac{dx}{y-x}$ DE LA ECUACION DE RAYLEIGH.

Mezcla: Benceno-Agua



Gráfica 14

La composición compuesta del destilado $Y_{D,pr}$ puede de terminarse mediante un sencillo balance de materia:

$$F x_F - W x_W = D y_{D,pr}$$

$$F - W = D$$

$$D = 1120.65 - 1084.693$$

$$D = 35.95 \text{ moles}$$

$$Y_{D,pr} = \frac{F x_F - W x_W}{D}$$

$$Y_{D,pr} = \frac{1120.65 (0.99697) - 1084.693 (0.9987)}{35.95}$$

$$Y_{D,pr} = 0.945$$

El agua contenida en el destilado es:

$$\text{moles agua} = 35.95 (1-0.945)$$

$$\text{moles agua} = 1.97725$$

$$\text{gramos agua} = 35.59$$

Por lo tanto el agua eliminada son 36 mililitros.

2.2.3. DATOS TEORICOS Y EXPERIMENTALES

2.2.3.1. Datos Teóricos

Los datos obtenidos al realizar los cálculos teóricos-
están sintetizados en la tabla 4 .

De la tabla anterior podemos hacer las siguientes ob-
servaciones:

a) Los datos de los cuáles partimos para realizar los cálculos son datos experimentales, obtenidos de cada uno de los 20 lotes que se realizaron. Los volúmenes de éstos variaron de 50 a 100 litros utilizando en el último lote experimentado 200-litros. Para lotes cuyos volúmenes de carga eran superiores a-80 litros se utilizó un equipo de destilación sencilla de mayor capacidad.

b) La fracción mol de Benceno inicial es 0.99697, con éste valor como dato calculamos masa benceno, masa agua, masa - total, moles de benceno, moles de agua y moles totales.

c) La fracción mol de benceno residual es 0.9987 que-
corresponde al benceno grado espectro; con los datos anteriores
y aplicando la ecuación de Rayleigh obtenemos moles finales en-
el hervidor y realizamos el balance de materia del proceso, - -

análogamente a como se realizó en el ejemplo numérico de los cálculos de destilación diferencial (2.2.2.3).

d) Después de la destilación se obtiene una producción superior al 80% de Benceno grado espectro, teniendo en el destilado una concentración promedio de 0.94476.

2.2.3.2. Datos Experimentales

Los datos experimentales obtenidos en los procesos -- realizados, aparecen sintetizados en la tabla. Para la cual damos la siguiente clave:

Clave	Concepto
0	Lote
1	Fecha
2	Volumen de carga (lts)

C A L C U L O S
MEZCLA BENCENO-AGUA

NOTE(s)	1-2-3-4-	5-6-7-8-11 13-16	9-12	10	15-17	19	20
Volumen Inicial Lts.	75	75	60	50	80	100	200
Fracción mol. ini- cial Xf	0.99697	0.99697	0.99697	0.99697	0.99697	0.99697	0.99697
Masa benceno grs.	65451.65	61088.2083	52361.3214	43634.4346	69815.0952	87268.8690	174537.7280
Masa agua grs.	45.85	42.7917	36.6786	30.5665	48.9048	61.1310	122.2620
Masa Total grs.	65497.50	61131.0	52398.00	43665.0	69864.00	87330.	174660
Moles benceno	837.942	782.0792	670.3536	558.628	893.8048	1117.2560	2234.5121
Moles agua	2.547	2.3773	2.0377	1.69813	2.7169	3.3962	6.7923
Moles totales	840.489	784.4565	672.3913	560.326	896.5219	1120.6522	2241.3044
Fracción mol final Xw	0.9987	0.9987	0.9987	0.9987	0.9987	0.9987	0.9987
Moles Finales W	813.5288	759.2935	650.8230	542.2109	867.7641	1084.7051	2169.4102
Moles benceno	812.4712	758.3064	649.9770	541.6475	866.6360	1083.2950	2166.5899
Moles Agua Finales.	1.0576	0.9871	0.8460	0.7050	1.1281	1.4101	2.8203
Masa benceno final grs.	63462.1254	59231.3129	50769.7035	42308.086	67692.9380	84616.1725	169232.3371
Masa agua final grs.	19.0368	17.7669	15.2288	12.6912	20.3064	25.3825	50.7650
Masa total final grs.	63481.1622	59249.0718	50784.9323	42320.7775	67713.2443	84641.5510	169283.1021
Volumen D							
Espectro lts.	72.691	67.8450	58.1529	48.46075	77.5372	96.9215	193.843
Destilado moles D.	26.9602	25.163	21.5683	17.97356	28.7578	35.9471	71.8942
Composición pro- medio Yw	0.94476	0.94476	0.94476	0.94476	0.94476	0.94476	0.94476
Moles agua ele- mentar.	1.48928	1.3900	1.19143	0.99285	1.58858	1.9857	3.9734
Ml agua elimina- dos.	26.8070	25.020	21.4457	17.8715	28.5944	35.743	71.88

TABLA 4

- Tratamiento Químico
- 3 Volumen de H_2SO_4 (lts)
- 4 Tiempo reacción (min)
- 5 Tiempo de reposo y separación de las fases - -
(min)
- 6 Volumen H_2O lavado (lts)
- 7 Tiempo de lavado (min)
- 8 Tiempo de reposo y separación de las fases - -
(min)
- 9 Tiempo espera resultado de análisis (min)
- 10 Número de veces que se realiza el tratamiento-
químico
- Destilación
- 11 Duración de la carga (min)
- 12 Temperatura inicial del reactor ($^{\circ}C$)
- 13 Tiempo estabilización (min)
- 14 Temperatura estabilización ($^{\circ}C$)
- 15 Duración del descabezado (min)
- 16 Volumen descabezado (lts)
- 17 Temperatura reactor en el descabezado ($^{\circ}C$)
- 18 Volumen del destilado (lts)
- 19 Duración descarga del destilado (min)
- 20 Volumen colas
- 21 Duración descarga de colas (min)
- 22 Duración tratamiento Químico (min)
- 23 Duración destilación (min)
- 24 Duración del proceso (min)

DATOS EXPERIMENTALES
PROCESO DE PURIFICACION DE BENCENO

CLAVE

0	1	2	3	4	5	6 R*	6	7	8	9
1	9/V/84	10/V/84	11/V/84	17/V/84	25/V/84	29/V/84	29/V/84	30/V/84	30/V/84	31/V/84
2	75	75	75	75	70	30	70	70	71	60
3	5	5	5	5	5	--	5	5	5	5
4	10	10	15	15	15	--	15	15	15	15
5	10	10	10	10	10	--	10	10	10	10
6	15	15	15	15	15	--	15	15	15	15
7	10	10	10	15	15	--	15	15	15	15
8	10	10	10	10	10	--	10	10	10	10
9	20	20	20	20	20	--	20	20	20	20
10	5	3	2	3	3	--	3	3	3	3
11	20	30	25	30	15	10	15	15	15	15
12	15	24	25	19	24	21	26	15	22	30
13	40	26	23	35	30	18	25	18	49	25
14	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72
15	46	20	53	81	25	13	17	17	35	15
16	15	15	15	10	10	2	10	10	15	10
17	72	72	72	73	72	74	72	72	72	72
18	54	55	48	56	50	20	50	40	52	40
19	7	8	15	5	13	25	15	10	5	30
20	6	5	12	9	10	8	10	10	4	10
21	5	5	5	5	5	2	5	5	2	5
22	220	140	110	170	170	--	170	170	170	170
23	232	150	245	390	213	92	165	142	161	130
24	452	290	355	580	383	92	335	312	331	300

TABLA 5

DATOS EXPERIMENTALES
PROCESOS DE PURIFICACION BENCENO

CLAVE	10	11	12	13	15	16	17	18	19	
0										
1	31/V/84	1/VI/84	13/VI/84	14/VI/84	19/VI/84	20/VI/84	21/VI/84	21/VI/84	21/VI/84	21/VII/84
2	50	70	60	70	80	70	80	68	100	200
3	5	5	5	5	5	5	5	5	10	15
4	15	15	15	15	15	15	15	15	20	20
5	10	10	10	10	10	10	10	10	15	15
6	15	15	15	15	15	15	15	15	20	25
7	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
8	10	10	10	10	10	10	10	10	15	15
9	20	20	30	30	20	30	30	30	30	30
10	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3
11	10	10	10	15	10	7	15	10	10	20
12	20	24	18	18	24	30	20	28	22	30
13	13	20	25	29	35	15	19	20	15	40
14	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72
15	27	31	20	18	23	25	17	14	18	18
16	5	10	10	10	20	15	20	12	20	20
17	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72
18	40	50	46	56	50	45	65	43	60	140
19	15	10	15	20	10	7	10	15	10	10
20	5	10	4	4	10	10	15	10	10	20
21	5	7	5	15	10	5	5	5	5	5
22	165	165	165	165	110	165	165	165	270	270
23	125	207	164	246	240	153	222	185	220	425
24	290	372	329	411	350	318	387	350	490	695

TABLA 5

Observaciones sobre los datos experimentales:

a) El proceso se realizo en 20 ocasiones diferentes- (lotes). Ocupando volúmenes de carga que variaban entre 50 y- 80 litros utilizando en los dos últimos lotes volúmenes de 100 y 200 litros respectivamente.

b) Los volúmenes de ácido sulfúrico (3) utilizados - para realizar el tratamiento químico fueron de 5 litros para - lotes cuyo volumen de carga era inferior a 90 litros, y de 10- litros para volúmenes de carga mayores. El tiempo que se deja ba reacciona (4) fue de 15 a 20 minutos, realizando posterior- mente la separación de las fases insolubles y los lavados de - la solución contenida en el reactor.

La experiencia muestra que se debe repetir 3 veces el tratamiento químico (10) para lograr la eliminación completa - de los tiofenos.

d) Después de efectuado el tratamiento químico la -- temperatura en el reactor (12) corresponde generalmente a la - ambiental y varía entre 15 y 30°C.

e) El tiempo (13) que se requiere para que la mezcla alcance su temperatura de ebullición (14) varía de 10 a 40 mi- nutos, en función de la velocidad de calentamiento, y la tempe

ratura de estabilización es de 72°C.

f) En la tabla se dan datos referentes a la cabeza - cuerpo y cola de la destilación descabezando de un 10 a 20% -- del volumen inicial y dejando un volumen de colas aproximado - del 10%, obtendremos en el cuerpo de la destilación el benceno grado espectro el cuál correspondera al 70-90% del volumen ini cial.

g) Las duraciones de la destilación fueron muy irregulares, como para el caso del metanol, esto debido a las va-- riaciones de la calidad y cantidad de vapor de calentamiento.- La gráfica 15 nos muestra los tiempos de duración para los di-- ferentes lotes; aunque como ya se dijo no es necesario llevar-- acabo la destilación de toda la solución.

