

300618

10



UNIVERSIDAD LA SALLE ^{2y}

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

**DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UNA TORRE
EMPACADA DE EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO
PARA EL LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA
DE LA UNIVERSIDAD LA SALLE**

TESIS PROFESIONAL

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO**

P R E S E N T A N

JOSE LUIS GUTIERREZ PALACIOS

HECTOR PORRAGAS MORENO

DIRECTOR DE TESIS: M. C. ANTONIO VALIENTE B.

MEXICO, D. F.

1991



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está 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.

ÍNDICE

I. GENERALIDADES	
SOBRE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO	1
Equilibrio de fases	
Sistemas ternarios	
Coordenadas triangulares	
Datos de equilibrio (experimental)	
Coordenadas rectangulares	
Curvas de distribución	
Contacto por etapas	
Corriente cruzada y contracorriente	
Balance económico	
II. GENERALIDADES SOBRE TORRES	
EMPACADAS DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO	50
Descripción general	
Tipos y selección de empaque	
Interpretación de datos	
Sistema empleado	64
Curva de equilibrio	
III. DISEÑO DE EQUIPO	71
Diseño del diámetro	
Inundación y caída de presión	
Memorias de cálculo	
Tabla de resultados	
Características de la columna empacada	87
IV. EXPERIMENTACIÓN	89
Descripción del equipo	
Corrida experimental	
Cálculos	
Resultados	96
V. PRÁCTICA PROPUESTA	105
Objetivo	
Procedimiento	

VI. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	108
BIBLIOGRAFÍA	110

CAPÍTULO I

GENERALIDADES SOBRE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

La extracción líquida denominada algunas veces extracción con disolventes, es la separación de los componentes de una solución líquida por contacto con otro líquido insoluble.

En forma general se describe como un procedimiento para separar una mezcla homogénea de dos o más sustancias formando un sistema de dos fases líquidas con la ayuda de otro líquido.

La extracción líquido-líquido es un método de separación físico y en la mayoría de los casos no provoca cambios químicos, lo cual es una ventaja en la purificación o recuperación de productos químicos.

Esta operación como medio de separación o purificación puede ser llevada a cabo de distintas maneras, siendo siempre importante la distribución de una sustancia entre dos líquidos inmiscibles.

En todas las operaciones de este tipo, la solución que se va a extraer se llama alimentación y disolvente el líquido con el cual se pone en contacto la alimentación. El producto de la operación rico en disolvente se llama EXTRACTO y el líquido residual de donde se separó el soluto es el REFINADO.

La extracción supone el uso de sistemas compuestos por tres sus-

tancias cuando menos, aunque las fases insolubles son predominantemente distintas desde el punto de vista químico, en la mayoría de los casos, los tres componentes se encuentran en cierto grado tanto en el extracto como en el refinado.

EQUILIBRIO DE FASES. De acuerdo con el número de componentes de un sistema, puede ser llamado binario (dos componentes), ternario (tres componentes), cuaternario (cuatro componentes), etc. En los procesos de extracción por lo menos deben estar presentes tres componentes, tema en el que abundaremos en este trabajo.

SISTEMAS TERNARIOS. Los sistemas ternarios como su nombre lo indica están formados por tres componentes, que al ser combinados pueden formar una, dos o tres fases líquidas considerando que no hay reacción química entre éstas. Con el objeto de simplificar y entender estos sistemas se usa la representación gráfica, la cual involucra construir diagramas que nos presentan las composiciones de los componentes en coordenadas triangulares, siendo posible involucrar la temperatura en ángulo recto al plano de las mismas. Esto produce figuras prismáticas en las que es conveniente considerar secciones isotérmicas.

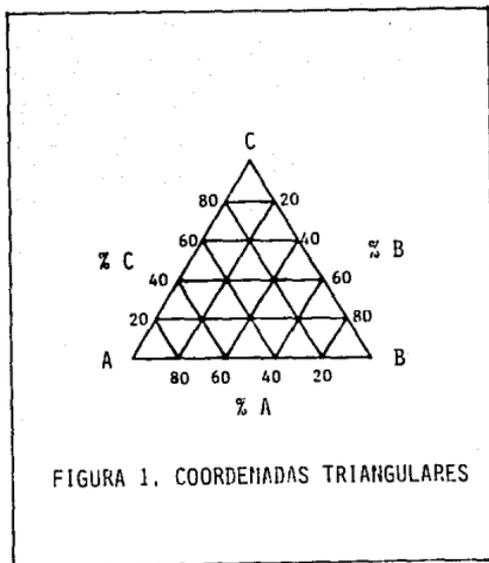
COORDENADAS TRIANGULARES. Para el estudio de las coordenadas triangulares es necesario definir un esquema de notación, un esquema práctico se describe a continuación.

1. A y B básicamente son líquidos puros insolubles.
2. C es el soluto distribuido.
3. La mezcla a separarse está compuesta de A y C.

4. B es el disolvente de extracción.
5. E es el extracto.
6. R es el refinado.

Nota. Las cantidades libres de disolvente (libres de B) serán indicadas mediante letras con prima.

Estas coordenadas (figura 1) se utilizan extensamente en la literatura química para describir graficamente las concentraciones en sistemas ternarios.



Para este efecto se usa principalmente el triángulo equilátero, aprovechando sus propiedades geométricas; la altura será la composición en el cien por ciento (100 %) y las distancias entre los tres lados los porcentajes o fracciones de los tres componentes.

Cada vértice del triángulo representará a un componente puro.

Todo punto en un lado del triángulo representará una mezcla binaria de los componentes que formen esta línea, así, en la figura 2, el punto M es una mezcla que contiene cuarenta por ciento (40 %) de B y sesenta por ciento (60 %) de C.

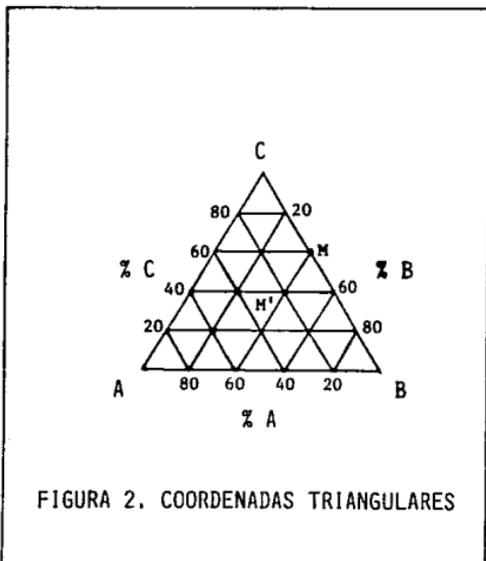
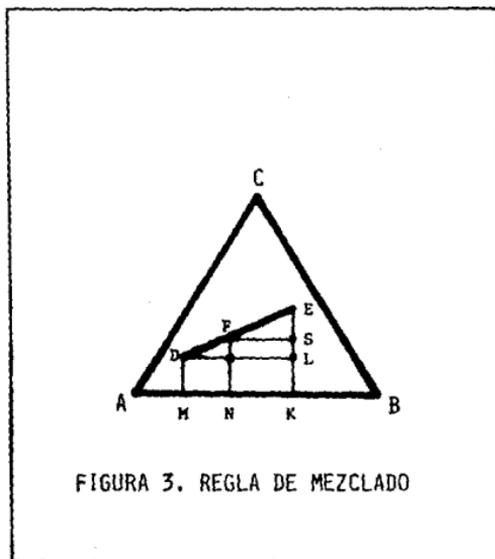


FIGURA 2. COORDENADAS TRIANGULARES

Un punto dentro del triángulo representa una mezcla ternaria. el punto M' contiene veinte por ciento (20 %) de A, cuarenta por ciento (40 %) de B y cuarenta por ciento (40 %) de C.

Los puntos fuera del triángulo representan mezclas homogéneas y sólo tienen significado desde el punto de vista de la construcción geométrica.

Son así mismo importantes otras proporciones características de este tipo de figuras (figura 3) si D libras de la mezcla represen-



tada por el punto D se agrega a E libras de la mezcla E, la mezcla resultante tendrá la composición F, la cual está en la línea recta

DE, de modo que:

$$E/D = \overline{FD}/\overline{EF} \dots (1)$$

La prueba de la ecuación (1) ha sido establecida en la figura 3, en la cual se representan de nuevo las mezclas E, D y F.

El balance de materia total para el proceso de mezcla es el siguiente:

$$D + E = F \dots (2)$$

y el correspondiente al componente C es:

$$DX_{cd} + EX_{ce} = FX_{cf} \dots (3)$$

por eliminación de F:

$$E/D = (X_{cf} - X_{cd}) / (X_{ce} - X_{cf}) \dots (4)$$

pero; $X_{cf} = FN$, $X_{cd} = DM$, $X_{ce} = EK$; por lo que:

$$E/D = (FN - DM) / (EK - FN) \dots (5)$$

Por analogía si se separa E de F, el punto D que representa el residuo, está en la línea recta EF, que se prolonga pasando por F, y se aplica nuevamente la anterior relación de pesos y segmentos lineales. Pueden usarse mediciones geométricas de esta índole para cálculos cuantitativos o pueden calcularse los pesos aritméticamente, a partir de las composiciones por medio de la ecuación (4).

Volviendo a la figura 3 es evidente, por lo que ha sido descrito, que todos los puntos que se encuentran en la línea AB representan mezclas con razones constantes de C a B y cantidades variables de A. Cuanto más cerca está el punto H del punto A, tanto más rica es la mezcla H en el componente A; si se separa todo el componente A de la mezcla H resulta la mezcla binaria representada en G.