2.2.3.3. Análisis.

Los datos de nuestro producto después de haber reali-- zado el tratamiento químico y la destilación, muestran que en la mayoría de los lotes, se mantienen constantes los siguien-- tes valores:

DURACION DE LA DESTILACION

Mezcla Benceno-Agua

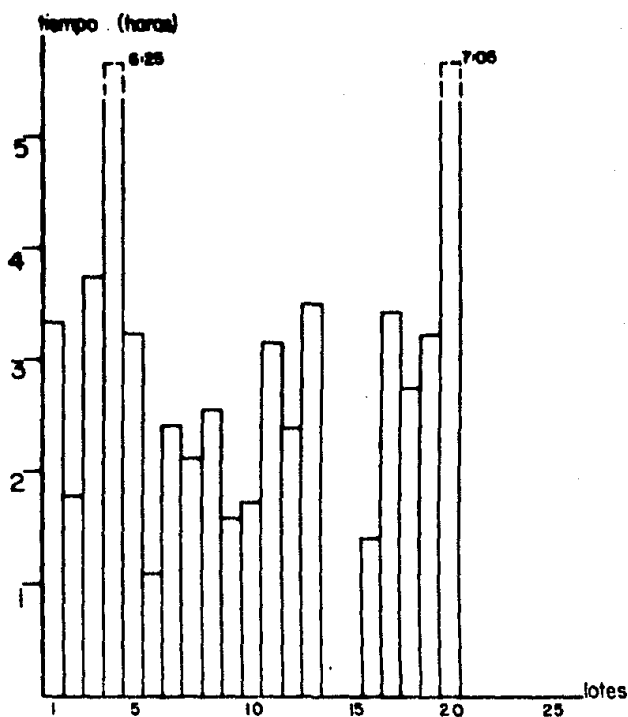


Gráfico 15

TLC	Stándar
	Libre de impurezas
pH	6
T _b	73 - 74 °C
	estadístico $\bar{x} = 73.25$ (media)
	$\sigma = 1.65$ (desviación stándar)
	rango 1

T_b Temperatura de ebullición.

Las variaciones se presentan en la humedad:

	Humedad
Estadístico	$\bar{X} = 0.04564$ (media)
	$\sigma = 0.0188$ (desviación stándar)
	rango 0.079

En la gráfica 16 se representa la variación de la humedad en la solución durante la destilación para la mezcla benceno-Agua. Se observa que en la cabeza del destilado se elimina la suficiente cantidad de agua, para que, la solución que se encuentra en el hervidor sea grado espectro, la curva de la gráfica es de la solución que se encuentra en el hervidor, esta se purifica a medida que avanza la destilación es una curva típica de un proceso intermitente.

VARIACION DE HUMEDAD DURANTE LA DESTILACION

Mezcla Benceno-Agua

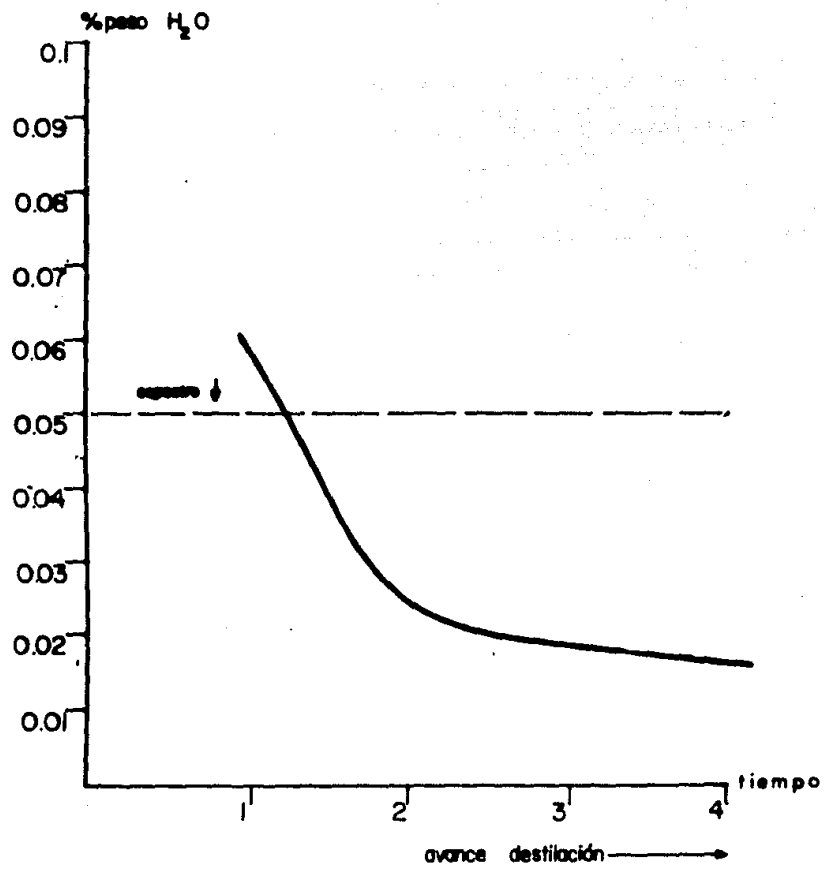


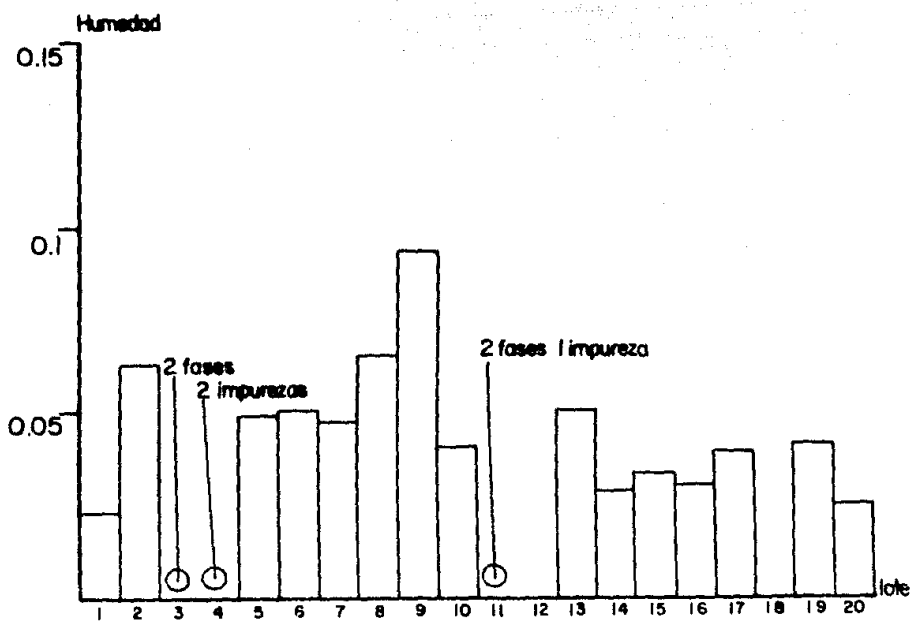
Gráfico 16

En la gráfica 17 representamos la humedad promedio -- del destilado (cuerpo) en los diferentes lotes que se realizaron para la mezcla Benceno-Agua.

Se observa que en la mayoría de los lotes se obtiene grado espectro. Se presentan casos en que el destilado posee impurezas ó presenta dos fases (exceso de humedad) producto de una inadecuada limpieza del equipo.

HUMEDAD DEL DESTILADO

Mezcla Benceno-Agua



Gráfica 17

2.3 ACETONA

2.3.1 DESCRIPCION DEL PROCESO

El proceso de purificación aplicado a la acetona, con el fin de obtenerla grado espectro, pertenece al primer grupo de la clasificación,^(*) consistiendo éste en una destilación -- fraccionada.

Utilizamos como materia prima la acetona recuperada en uno de los procesos que se lleva a cabo en la planta piloto, en dicho proceso la acetona es utilizada para disolver un compuesto sólido. La recuperación se efectúa en diversas etapas.

Encontramos por medio del análisis que la única impureza presente en la acetona recuperada es el agua. Se tiene la mezcla binaria acetona-agua, la cuál puede ser separada por destilación.

La técnica llevada a cabo consiste en:

- a Recuperar la acetona de la solución en la que se encuentra por evaporación (materia prima).
- b Lavar y secar el equipo

(*) Capítulo III Procesos de Purificación página (37).

- c Cargar en el reactor S-6 de 60 a 80 litros de la acetona recuperada
- d Encender el sistema de agitación
- e Dejar fluir el líquido enfriante (agua), en los condensadores y el enfriador
- f Iniciar el calentamiento dejando fluir el vapor
- g Descabezar de 10 a 15 litros en función de la temperatura
- h Recolectar el producto
- i Suspender el calentamiento dejando 10-15 litros de colas en función de la temperatura
- j Descargar y almacenar el producto
- k Descargar colas

Realizar análisis para controlar el proceso

Analizar materia prima, descabezado, producto intermedio y final.

La acetona que no cumpla las especificaciones se redestila.

2.3.2 CALCULOS

2.3.2.1 Propósito

Así como para el metanol y el benceno, después de haber llevado a cabo, primeramente la parte experimental, el propósito de los cálculos es el de comprender el proceso aplicado, dando una adecuada interpretación a los datos experimentales -- mismos que conjuntados con los teóricos permitirán sacar conclusiones fundamentadas teórica y experimentalmente.

Para la acetona los cálculos consisten en:

- a) Recuperación de la acetona que servira como materia prima
- b) Cálculos referentes al equilibrio de la mezcla Acetona-Agua.
- c) Cálculos referentes a la operación de rectificación.

Con estos podremos comprender e interpretar los fenómenos que se llevan a cabo durante el proceso.

2.3.2.2 Cálculos referentes a la recuperación de la acetona - que se utiliza como materia prima.

Esta se encuentra en una solución, en la cuál esta disolviendo a un soluto no volátil. Para recuperarla se realiza una evaporación, debido a que la presión de vapor de un líquido disminuye al tener disuelto un soluto no volátil, resulta evidente que para hervir la solución es preciso elevar la temperatura respecto al punto de ebullición normal del disolvente (acetona).