SISTEMAS DE TRES LÍQUIDOS. Si los tres componentes se mezclan en todas proporciones con formación de soluciones homogéneas, el

sistema carece de importancia para la extracción en fase líquida.

Los sistemas en que ocurre inmiscibilidad, que son los que nos interesan aquí, pueden clasificarse como sigue:

- TIPO 1. Formación de un par de líquidos parcialmente miscibles.
- TIPO 2. Formación de dos pares de líquidos parcialmente miscibles.
- TIPO 3. Formación de tres pares de líquidos parcialmente miscibles.
- TIPO 4. Formación de fases sólidas.

TIPO 1. En un sistema de esta naturaleza (figura 4), los pares de líquidos AC y BC son miscibles en todas proporciones a la temperatura que prevalece; AB son parcialmente miscibles y los puntos D y E representan las soluciones saturadas en el sistema binario; un ejemplo de ésto es el sistema: benceno (A), agua (B) y etanol (C).

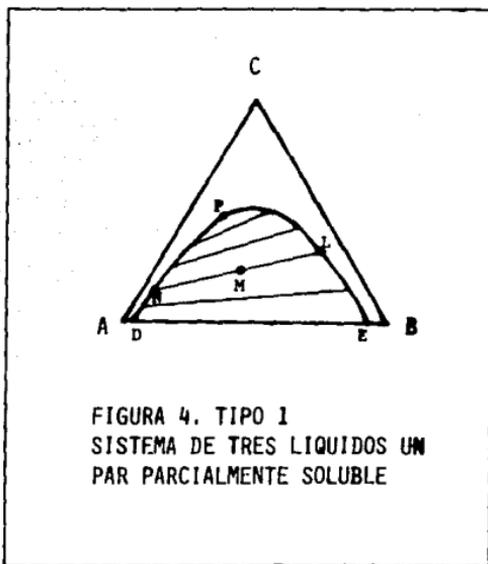
Todas las mezclas de los componentes representados por puntos en el área por fuera de la curva DNPLE son soluciones homogéneas, de una sólo fase líquida mientras las mezclas en el interior del área limitada por la curva y la línea DE forman dos capas líquidas insolubles.

La curva DNPLE representa las soluciones saturadas y se llama curva de solubilidad o binodal, la cual indica el cambio de solubilidad de las fases ricas en A y B al agregar C.

Una mezcla ternaria por debajo de la curva, como M, forma dos fases líquidas insolubles saturadas de composiciones en el equilibrio indicadas por N rico en A y por L rico en B, la línea NL que une estas composiciones en el equilibrio es una línea de unión, que necesariamente debe pasar a través del punto M, que representa la mez-

cia como un todo.

El área de heterogeneidad ha de imaginarse como llena de un número infinito de líneas de unión. Estas líneas no son paralelas y de ordinario cambian de pendiente lentamente en una dirección al cambiar la concentración.



Sin embargo, son bastante comunes los casos en que hay inversión de la pendiente, a estos sistemas se les llama solutrópicos, como es el sistema benceno, piridina y agua.

La solutropía desaparece frecuentemente cuando se calculan las

concentraciones en fracciones molares en vez de fracciones en peso.

En el caso del sistema de la figura 4, es evidente que cuando se añade el componente C a una mezcla líquida heterogénea de A y B se distribuye desigualmente entre las dos capas conjugadas con mayor concentración en las soluciones ricas en B.

A medida que se agrega más C a una de estas mezclas, aumenta la solubilidad mutua de A y B. En el punto P, punto de pliegue se juntan las dos ramas de la curva de solubilidad o binodal.

Las líneas de unión disminuyen de longitud a concentraciones más altas de C, hasta que se desvanecen en el punto de pliegue.

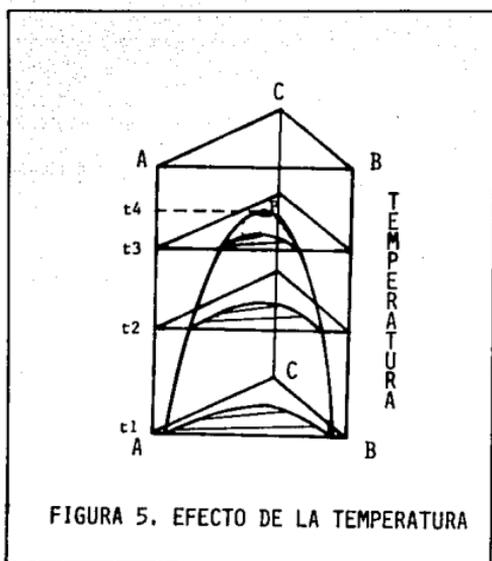
EFFECTO DE LA TEMPERATURA. Para mostrar claramente este efecto se requiere de una figura tridimensional (figura 5); en este diagrama la temperatura está graficada verticalmente.

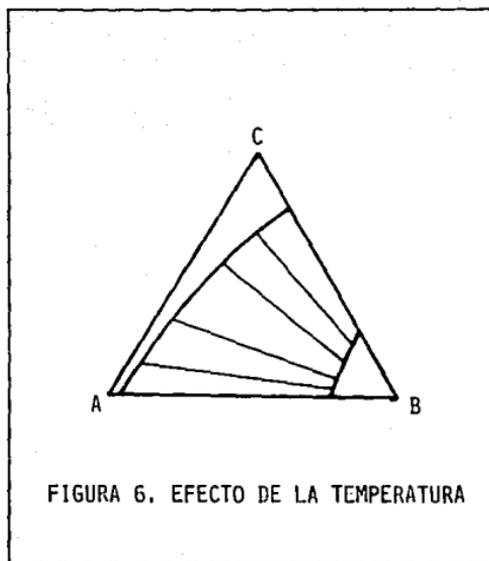
Para muchos sistemas de este tipo, la solubilidad mutua de A y B aumenta al aumentar la temperatura; arriba de cierta temperatura t_4 , a temperatura crítica de solución, A y B se disuelven completamente.

El aumento de solubilidad a temperaturas mas altas influyen considerablemente sobre el equilibrio ternario; ésto se aprecia mejor en la figura 6.

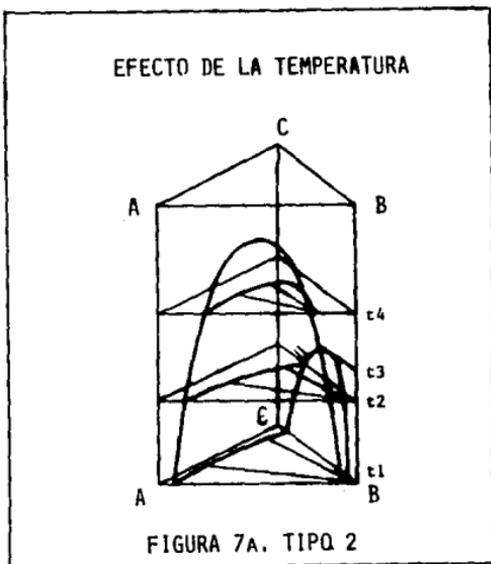
No sólo decrece el área de heterogeneidad a temperaturas más altas sino que también las pendientes de las líneas de unión.

EFFECTO DE LA PRESIÓN. Excepto a presiones muy elevadas, el efecto de la presión sobre el equilibrio líquido es tan pequeño que generalmente puede ignorarse.





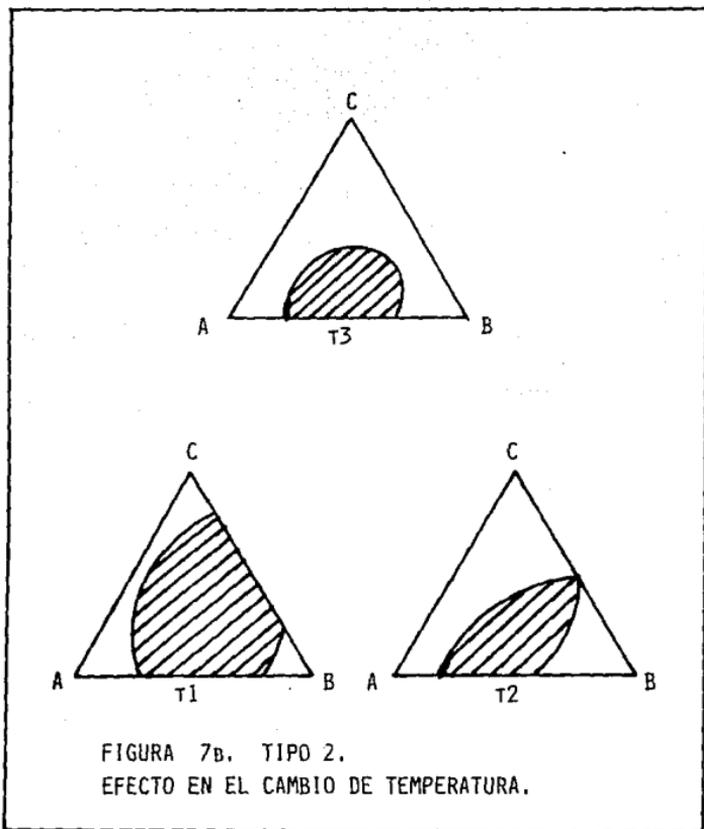
TIPO 2. Un ejemplo de este tipo es el sistema clorobenceno (A), agua (B) y metilbenceno (C). A y C son completamente solubles, mientras que A-B y B-C presentan solubilidad limitada. Figura 7a.



El área en el interior de la banda que atraviesa el triángulo representa mezclas que forman dos capas líquidas y cuyas composiciones están en los extremos de las líneas de unión que pasan por los puntos que representan las mezclas como conjunto.