Durante la evaporación se notara que la temperatura de ebullición de la solución se ira incrementando; el cálculo de éste lo podemos realizar utilizando la siguiente ecuación:

$$T_b = T_b^{\circ} + k_b \frac{1000 w_2}{w_1 M_2}$$

siendo T_b Temperatura ebullición de la solución
 T_b° Temperatura ebullición acetona (normal)
 k_b Constante molal de punto de ebullición
 w_1 Peso disolvente
 w_2 Peso soluto
 M_2 Peso molecular del soluto

para la acetona T_b° 52 °C = 325 °K

k_b 1.71 (K kg disolvente/mol soluto)

teniendo inicialmente $w_{1-0} = 90$ lts. = 70.94 Kg
 $w_2 = 30$ kg $M_2 = 115$ gr/grmol
finalmente $w_{1-1} = 67.5$ lts = 52.85 Kg

Aplicando la ecuación inicialmente $T_b = 56.95$ °C
finalmente $T_b = 60.44$ °C

Se denomina ésta una propiedad coligativa ya que depende sólo del número de moléculas de soluto presentes y no de la naturaleza química de dichas moléculas.

2.3.2.3 Cálculos del equilibrio líquido - Vapor para la mezcla acetona - agua.

2.3.2.3.1 Grados de libertad

Nuestro sistema en el equilibrio tiene como variables la temperatura, presión y concentración. Siendo "C" el número de componentes y "P" número de fases los grados de libertad:

$$\phi = c - P + 2.$$

De tres variables tenemos 2 grados de libertad, solo podemos fijar una constante y sera la presión atmosférica (586 mmHg).

2.3.2.3.2 Equilibrio de la mezcla binaria Acetona - Agua.

Si la mezcla se comportara de forma ideal, la curva de equilibrio la calcularíamos a partir de las ecuaciones de Raoult y Dalton. Como se trata de una mezcla no ideal utilizamos el concepto termodinámico llamado actividad. $a = \gamma_a x$

La ley de Raoult sufre una modificación, puesto que x no es la verdadera concentración, siendo ésta afectada por γ_a que es el coeficiente de actividad y que podríamos definir como el factor de desviación de la idealidad dado por la ley de Raoult.

Tendremos:

$$P_a = P_a^\circ \gamma_a x$$

$$P_b = P_b^\circ \gamma_b (1-x)$$

$$P_t = P_a^\circ \gamma_a x + P_b^\circ \gamma_b (1-x)$$

a) Coeficiente de actividad.

Para el cálculo de éstos, los cuales son función de la concentración, utilizamos la ecuación de Van Laar dada por Carlson y Colburn, que es recomendada para mezclas no simétricas generalmente de un líquido orgánico y agua, esta es:

$$\log Y_a = \frac{A_{1-2}}{\left[1 + \frac{A_{1-2} x}{A_{2-1}(1-x)} \right]^2}$$

$$\log Y_b = \frac{A_{2-1}}{\left[1 + \frac{A_{2-1}(1-x)}{A_{1-2} x} \right]^2}$$

Los valores de las constantes para la mezcla acetona-agua ya están calculadas para el rango de 50 - 100 °C y son:

$$A_{1-2} = 0.89 \quad A_{2-1} = 0.65$$

Así para $x = 0.2$; $(1-x) = 0.8$

$$\log Y_a = \frac{0.89}{\left[1 + \frac{(0.89)(0.2)}{(0.65)(0.8)} \right]^2}$$

$$Y_a = 3.1185$$

$$\log Y_b = \frac{0.65}{\left[1 + \frac{(0.65)(0.8)}{(0.89)(0.2)} \right]^2}$$

$$Y_b = 1.1022$$

De la misma forma obtenemos los siguientes valores:

X	(1-X)	γ'_a	γ'_b
0.00	1.00	7.7624	1.0000
0.20	0.80	3.1185	1.1022
0.40	0.60	1.7508	1.4061
0.60	0.40	1.2457	1.9679
0.80	0.20	1.0500	2.9159
0.90	0.10	1.0130	3.5982
0.93	0.07	1.0056	3.8373
0.95	0.05	1.0042	4.0065
0.97	0.03	1.0010	4.1841
0.99	0.01	1.0001	4.3703
1.00	0.00	1.0000	4.4668

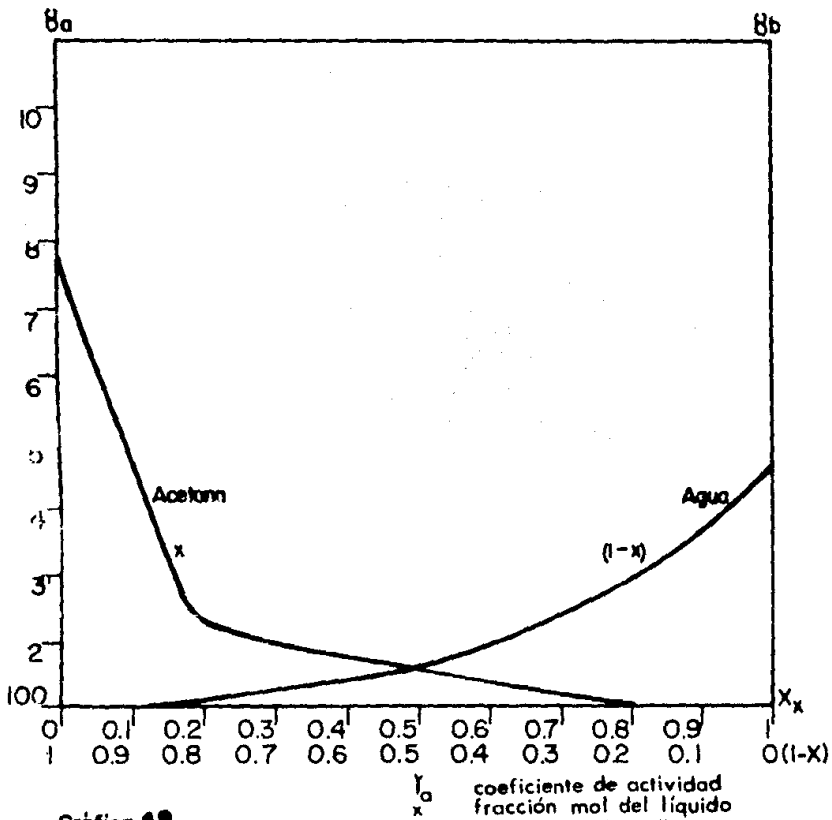
En la gráfica 18 están los coeficientes de actividad -
contra la fracción mol en el estado líquido.

b) Temperaturas de ebullición de la mezcla.

Para el cálculo de estas temperaturas necesitamos como
datos las presiones de vapor de los componentes puros agua y --
acetona, los valores de estas los podemos observar en la gráfi-
ca 19. Además tenemos que hacer uso de las siguientes ecuacio-
nes:

COEFICIENTES DE ACTIVIDAD

Mezcla Acetona-Agua



Gráfica 18

PRESION DE VAPOR-TEMPERATURA

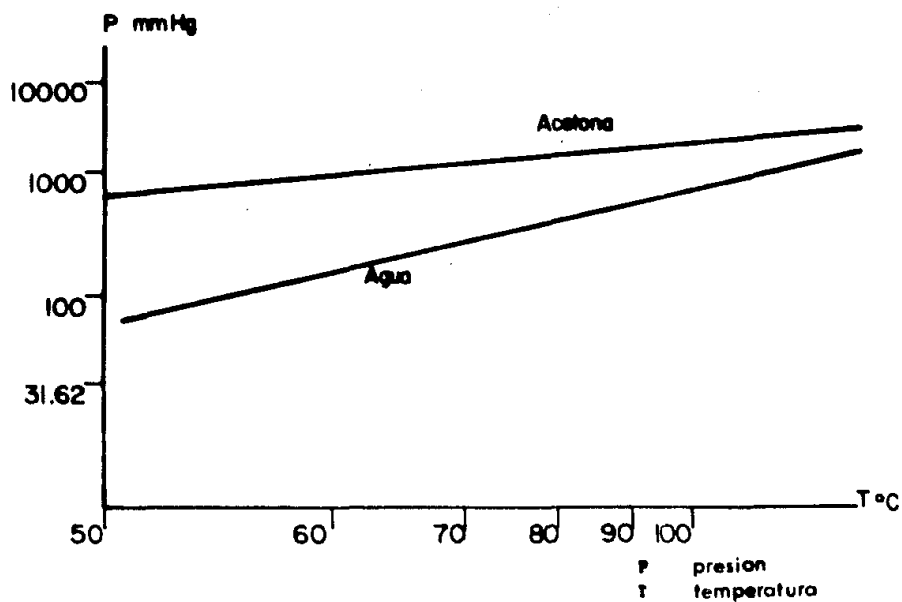


Gráfico 19

$$P_t = p_a + p_b$$

$$P_t = \gamma_a x P_a^\circ + \gamma_b (1-x) P_b^\circ$$

Los cálculos se realizan de la siguiente manera: Para una composición (x) determinada, se supone una temperatura de ebullición a la presión total de 586 mmHg; con la gráfica 19 obtenemos la presión de vapor del acetona y agua a dicha temperatura supuesta; tomamos de la gráfica 18 los valores de los coeficientes de actividad.

Sustituimos estos valores en la ecuación y si la suma da la presión total (586 mmHg) la temperatura supuesta fue correcta, de lo contrario debemos suponer otra temperatura.