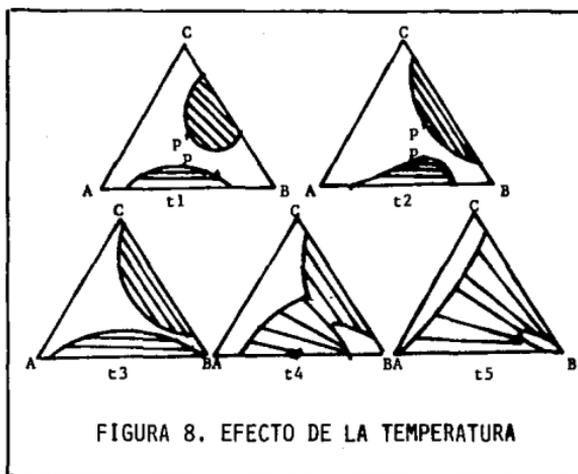
Este tipo de diagrama de solubilidad se considera frecuentemente derivado de una situación más simple por un cambio en la temperatu-

ra como se muestra en la figura 7b.



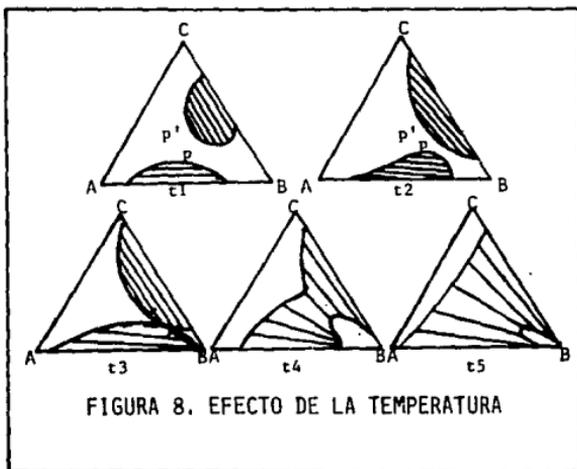
EFFECTO DE LA TEMPERATURA. Generalmente al aumentar la temperatura aumenta la solubilidad mutua, al mismo tiempo ese incremento modifica la pendiente de las líneas de unión.

En otros casos ocurren cambios de temperatura más complicados tal es el caso del sistema; metanol (A), isooctano (B) y nitro-benceno (C), como se muestra en la figura 8.



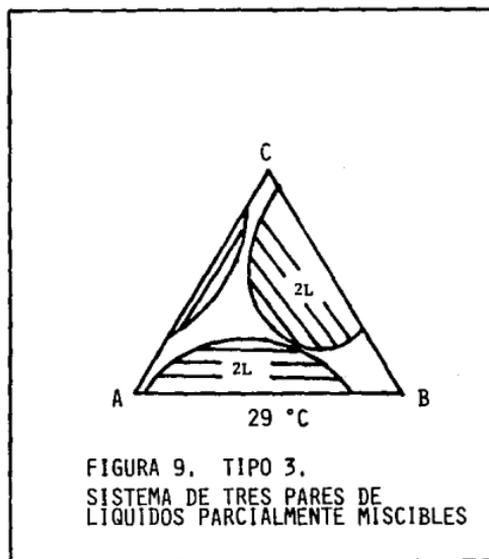
$$T_1 > T_2 > T_3 > T_4 > T_5$$

El punto D, el punto de cuello, es el punto inicial de contacto de las curvas binodales separadas y representa la fusión de los puntos de pliegue separados, P y P'.



T1 > T2 > T3 > T4 > T5

TIPO 3. Estos sistemas son relativamente inusuales y pueden llegar a ser sumamente complejos en las relaciones variables que surgen al cambiar la temperatura. Un ejemplo de este sistema es; etilenglicol (A), alcohol laurílico (B) y nitrometano (C), mismo que se representa en la figura 9, en la que se observan tres regiones separadas (2L) de mezclas de dos líquidos en equilibrio.

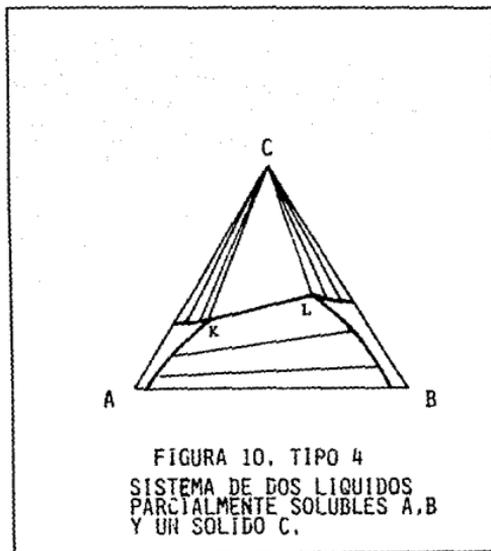


Las líneas de unión de la figura son esquemáticas y sirven solamente para indicar la naturaleza general de las concentraciones

ha formado un área de equilibrio sólido-líquido (L+B).

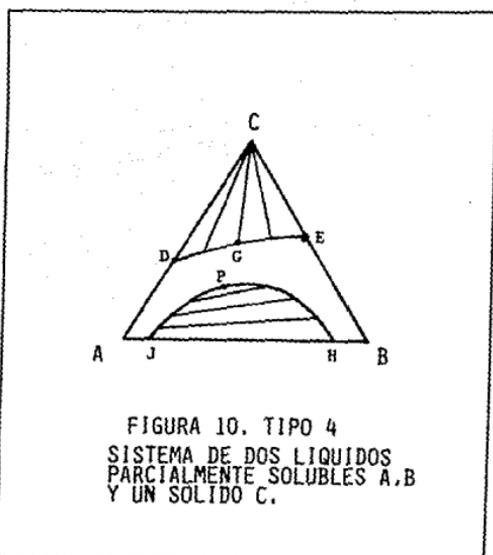
TIPO 4. Estos sistemas pueden ser muy complejos en cuanto al número de equilibrios existentes y para una descripción completa de sus posibilidades deberán consultarse algunos de los trabajos clásicos sobre las reglas de las fases.

Hágase referencia a la figura 10, que es un tipo que ocurre



comunmente. A temperatura T_1 , A y B son líquidos solubles sólo

parcialmente y C es un sólido. Las solubilidades de C en A puro y en B puro respectivamente, están dadas por los puntos D y E. pero la solubilidad del sólido se modifica cuando están presentes los dos líquidos A y B como muestra la curva DE.



Las mezclas ternarias, como la correspondiente a F, forman una solución saturada como en G y cristales del sólido C.

La región de equilibrio de dos líquidos limitada por la curva JPH. es similar al TIPO 1. Una región que contiene solo una fase

líquida separa las dos áreas heterogéneas a T_2 menor a T_1 , las solubilidades mutuas se vuelven menores y las regiones de heterogeneidad se expanden y se unen.

A temperatura aún más baja T_3 , la curva binodal del líquido es interrumpida por la curva de solubilidad del sólido. Todas las mezclas ternarias que se encuentran dentro del triángulo CKL forman tres fases: C sólida y las fases líquidas saturadas K y L. Un ejemplo de este tipo de sistemas es; anilina (A), isooctano (B) y naftaleno (C).

DETERMINACION EXPERIMENTAL DE LOS DATOS DE EQUILIBRIO. Suponiendo que son fácilmente realizables los análisis químicos de los tres componentes en el sistema se pueden determinar simultáneamente las líneas de unión y correctamente la curva binodal.

Si un termostato se agita una mezcla de la composición M a la temperatura correspondiente a la del diagrama (figura 11), al dejar la mezcla en reposo se forman dos capas N y O. Estas capas pueden separarse con más comodidad si la mezcla original se prepara en un embudo de separación y se analiza cada uno de ellos en cuanto a dos componentes.

La repetición de este procedimiento con diferentes composiciones totales de la mezcla dará por resultado el conocimiento del diagrama completo.

De ordinario es difícil efectuar análisis de dos de los componentes y en estos casos es necesario determinar por separado las curvas binodales y las líneas de unión. Si se prepara una mezcla de peso y composición conocidos y se valora con B puro mientras

se mantiene en un termostato se observará una turbiedad al agregar suficiente B para producir una solución en la curva de solubilidad en L.

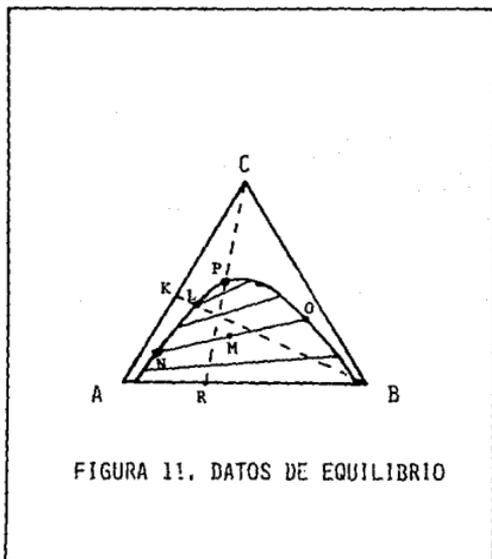


FIGURA 11. DATOS DE EQUILIBRIO

La composición en L puede calcularse a partir de las cantidades de los líquidos usados. Así pueden determinarse puntos a lo largo de la porción rica en A de la curva de solubilidad hasta el máximo porcentaje de C en la curva. Para las partes ricas en B, es necesario valorar mezclas conocidas de C y B con A.

Estos datos no dan las líneas de unión, que han de determinarse por separado.