Así para	$x = 0.9$	$(1-x) = 0.1$	
	$T_s = 52.2^\circ\text{C}$	$P_a^\circ = 602.5$	$P_b^\circ = 102 \text{ (mmHg)}$
		$\gamma_a = 1.0130$	$\gamma_b = 3.5982$
	$p_a = (0.9)(1.0130)(602.5) = 549.37 \text{ mmHg}$		
	$p_b = (0.1)(3.5982)(102) = 36.70 \text{ mmHg}$		
	$P_t = 586 \text{ mmHg}$		

por tanto para $x=0.9$ la temperatura de ebullición es 52.2°C . --
Para calcular la composición del vapor utilizamos la siguiente ecuación:

$$y = \frac{\sum_a P_a^0 x}{P_t}$$

$$y = \frac{(1.0130)(602.5)(0.9)}{586}$$

$$y = 0.9373$$

De la misma forma calculamos los siguientes datos:

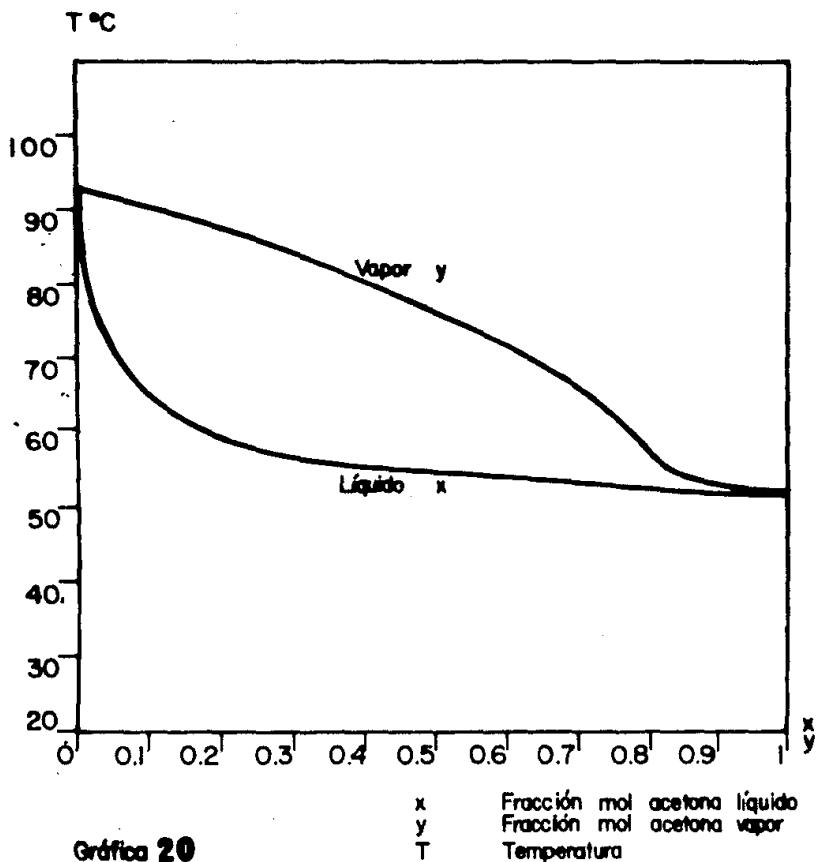
T °C	P _a (mmHg)	P _b (mmHg)	x	y [†]
92.87	2200	586	0.00	0.0000
87.00	1652.89	468.61	0.01	0.2080
74.44	1257.63	282.36	0.04	0.5354
66.66	955.469	201.89	0.08	0.6978
58.30	744.68	137.84	0.20	0.7925
55.65	690.12	121.72	0.40	0.8247
54.77	661.12	116.70	0.60	0.8432
52.90	623.59	106.64	0.80	0.8938
52.20	602.5	102.00	0.90	0.9373
52.00	591.82	101.00	0.95	0.96509
51.70	586.00	100.59	1.00	1.0000

Con estos valores obtenidos podemos representar el - -
equilibrio líquido - vapor para nuestra solución Acetona-Agua:

TEMPERATURAS DE EBULLICION

Mezcla Acetona-Agua

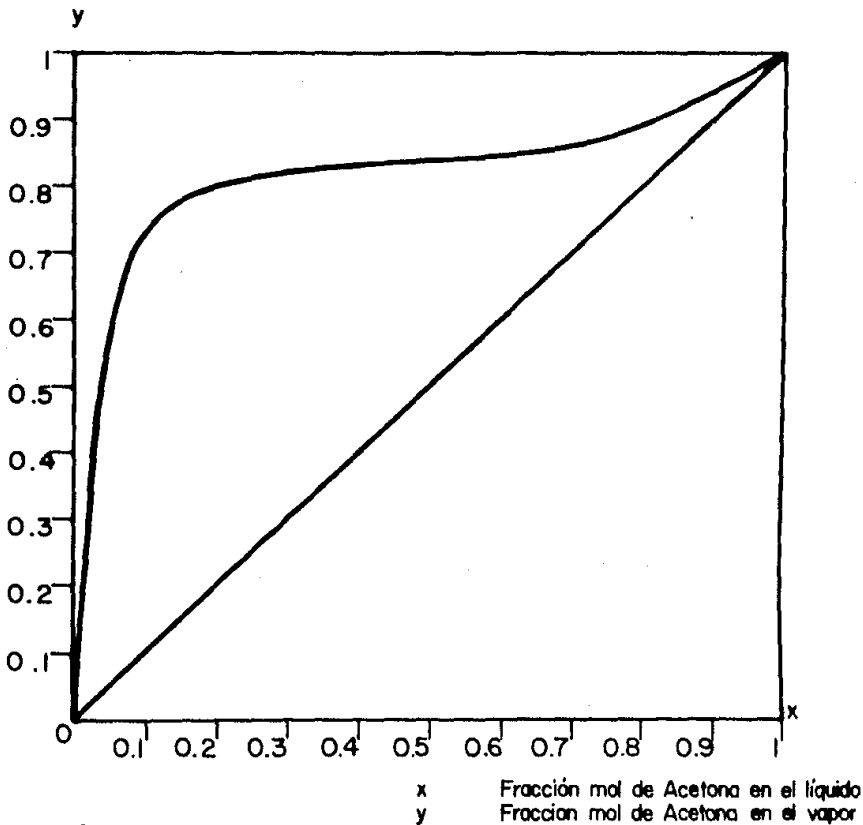
P = 586 mm Hg



CURVA DE EQUILIBRIO

Mezcla: Acetona-Agua

P= 586 mm Hg



Gráfica 21

En la gráfica 20 representamos las curvas de puntos de rocío y burbuja, ésta última la forman los puntos de ebullición de la solución en el intervalo de concentraciones.

En la gráfica 21 se muestra la curva de equilibrio, la cuál se obtiene graficando la fracción mol del líquido contra - la fracción mol del vapor en equilibrio. Se puede observar que cuando la concentración de acetona es muy elevada la curva se - vuelve muy angosta con respecto a la diagonal, lo que indica -- que la separación de los componentes es más complicado.

2.3.2.4 Cálculos de la operación de rectificación.

Para llevar a cabo éstos partimos de los siguientes -- datos:

V	Volumen materia prima	60 Lts. acetona recuperada
d_m	Densidad de la mezcla	
d_1	Densidad acetona	0.783 g/ml
d_2	Densidad agua	1.00 g/ml
	% Peso agua	2.0
	% Peso acetona	98.0
X_2	Fracción peso agua	0.02
X_1	Fracción peso acetona	0.98
M	Masa	
N	Moles	

$$d_m = d_1 X_1 + d_2 X_2$$

$$d_m = (0.783)(0.98) + (1)(0.02)$$

$$d_m = 0.78734 \text{ g/ml}$$

$$M_t = d_m V$$

$$M_t = (0.78734) \text{ gr/ml } (60000) \text{ ml}$$

$$M_t = 47240.4 \text{ gr}$$

$$M_1 = (47240.4) \text{ gr } (0.98) = 46295.592 \text{ gr}$$

$$M_2 = (47240.4) \text{ gr } (0.02) = 944.408 \text{ gr}$$

$$N = M/PM$$

$$N_1 = (46295.592) \text{ gr}/(58.08) \text{ gr/mol} = 797.1004 \text{ mol}$$

$$N_2 = (944.408) \text{ gr}/(18) \text{ gr/mol} = 52.4671 \text{ mol}$$

$$N_t = 849.5675 \text{ mol}$$

Fracción mol	$x_1 = 0.93844$	acetona
	$x_2 = 0.06156$	agua

Gráficamos nuestra línea de equilibrio entre los valores de $x_1 = 0.93$ y $x_1 = 1$ en estas concentraciones nuestra curva de equilibrio es una línea recta.

Datos de equilibrio	x	y*
	0.93	0.95611
	0.95	0.96509
	0.97	0.98111
	0.99	0.99388
	1.00	1.0000

Con la ecuación de Fenske* (ó graficamente), calculamos el número aproximado de etapas teóricas necesarias para que el destilado inicialmente tenga concentración grado espectro.

$$\text{Volatilidad} = (y_a/x_a)/(y_b/x_b)$$

$$\text{Volatilidad} = 1.62$$

Consideramos éste valor constante para el rango de trabajo y aplicamos la ecuación de Fenske.

$$n = \frac{\log \frac{y_d}{1-y_d} - \log \frac{x_s}{1-x_s}}{\log \alpha} - 1$$

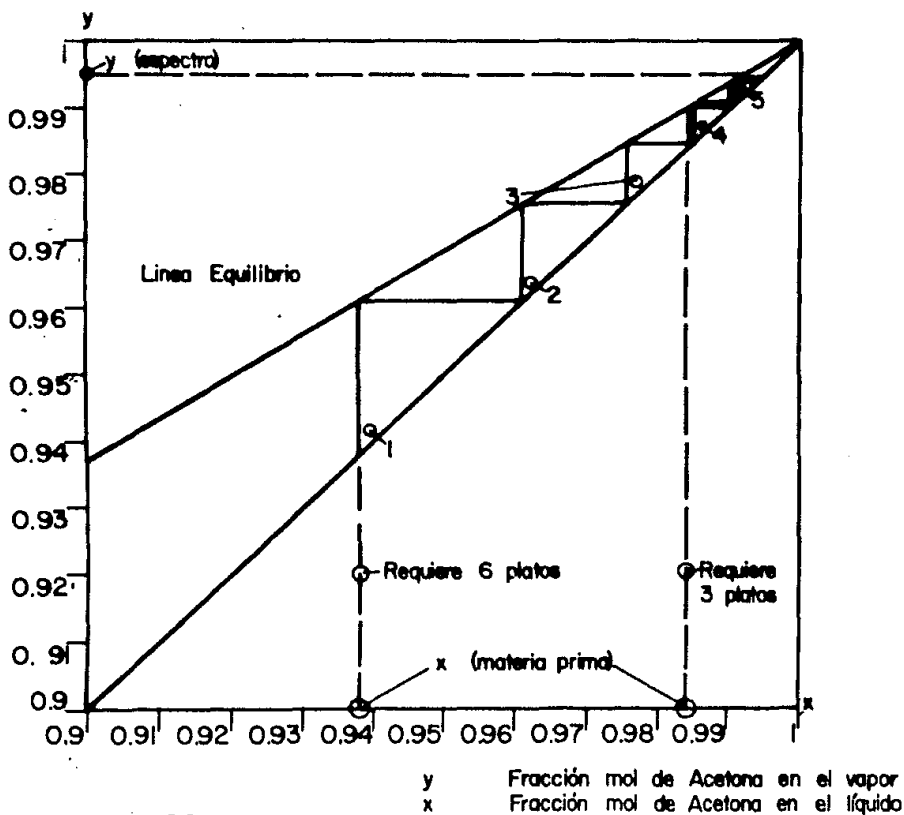
$$\text{Para } y_d = 0.995 \quad \text{y } x_s = 0.93844 \quad n = 5 \text{ etapas}$$

Por lo que en el equipo del cuál disponemos se tiene - que repetir la operación de rectificación 3 veces como mínimo - reduciendo con esto el volumen de producto. La gráfica 22 muestra el cálculo gráfico, para el cuál utilizamos nuestra curva - de equilibrio.