Si analíticamente se puede cuantificar con facilidad un componente de los tres, pueden prepararse capas de equilibrio, como las correspondientes a N y O, a partir de una mezcla como M, analizar estas capas en referencia a ese componente y determinar así la composición de N y O, ya que han de estar en la curva de solubilidad.

Si se dificulta el análisis de los tres componentes, de ordinario es factible determinar a lo largo de la curva binodal una propiedad física de la mezcla, la cual cambie con la concentración en forma significativa para poder ser usada con fines de medición analítica.

Un ejemplo de estas propiedades físicas puede ser la densidad o el índice de refracción, ya que son fáciles de medir, así la determinación de la densidad de las capas N y O, en relación con una gráfica de densidad en función del porcentaje de C, a lo largo de la curva de solubilidad determinará la posición de N y O.

En estos métodos se proporciona una confirmación independiente, del balance del material, el hecho que la composición total de una mezcla en equilibrio, como M, ha de quedar en la línea recta ON, que une las capas en equilibrio. Un trabajo rápido pero mucho menos exacto, es el de utilizar el principio de que los pesos de las capas son inversamente proporcionales a las longitudes de los segmentos de la línea de unión, para determinar la composición de las capas conjugadas, si se conoce completamente la curva binodal.

Si se prepara la mezcla de composición conocida correspondien-

te a M en una probeta graduada, puede leerse directamente los volúmenes de la bicapa en equilibrio que se forma. Se pueden medir sus densidades, sin separarlas, con una balanza de Westphal, y con ella calcular los pesos relativos. La posición del punto de pliegue puede establecerse experimentalmente localizando primero por tanteo una mezcla de dos fases R. Si se agrega a esta mezcla el componente C las dos fases líquidas pasarán a una sólo fase en el punto de equisolubilidad P.

Si se usa alguna mezcla distinta de R, la intercara pasará al fondo o a la parte superior de la mezcla al agregarse.

Lo más recomendable para localizar el punto de pliegue es por tratamiento empírico de los datos de la línea de unión.

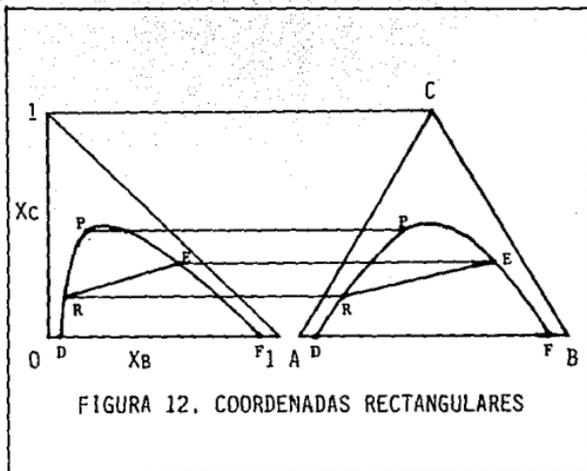
COORDENADAS RECTANGULARES PARA DATOS EN SISTEMAS TERNARIOS.

Los equilibrios ternarios suelen describirse en las coordenadas triangulares equiláteras, y en estos diagramas se hacen directamente y con mucha comodidad muchos cálculos de extracción.

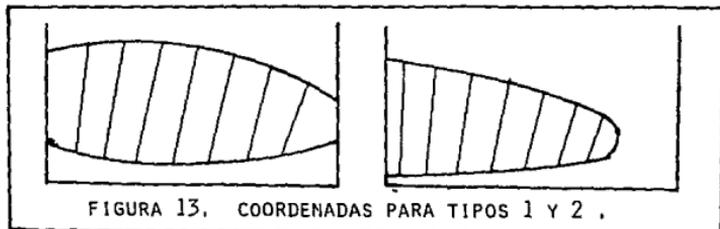
Generalmente se ha desarrollado el uso de sistemas de coordenadas rectangulares, para hacer más fácil la interpretación gráfica de los sistemas de extracción; figura 12.

En esta figura se muestra una gráfica de XB en función de XC, es en realidad un triángulo rectángulo y en la que se muestran sus relaciones con las coordenadas triangulares, ya que se han trazado para cada una de las gráficas los puntos correspondientes.

Los porcentajes de A se determinan por la diferencia de 100.



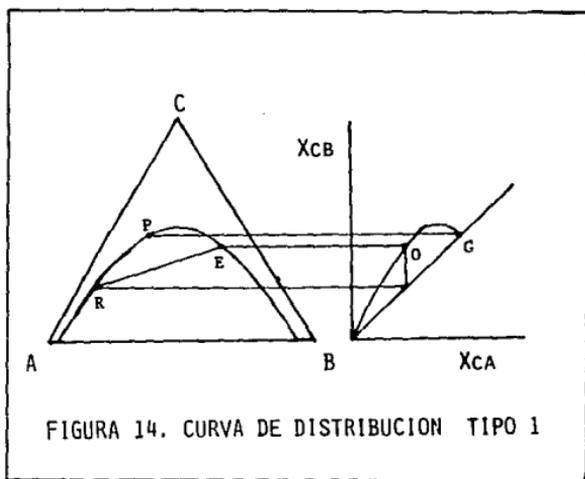
En la siguiente gráfica (figura 13), de coordenadas para sistemas representativos de los tipos 1 y 2. Es suficiente observar en éstas, que las escalas en cualquiera de los ejes pueden aumentarse a voluntad desigualmente si ello es conveniente.