(*) Ver Capítulo II. Destilación.. pag # 30

NUMERO DE ETAPAS TEORICAS

Mezcla Acetona-Agua



Gráfica 22

Realizando un balance de masa al inicio de la rectificación y siguiendo el procedimiento ejemplificado anteriormente se obtiene la tabla 6 en la cuál partiendo del % de peso -- inicial de acetona en la solución se realiza un balance de masa al inicio y en base a la fracción mol de acetona inicial calculamos el número de etapas con la ecuación de Fenske.

El número de etapas necesario para las diferentes concentraciones de la materia prima varía de 3 a 5.

Análisis de la rectificación siguiendo los pasos del método gráfico de Mc. Cabe-Thiele:

Método gráfico

a) Cantidad mínima de reflujo

$$\frac{L}{V} = \frac{y_d - y_w}{x_d - x_{wi}}$$

$$x_d = x_w = 0.992$$

$$x_{wi} = 0.9840 \quad y_{wi} = 0.99$$

$$(L/V) = 0.25$$

$$R = (L/V)/(1 - (L/V))$$

$$R = 0.33$$

Se utiliza en la operación un reflujo de valor cercano al mínimo, la pendiente de nuestra línea de operación es $m = 0.25$

BALANCES DE MATERIA Y CALCULO DEL NUMERO DE ETAPAS
MEZCLA ACETONA - AGUA

#	Fracción Peso Inicial		Masa	Masa	Masa	Moles	Moles
	(1) Acetona X_1	(2) Agua X_2	Total (gr) M_t	Acetona M_1	Agua M_2	Acetona N_1	Agua N_2
1	0.980	0.020	47240.4	46295.592	944.8080	797.1004	52.4893
2	0.985	0.015	47240.4	46531.7940	708.6060	801.1673	39.5670
3	0.990	0.010	47240.4	46767.996	472.4040	905.2341	26.2447
4	0.993	0.007	47240.4	46909.717	330.6828	807.6742	18.3713
5	0.995	0.005	47240.4	47004.198	236.2020	809.3009	13.1223
6	0.997	0.003	47240.4	47098.678	141.7212	810.9277	7.8754

#	Moles Totales	Fracción mol inicial		Fracción mol	Volatilidad	Fenske
	N_t	(1) Acetona X_1	(2) Agua X_2	Espectro X_e	(Prom. cte)	# Etapa
1	849.5897	0.9382	0.0618	0.995	1.62	5
2	840.5343	0.9532	0.0468	0.995	1.62	5
3	831.4788	0.9684	0.0316	0.995	1.62	4
4	826.0455	0.9778	0.0222	0.995	1.62	4
5	822.4233	0.9840	0.0160	0.995	1.62	3
6	818.8011	0.9904	0.0096	0.995	1.62	3

NOTA: El rendimiento baja con el aumento de # etapas.

TABLA 6

b) Método gráfico.

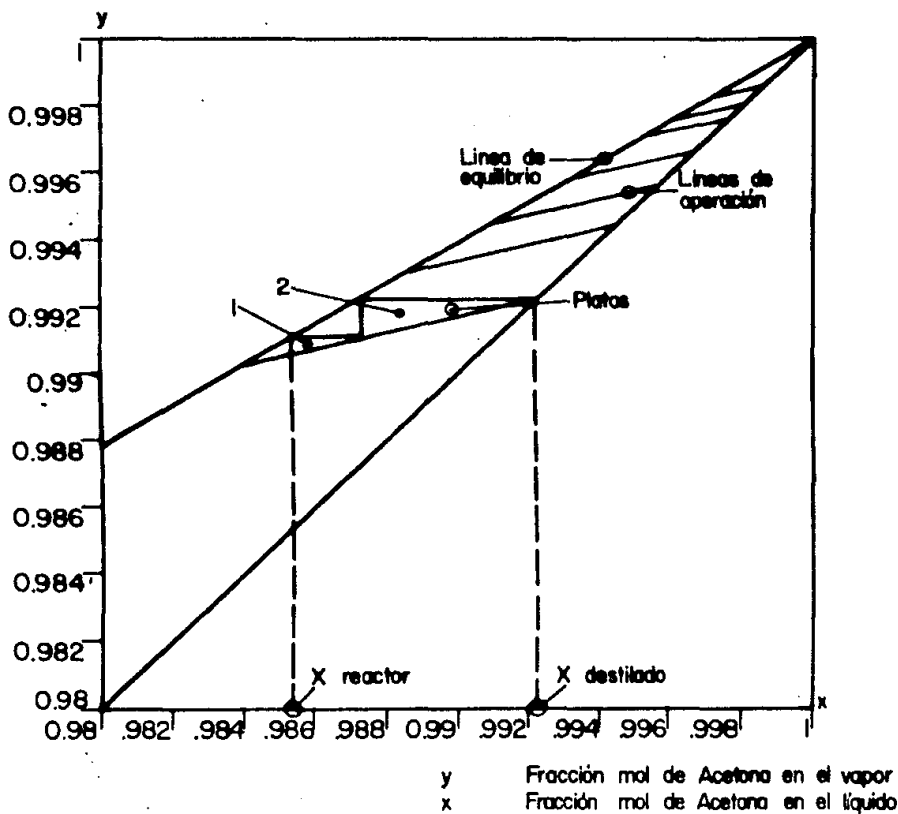
En nuestro diagrama de equilibrio trazamos nuestras líneas de operación que tendrán un ángulo de 14 grados. Obteniendo de la gráfica 23 los siguientes valores:

x_d	x_w	$x_d - x_w$	$\frac{1}{x_d - x_w}$
0.99611	0.99267	0.00344	290.6976
0.99556	0.99167	0.00389	257.06941
0.99444	0.98955	0.00489	204.4889
0.99333	0.98739	0.00603	165.83748
0.99222	0.98533	0.00689	145.13788
0.99111	0.98311	0.00800	125.000
0.9900	0.98100	0.009	111.11

En esta primera destilación debemos tener un valor promedio de la concentración del destilado superior a 0.9848, utilizamos una secuencia de tanteos encontrando los siguientes resultados:

DIAGRAMA DE EQUILIBRIO

Mezcla Acetona-Agua



Gráfica 23

S_i	S_f	x_i	x_f	x_{dprom}	área
822.4233	0.5722	0.9840	0.93	0.9840	7.2705
822.4233	11.1019	0.9840	0.97	0.9841	4.3051
822.4233	84.3314	0.984	0.983	0.98415	2.2775
822.4233	328.417	0.9840	0.9836	0.9842	0.91797
822.4233	524.038	0.9840	0.9838	0.9843	0.45069
822.4233	647.564	0.9840	0.9839	0.9844	0.2390

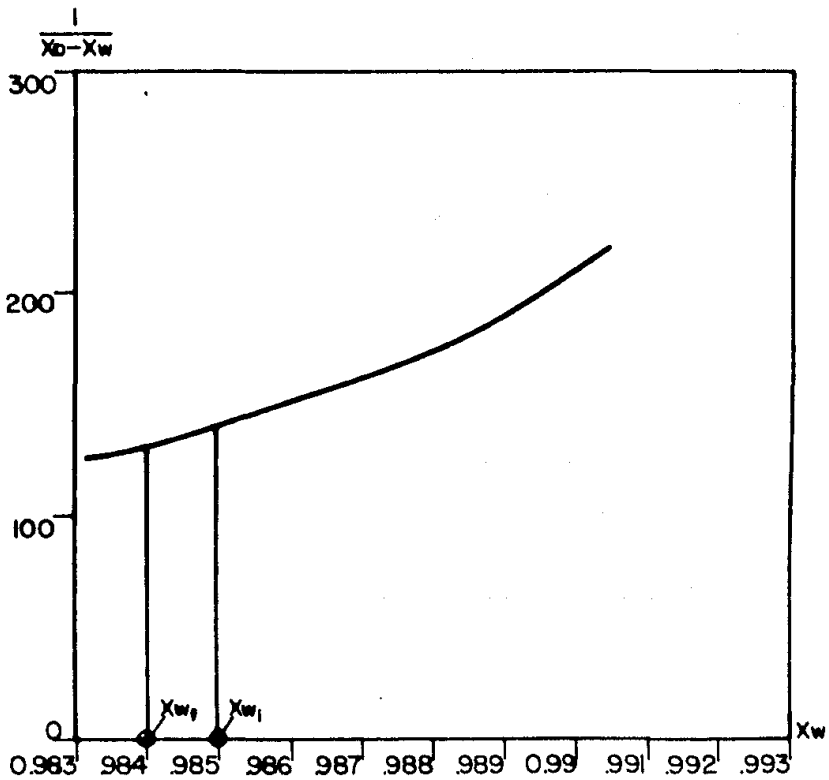
El área fué obtenida a partir de la gráfica 24, y equi vale a la integral del lado derecho de la ecuación de Smoker, - Rose

siendo S_i moles iniciales en el reactor-hervidor
 S_f moles finales en el reactor-hervidor
 x_i, x_f fracciones inicial y final
 x_{dprom} fracción mol del destilado promedio

Así para la segunda destilación tendríamos que partir del destilado obtenido en la primera, si partieramos de una solución de x_{dprom} de 0.9843 tendríamos como materia prima 298.38 moles y tomando en cuenta que este volumen se ira reduciendo en la obtención del grado espectro, el rendimiento con respecto a la mateira prima original no sera superior al 10%.

CALCULO DE $\int \frac{dx_w}{X_D - X_w}$

Mezcla Acetona-Agua



X_w Fracción mol Acetona en el reactor
 X_D Fracción mol Acetona en el destilado

Gráfica 24

2.3.3 DATOS EXPERIMENTALES

2.3.3.1 Datos referentes al proceso

Datos experimentales

Los datos obtenidos en estas destilaciones las podemos sintetizar en una lista de datos, estos después de haber recuperado la acetona que se utiliza como materia prima.

Volumen de carga	60 a 70 litros
Duración de la carga	10 a 15 minutos
Temperatura inicial	25 °C
Tiempo estabilización	30 a 40 minutos
Temperatura estabilización	52.5 a 54°C
Duración descabezado	30 minutos
Volumen descabezado	15 litros
Temperatura	52.5 °C
Volumen destilado	35 a 40 litros
Descarga destilado	15 minutos
Volumen colas	5 a 10 litros
Descarga colas	5 minutos
Duración destilación	120 a 180 minutos
Duración proceso	240 minutos

Las evaporaciones para obtener la acetona que servira-

como materia prima se realizan en diversas etapas del otro proceso. Las duraciones de las mismas para obtener 60 litros tienen una duración aproximada igual a la del proceso de destilación (240 minutos).

2.3.3.2 Datos referentes al análisis

La materia prima muestra que solo tiene de impureza - el agua teniendo una humedad de 1.5 a 2%. Los datos del destilado muestran que se mantienen constantes los valores de

pH	6
T _b	52 - 53 °C
TLC	Standar (no hay impurezas)
Humedad	Varía de 0.8 - 1.5 %

Por tanto se observa que realizando una sola ocasión - la operación de rectificación no obtenemos el grado espectro, - se tiene que llevar a cabo por lo menos 3 veces con lo que el volumen de producto obtenido sería equivalente al 10-15 % del volumen inicial por lo que experimentalmente se comprobó que - no era práctico llevar a cabo el proceso.

CAPITULO III
ALMACENAMIENTO Y ENVASADO

Los envases además de ser materiales resistentes al -- contenido, deben llenar los requisitos de forma y consistencia- adecuada. En cada envase debe haber indicaciones suficientes - escritas, con claves o con figuras, de manera que se pueda de - inmediato tener un conocimiento claro acerca de:

- 1.- Nombre del producto
- 2.- Cantidad y concentración
- 3.- Empleo
- 4.- Riesgos⁽¹⁾
- 5.- Forma de manejo
- 6.- Fabricante
- 7.- Destino

Un envase defectuoso no debe usarse ni debe manejarse- por que puede fallar en cualquier momento.

(1) En lo referente a los riesgos puede utilizarse el- siguiente criterio de clasificación:

CONTRA LA SALUD**INFLAMABILIDAD****REACTIVIDAD**

0 Ninguno	0 Incombustible	0 Estable
1 Poco efecto	1 Poco combustible	1 Necesita activación
2 Por exposición prolongada.	2 Arde con calentamiento ligero	2 Activo sin explosión.
3 Por exposición corta	3 En condiciones ambientales	3 Capaz de explotar.
4 Mortal en corta exposición	4 Muy combustible	4 Descomposición con explosión

Es conveniente saber y tener al alcance todo lo que se refiere a los antidotos necesarios y el equipo de primeros auxilios.

Cuando se va almacenar el producto, es conveniente revisar bien los envases en lo relativo a su condición física, peso, etiquetado y protecciones adicionales necesarias.

Para colocarlos en el lugar en que deben permanecer debe procederse bajo el criterio de la "compatibilidad de almacenaje" que se refiere a evitar la proximidad de sustancias que pueden reaccionar entre sí. El uso de garrafones de vidrio debe evitarse, pues su fragilidad es un factor de peligro definitivo. Para maniobrar y transportar el producto (y materias primas) debe utilizarse el equipo adecuado, el cual comprende des-

de equipo personal como guantes, zapatos de seguridad, tenazas y otros dispositivos; hasta equipos movidos por el hombre como son carretillas, montacargas y otros.

Nuestro producto es almacenado en recipientes de material plástico con capacidad de 50 a 70 litros. Lo más importante al envasarlo es que dichos recipientes esten perfectamente limpios y secos. Una vez cargados deben cerrarse perfectamente para evitar la contaminación. Este tipo de envasado y almacenaje es adecuado ya que el producto es utilizado en un corto lapso de tiempo.

Por las características que presenta nuestro producto (alta pureza) si no se tiene la precaución necesaria se puede contaminar fácilmente. En el caso de que nuestro producto requiera ser almacenado por un período largo de tiempo se recomienda:

a) Metanol. envasarlo en pequeñas botellas, sobre tamices moleculares recientemente activados de 3 Å de diámetro de poro.

b) Benceno. envasarlo de preferencia en botella esmerilada y para largos períodos botella oscura. No se utilizan tamices moleculares.

c) Acetona. envasar y tratar con tamices moleculares recientemente activados de 3 Å de diámetro de poro.

CAPITULO IV
ALGUNOS CALCULOS REFERENTES A LA TRANSFERENCIA DE
CALOR EN EL EQUIPO

4.1 GENERALIDADES Y PROPOSITO

En los procesos aplicados para la obtención de los disolventes grado espectro intervienen en forma significativa los fenómenos de transferencia de calor, estos se presentan en el reactor, los condensadores y el enfriador unidades que forman parte del equipo utilizado.

Habiendo realizado primeramente la parte experimental, llevando a cabo los procesos de purificación para los 3 disolventes en cuestión, el propósito de este capítulo es el de comprender de una forma global en que consisten, cómo y cuando se llevan a cabo éstos fenómenos durante el desarrollo del proceso.

A pesar de la gran importancia que tiene la transferencia de calor en los procesos, basados en la destilación, no se pretende realizar un análisis profundo sobre éstos fenómenos de transferencia de calor, por lo que los cálculos a ejecutar se limitan a constatar teóricamente lo ya comprobado durante la experimentación: El hecho de que las unidades de transferencia de calor disponibles para efectuar los procesos de purificación --

son adecuadas.

Se calcula el área de transferencia de calor necesaria para efectuar el proceso específico y se compara con el área -- disponible para cada unidad: reactor, enfriador y condensadores.

En los cálculos se utiliza al Metanol como ejemplo:

4.2 REACTOR

El reactor de vidrio tiene una capacidad máxima de 100-litros, en el mismo tenemos una carga de operación de 60 litros de metanol grado industrial en estado líquido a una temperatura de 25°C, se debe calentar éste hasta su temperatura de ebullición de 58°C y posteriormente evaporarlo. Por lo que realizaremos la secuencia de cálculo siguiente:

1 Calculamos la cantidad de calor necesaria para efectuar dicho cambio tomando como base una hora de operación.

Calor total = Calor sensible + Calor latente

$$Q_t = Q_s + Q_l$$

$$Q_t = W' Cp\Delta T + W\lambda$$

$$6 Q_t = W\Delta H + W\lambda$$

donde: W Flujo másico Kg/Hr

Cp Capacidad calorífica Kcal/Hr °C

ΔT Intervalo de temperaturas °C

ΔH Cambio de entalpía Kcal/Hr

Calor latente de vaporización

Kcal/Hr

Calor latente de condensación

tenemos: volumen metanol V = 60 litros

densidad de la mezcla $\rho_m = 0.7932$ gr/ml

W = (60000 ml) (0.7932 gr/ml)

W = 47 592 gr de Metanol

1.1 CALOS SENSIBLE

$$Q_s = WC_p \Delta T = W \Delta H$$

Datos de tablas (Himmelblaud David M. "Principios y -
Cálculos de Ingeniería Química" Apéndice D, pág. 528)*

Para el metanol T = 58 °C H = 690 cal/gmol

T = 25 °C H = 263 cal/gmol

ΔH = 690 - 263 = 427 cal/gmol

ΔH = 13.3437 cal/gr

* referencia # 13, pag # 182

$$Q_s = (47592 \text{ gr.}) (13.3437 \text{ cal/gr})$$

$$Q_s = 635.055 \text{ Kcal}$$

1.2 CALOR LATENTE

$$Q_1 = W\lambda$$

Datos de tablas (Himmelblaud David M. "Principios y -
Cálculos de Ingeniería Química" Apéndice D, pág. 524).

Calor latente vaporización del metanol $\lambda = 8.43 \text{ Kcal/gmol}$

$$\lambda = 0.2634 \text{ Kcal/gr.}$$

$$Q_1 = (47592 \text{ gr}) (0.2634 \text{ Kcal/gr})$$

$$Q_1 = 12537.517 \text{ Kcal}$$

1.3 CALOR TOTAL

$$Q_t = Q_s + Q_1$$

$$Q_t = 635.055 \text{ Kcal} + 12537.517 \text{ Kcal}$$

$$Q_t = 13172.572 \text{ Kcal}$$

2. ESTE CALOR DEBE SER SUMINISTRADO POR EL VAPOR DE CALENTAMIENTO EN EL TIEMPO DE OPERACION (1 hora).

2.1 CALCULAMOS LA PRESION DE OPERACION DEL VAPOR

La presión atmosférica es de 585 mm Hg (0.7951 Kg/cm²)

Presión de trabajo $P_t = 1.7 \text{ Kg/cm}^2$

Presión de operación absoluta P_T

$$P_T = (1.7 + 0.7951) \text{ Kg/cm}^2$$

$$P_T = 2.4951 \text{ Kg/cm}^2$$

2.2 CALCULAMOS EL FLUJO DE VAPOR

$$W = Q/\lambda$$

Datos de tablas de vapor (Kern "Procesos Heat Transfer" Appendix, pág. 816)*

$$a \ T = 129^\circ\text{C}; \ P = 2.4951 \text{ Kg/cm}^2 \quad \lambda = 939 \text{ BTU/lb}$$

$$\lambda = 521.66 \text{ Cal/gr.}$$

$$W = (13172.572 \text{ Kcal}) (0.52166 \text{ Kcal/gr})$$

$$W = 25251.2594 \text{ gr/hr}$$

$$W = 25.25125 \text{ Kgr/hr}$$

* referencia # 25 PAC. 103

3. CALCULAMOS EL AREA DE TRANSFERENCIA DE CALOR Y LA COMPARAMOS CON LA DEL SERPENTIN DEL REACTOR

Tomando en cuenta que es un proceso intermitente, teniendo el reactor un serpentín interno y agitación constante, hacemos uso de la siguiente ecuación:

$$Q_t = W_v C_{p_v} (T_{vi} - T) (1 - e^{-\alpha}) =$$

donde W_v Flujo másico del vapor Kg/hr

C_{p_v} Capacidad calorífica del vapor Kcal/hr°C

T_{vi} Temperatura entrada vapor °C

$\alpha = UA/W_v C_{p_v}$ siendo U coeficiente transferencia de calor Cal/hr cm² °C

A área de transferencia calor

Dato de tabla (Kern "Process Heat Transfer, Appendix-pág. 805)

Vapor de agua Cp 0.65 cal/gr. °C

$$(1 - e^{-\alpha}) = (13172572 \text{ cal}) (25251.2594 \text{ gr.}) (0.65) (129-58)^\circ\text{C}$$

$$(1 - e^{-\alpha}) = 11.30$$

$$(UA/W_v C_p) = \ln 10.30 = 2.3321$$

$$UA = (2.3321) (25251.2594 \text{ gr}) (0.65 \text{ cal/gr } ^\circ\text{C})$$

$$UA = 38277.5 \text{ Cal/}^\circ\text{C}$$

Suponemos $U = 97.64 \text{ cal/hr cm}^2 \text{ }^\circ\text{C}$ (200 BTU/hr ft² °F)

en base a la tabla (Kern "proces Heat Transfer, Appendix pág. 840)

$$A = (38277.5 \text{ cal/ }^\circ\text{C}) / (97.64 \text{ cal/cm}^2 \text{ }^\circ\text{C})$$

$$A = 392.026 \text{ cm}^2$$

Siendo ésta área menor a la del serpentín (superior a 1500 cm²)

4.3 CONDENSADORES

De los 60 litros de metanol que se destilan y tomando en cuenta que el reflujo es insignificante, la cantidad de vapor que se condensa es de 55 litros en el tiempo de operación. El vapor tiene una temperatura de 58°C, misma que tendrá el líquido condensado. Utilizaremos la siguiente secuencia de cálculo.

1. Calculamos el calor necesario para condensar el metanol.

$$Q_c = W\lambda$$

$$W = (55000 \text{ ml/hr}) (0.7932 \text{ gr/ml})$$

$$W = 43626 \text{ gr/hr}$$

El calor latente de condensación del metanol $\lambda = 8.43 \text{ Kcal/gmol}$

$$\lambda = 0.2634 \text{ Kcal/gr}$$

$$Q_t = (43626 \text{ gr})(0.2634 \text{ Kcal/gr})$$

$$Q_t = 11491.0884 \text{ Kcal}$$

Este calor es cedido por el metanol al agua enfriante.

2. Este calor es aceptado por el agua de enfriamiento y equivale a calor sensible. Calculamos la cantidad de agua - necesaria.

$$Q_t = W C_p \Delta T$$

$$W = (Q_t)/(C_p \Delta T)$$

Agua de enfriamiento entrada T = 15 °C

salida T = 40 °C

Dato de tablas (Kern "Process Heat Transfer" Appendix
pág. 804)

Capacidad calorífica $C_p = 1 \text{ cal/gr } ^\circ\text{C}$

$$W = (11491088.4 \text{ cal})/(1\text{cal/gr}^\circ\text{C})(25^\circ\text{C})$$

$$W = 459643.5 \text{ gr}$$

$$W = 459.6435 \text{ Kgr de agua (1 hora)}$$

3. Calculamos el área de transferencia de calor y la -
comparamos con el área de los condensadores.

$$Q_t = U A \Delta T_{1m}$$

donde U Coeficiente de transferencia de calor

Este lo suponemos en base a tabla (Kern

"Process Heat Transfer" Appendix pág. 840)

A Area de transferencia

ΔT_{1m} Diferencia de temperatura media logarítmica

$$\Delta T_{1m} = \frac{(T_{co} - t_{f1}) - (T_{c1} - T_{fo})}{\ln \frac{(\Delta T_1)}{(\Delta T_2)}}$$

c se refiere al fluido caliente

f se refiere al fluido frío

O,1 son condiciones inicial y final

ΔT_1 equivale a la primera diferencia

ΔT_2 equivale a la segunda diferencia

$$\Delta T_{1m} = \frac{(58 - 40) - (58 - 15)}{\ln (18)/(43)}$$

$$\Delta T_{1m} = 28.70 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$U = 150 \text{ cal/hr cm}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$Q_t = 11491088.4 \text{ cal}$$

$$A = (11491088.4 \text{ cal}) / (28.7 \text{ } ^\circ\text{C}) (150 \text{ cal/cm}^2 \text{ } ^\circ\text{C})$$

$$A = 2670 \text{ cm}^2$$

Siendo ésta area menor a la de los condensadores la cuál es superior a 3200 cm².

4.4 ENFRIADOR

El metanol condensado se encuentra a una temperatura de 58°C, éste se enfría hasta una temperatura de 25 °C. El procedimiento de cálculo es el siguiente:

1. Calculamos el calor cedido por el metanol

Metanol	entrada	T = 58 °C	H = 690 cal/gmol
	salida	T = 25 °C	H = 263 cal/gmol

$$\Delta H = 427 \text{ cal/gmol} = 13.34 \text{ cal/gr}$$

$$W = 43626 \text{ gr}$$

$$Q_t = W \Delta H$$

$$Q_t = (43626 \text{ gr}) (13.34 \text{ cal/gr})$$

$$Q_t = 581970 \text{ cal}$$

$$Q_t = 581.970 \text{ kcal}$$

2. Calculamos la cantidad de agua que debe pasar por el enfriador y que absorbe esta cantidad de calor en la operación (1 hora).

$$Q_t = W C_p \Delta T$$

$$W = (Q_t)/(C_p) (\Delta T)$$

agua entrada T = 15 °C

salida T = 35 °C

Capacidad calorífica del agua $C_p = 1 \text{ cal/gr}^\circ\text{C}$

$$T = (35 - 15)$$

$$T = 20^\circ\text{C}$$

$$W = (581970 \text{ cal})/(1 \text{ cal/gr}^\circ\text{C}) (20^\circ\text{C})$$

$$W = 29098.5 \text{ gr} \quad \text{de agua (1 hora)}$$

$$W = 29.0985 \text{ gr}$$

3. Calculamos el área de transferencia de calor y la comparamos con la del enfriador.

$$Q_t = U A \Delta T_{1m}$$

$$\Delta T_{1m} = \frac{(58 - 35) - (25 - 15)}{\ln (25)/(10)}$$

$$\Delta T_{1m} = 15.60^\circ\text{C}$$

$$A = (Q_t)/(U) (\Delta T_{1m})$$

$$A = (581970)/(124 \text{ cal/cm}^2\text{C}) (15.60^\circ\text{C})$$

$$A = 300 \text{ cm}^2$$

Siendo ésta área menor a la del enfriador, la cuál es superior a 1130 cm^2 .

4.5 OBSERVACIONES Y SUGERENCIAS

Por medio de los cálculos de transferencia de calor antes realizados, podemos apreciar que el equipo utilizado para efectuar los fenómenos de transferencia de calor es adecuado para realizar los procesos de purificación de los disolventes en cuestión. El área de transferencia de calor necesaria para efectuar los cambios, tanto en el reactor como en los condensadores y el enfriador, es inferior a la que tienen disponible estas unidades.

Al efectuar la parte experimental queda comprobado la capacidad del equipo para efectuar los fenómenos de transferencia de calor.

TERCERA PARTE

A RESULTADOS

B CONCLUSIONES

C BIBLIOGRAFIA

A RESULTADOS

Los resultados obtenidos en la experimentación, al aplicar los procesos de obtención de los disolventes grado espectro, los resumiremos en los siguientes puntos:

1.- Descripción del proceso (técnica) a aplicar para obtener al disolvente grado espectro, en el equipo de vidrio -- utilizado.

2.- El rendimiento obtenido en el proceso, que consiste en el porcentaje de materia prima convertida en el producto.

3.- Comprobando la calidad del producto, valiendonos del análisis.

Cada uno de los puntos antes mencionados se daran para los disolventes con los que se experimento los cuales son:

- a) Metanol
- b) Benceno
- c) Acetona

En base a estos resultados podemos realizar una extra-

polación hacia otros disolventes, con el fin de obtenerlos grado espectro utilizando el equipo de vidrio y aplicando un proceso similar.

a) Metanol

El metanol grado espectro se obtiene en la parte inicial de la destilación, el volumen del mismo puede ser de un 40 a un 60 % de la carga inicial.

La forma de llevar acabo el proceso es:

- a Lavar y secar el equipo
- b Cargar en el reactor- S-6 de 60 a 80 litros de metanol grado industrial
- c Poner a funcionar el sistema de agitación
- d Dejar fluir el liquido enfriante (agua), en los condensadores y el enfriador
- e Iniciar el caletamiento dejando fluir el vapor
- f Mantener la operación a reflujo total con el fin de que se estabilize y este en equilibrio
- g Tomar una muestra para análisis
- h Iniciar el descabezado, manteniendo un reflujo de operación adecuado
- i Suspender el descabezado cuando se tenga el volumen máximo posible de metanol grado espectro, en función de la temperatura

- j Continuar la destilación recolectando el producto -
- k Suspender el calentamiento cuando el volumen de co- las corresponda a un 10-15 % de la carga en función de la temperatura
- l Descargar el producto. Esto debera redestilarse ob teniendo un 60 - 80 % de metanol grado espectro de- éste volumen.

Descargar las colas.

Se realizan análisis a diferentes intervalos del proce- so para el control del mismo.

b) Benceno

El benceno grado espectro corresponde a un 85 - 90 % - de la carga inicial (materia prima) y la forma de obtenerlo es:

- a Lavar y secar el equipo
- b Cargar de 60 a 80 litros de benceno industrial en - el reactor S-6

-- TRATAMIENTO QUIMICO *

- c Reacción tiofeno con ácido sulfúrico
- c1 Cargar con el embudo 5 litros de H_2SO_4

* repetir las veces que sea necesario

- c2 Poner a funcionar el sistema de agitación
- c3 Dejar fluir lentamente el H_2SO_4 hacia el reactor
- c4 Dejar la reacción de 10 a 15 minutos
- c5 Suspender la agitación
- c6 Dejar en reposo la solución durante 10 minutos
- c7 Desechar la capa inferior
- d Lavado del benceno
- d1 Cargar en el embudo 15 litros de agua
- d2 Prender el sistema de agitación
- d3 Dejar fluir el agua hacia el reactor
- d4 Lavado durante 15 minutos
- d5 Suspender la agitación
- d6 Dejar en reposo durante 15 minutos
- d7 Desechar la fase inferior

-- DESTILACION

- e Prender sistema de agitación
- f Dejar fluir el líquido enfriante en los condensadores y en el enfriador
- g Inicial calentamiento dejando fluir el vapor
- h Descabezar de 5 a 8 litros en función de la temperatura

- i Continuar la destilación hasta dejar un volumen de colas aproximado a 10 litros, en función de la temperatura
- j Suspender calentamiento, agitación y el flujo del líquido enfriante.
- k Descargar y almacenar el producto.
- L Descargar colas y mediante el análisis de la misma determinar si puede considerarse como parte del -- producto grado espectro.

Realizar análisis para llevar un adecuado control en las diferentes etapas del proceso.

C) ACETONA

Los resultados obtenidos tanto en la parte experimental como en los cálculos, nos muestran que no es práctico obtener la acetona grado espectro partiendo de la acetona recuperada de la humedad $H = 1.5 - 2 \%$; esto basado en:

a) Se requieren 2 destilaciones como mínimo para llegar a obtener la acetona grado espectro.

b) Por ser destilación Batch, el rendimiento decrece con el aumento del número de destilaciones.

c) La volatilidad es muy baja (1.62) en las concentraciones a las que se trabaja.

d) La rectificación está limitada a la capacidad de nuestro equipo.

El rendimiento del producto es inferior a un 20%, por ser tan bajo el rendimiento no es recomendable obtenerlo por el proceso de rectificación; por lo que no damos una técnica de obtención por medio de éste proceso.

Se recomienda aplicar un proceso del grupo III* complementando la rectificación con un tratamiento químico utilizando un agente secante.

En la siguiente tabla se dan los resultados de los análisis químicos, realizados a los disolventes. Son valores para los disolventes obtenidos grado espectro con pruebas vía húmeda.

* ver página # 37

TABLA RESULTADOS ANALISIS QUIMICOS

PRUEBA	DISOLVENTE		
	METANOL	BENCENO	ACETONA
pH	6	6	6
Tb	58.5°C	73.5°C	51.7°C
TLC	Stándar	Stándar	Stándar
Humedad	0.1 %	0.05 %	0.1 %
Descripción	Líquido Incoloro	Líquido Incoloro Olor ca- racterís- tico	Líquido Incoloro Olor ca- racterís- tico

La cromatografía del líquido es una prueba indispensable

B CONCLUSIONES

Los disolventes grado espectro son de gran importancia en laboratorios e industrias y la creciente demanda que van teniendo en el país crean la necesidad de producirlos.

Es factible la producción de los mismos empleando procesos discontinuos a nivel de plantas piloto.

Tanto para los disolventes en general como para cada uno de ellos en particular, existen diversos procesos y técnicas de obtención.

No existe un proceso el cuál sea aplicable a todos los disolventes por igual, cada disolvente representa un problema diferente y por lo mismo requiere de un proceso con características específicas.

La selección del proceso ó técnica de obtención para un disolvente particular debe basarse en:

a) Características y propiedades del disolvente en cuestión.

b) Equipo con el que se dispone.

c) Disposición de compuestos químicos necesarios en el proceso de producción.

El análisis es fundamental para el control del proceso, la obtención de resultados y el control de calidad del producto. Del análisis de la materia prima partimos para la selección del proceso.

Referente al equipo el cual es totalmente de vidrio mencionaremos que: El vidrio tiene gran ventaja en el manejo de cualquier fluido corrosivo. Puede manejar cualquier concentración y aún encima del punto de ebullición del fluido.

Las restricciones del equipo de vidrio son:

Bajo esfuerzo y resistencia, pequeña o nula ductibilidad, frágil, quebradizo, e incapacidad de manejar presiones de moderadas a altas.

Tanto el equipo de vidrio como los procesos y técnicas utilizadas en esta tesis para obtener Mentanol y Benceno grado espectro, ofrecieron resultados satisfactorios.

Se obtuvo también la acetona grado espectro, pero con un rendimiento inferior al 20 % debido a las limitaciones del equipo, resultando impráctica su obtención.

Debido al grado de pureza del producto, el manejo, en vasado y almacenaje del mismo tiene una importancia relevante.

La obtención del metanol y benceno grado espectro nos permite visualizar, sobre la obtención de otros disolventes -- grado espectro, utilizando éste equipo o uno similar.

Algunos de los disolventes que pueden ser tratados me diante un proceso adecuado para obtenerlos, grado, espectro -- son:

Diclorometano, tetracloruro de carbono, cloroformo -- acetato de etilo, tolueno, pentano y algunos otros alcoholes.

C BIBLIOGRAFIA

- 1.- A. Wissberger, Eric S. Proskaver
"Technique of Organic Chemistry"
Vol. VII "Organic Solvents"
Cap. II, III, IV. págs. 13-40, 72, 90, 137, 279-296.
Interscience Publishers, Inc. New York 1955
- 2.- E.S. Perry, A. Weissberger
"Technique of Organic Chemistry"
Vol. IV "Distillation"
Cap. I, II, III, X. págs. 1-130, 729-762.
Interscience Publishers, Inc. New York 1965
- 3.- Van Winkle Matthew
"Distillation"
Cap. I, IV págs. 7-43, 160-189
Mc. Graw-Hill Book Company. New York 1967
- 4.- Robert E. Treybal
"Operaciones de transferencia de Masa"
Cap. IX págs. 378-410
Mc. Graw-Hill de México, S.A., de C.V. 1981
5. E. Hála, I Wichterle, J. Polák, T. Boublik
"Vapour Liquid Equilibrium Data at Normal Pressures"
Cap. II págs 231, 232, 233, 104-111.
Pergamon Press London 1968

- 6.- Ju Chin Chu, Rajendra Paul, Robert J. Getty
"Distillation Equilibrium Data"
Cap. I págs 22-24, 143-146
Book Division Reinhold Publishing Corporation.
New York 1957
- 7.- J. Reventós
"Destilación de Alcoholes"
Cap. VIII págs 129-138
Ed. Sintesis España 1962
- 8.- Francisco J. Vallejo
"Alcoholes su Fabricación y usos"
Ed. Hasso Buenos Aires 1945
- 9.- Donald G. Jordan
"Chemical Pilot Plant Practice"
Cap. I, III, IV, V págs 1-28, 55, 56-117
Interscience Publishers, INC. New York 1955
- 10.- Thomas H. Durrans
"Solvents"
Cap. II págs. 60, 63, 67, 77, 78, 94-96, 119-121
D. Van Nostrand Company INC. New York 1957
- 11.- C. Marsden B.S^C., Seymour Mann
"Solvents Guide"
Págs. 9-16, 65-72, 347-355
Cleaver-Home Press LTD. New York 1963
- 12.- Charles D. Holland, Rayferd G. Anthony
"Fundamentals of Chemical Reaction Engineering"
Cap. VII págs. 282-293
Prentice-Hall, Inc. New Jersey 1979.

- 13.- David M. Himmelblau
"Principios y Cálculos Básicos
de la Ingeniería Química"
Cap. III, IV págs. 147-148-207; 475-543
Compañía Editorial Continental, S.A. 1970.
- 14.- Jesús Tavera Barquín
"Seguridad Industrial"
Págs. 87-98, 171, 172-182, 341-346
A.M.H.S.A.C. México 1981
- 15.- Vogel 's
"Textbook of Practical Organic Chemistry"
Cap. II págs. 264, 265, 268, 269, 275, 276
Longman New York 1978
- 16.- Lepold Schefflan, PHD., Morris B. Jacobs, Ph D.
Cap. I, II, IV, V, VI, IX págs. 79-35-37, 121,-
122, 492, 494 1-2 , 36-54 D. Van Nostrand Compa
ny, Inc.
New York 1953
- 17.- Ibert Mellan
"Handbook of Solvents"
Vol I Seco III págs 161, 162, 163, 169, 1 7
Reinhold Publishing Corporation New York 1957
- 18.- Perry
"Chemical Engineers Handbook"
Cap. 13 págs. 54-59
Mc. Graw-Hill Book Company

- 19.- L. Wallace Cornell and
Ralph E. Montana.
"Studies in Distillation"
Industrial and Engineering Chemistry
December 1933 págs. 1331-1333.
- 20.- Charles J. Robert, Webster B. May.
"Solubility Relations of the
Benzene-Water System"
A.I.Ch. E. Journal.
págs. 285-289 (1959)
- 21.- Victor, Villavecchia
Dr. José Estatella
"Tratado de Química Análitica Aplicada"
págs. 55-58, 102-109.
Ed. Gustavo Gili S. A. 1949
- 22.- Specifications for the Quality Control
of Pharmaceutical Preparations. Acetona
World Health Organization 1967
- 23.- N. IRVING SAX
"Dangerous Properties of Industrial Materials"
págs. 351, 490, 908
Van Nostrand Reinhold Company 1975
- 24.- Cremer & Davis
"Chemical Engineering Practice"
Vol. 1 Butlerworths Publications, Londres 1956
- 25.- Donald Q. Kern
"Process Heat Transfer"
Págs. 804, 805, 816, 840.
Mc. Graw-Hill Company 1950

- 26.- Clark, E
"Equipment and Safety Keys to Pilot
Plant Success"
Chemical Engineering Pág. 119,122
Julio 28, 1958
- 27.- Coulter, K.
"Depth Analysis in Plant Safety"
Chemical Engineering Progress
Vol. 61 No. 2 Febrero 1965 Pág. 47-50
- 28.- Lowenstein, J.
"Pilot Plant Operations: A Pilot Plant
Safety Program"
Chemical Engineering Progress
Septiembre 1979 Pág. 51-64
- 29.- Brown, C. L. et al
"Philosophy of Pilot Plants"
Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 45
Nov. 8 1953 pág. 1619-1628
- 30.- Vilbrandt, Frank.
"Use and Function of Pilot Plants in
Chemical Industries"
Industrial and Engineering Chemistry
Vol. 87 No. 5 1945 Pág. 418-421
- 31.- Gwin, G.T. y L.T Yule
"General Purpose Pilot Plant"
Industrial and Engineering Chemistry
Vol. 41, Abril 1949 Pág. 862-867
- 32.- McDowell, David
"Materials of Construction Report"
Chemical Engineering, Nov. 11 1974, pág. 136-164