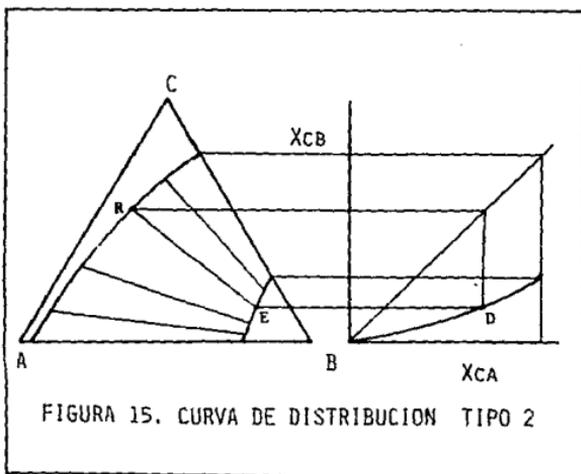
CURVAS DE DISTRIBUCIÓN. Se han ideado muchos métodos para -
trazar gráficamente las concentraciones de soluciones conjuga-
das, con objeto de relacionar datos y facilitar la interpolación.

Preferentemente estas gráficas son rectilíneas para todos los
sistemas, pues entonces, además de facilitarse la extrapolación
se pueden usar dos líneas de unión determinadas para predecir
con seguridad las posiciones de todas las demás.

La curva de distribución más sencilla es una gráfica de la con-
centración de C en la fase rica en A (X_{CA}) en función de la con-
centración de equilibrio de C en la fase rica en B (X_{CB}), véase
la figura 14, en la que se muestran varias curvas representativas
en relación con diagramas de fases completos correspondientes.

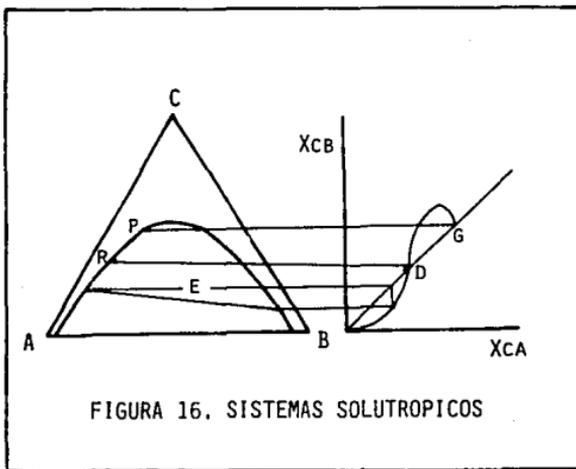


En A, para un sistema que representa el tipo 1, el punto D en el diagrama de distribución corresponde a la línea de unión RE y la curva en que esta incluido D representa entonces todas las líneas de unión, la curva asciende, pasa por un máximo y necesariamente vuelve a unirse a la diagonal de 45° en G, correspondiente al punto de pliegue P. El que la curva quede por encima o por debajo de la diagonal depende evidentemente de cual de las sustancias no consolutas de la mezcla ternaria se haya designado como A y de cual como B. La razón X_{CB}/X_{CA} en cualquier punto de la curva, es el coeficiente de distribución que es igual a uno en el punto de pliegue.



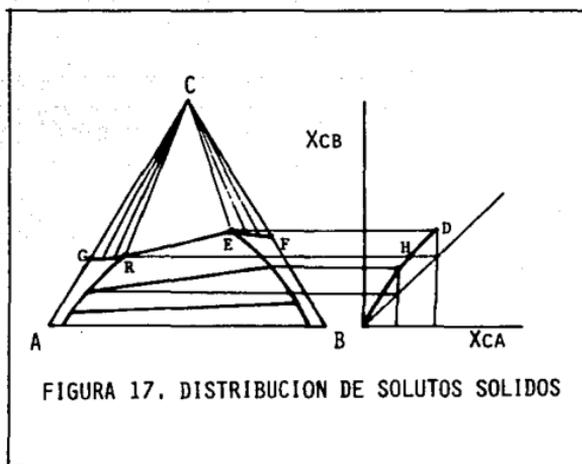
En la figura 15, se ve la curva de distribución para un sistema de tipo 2, la cual se detiene en la línea de unión correspondiente a la mutua solubilidad en el binario BC.

En sistemas solutrópicos como la figura 16, la curva de distribución se interseca con la diagonal de 45° , en el punto correspondiente a la línea de unión RE.



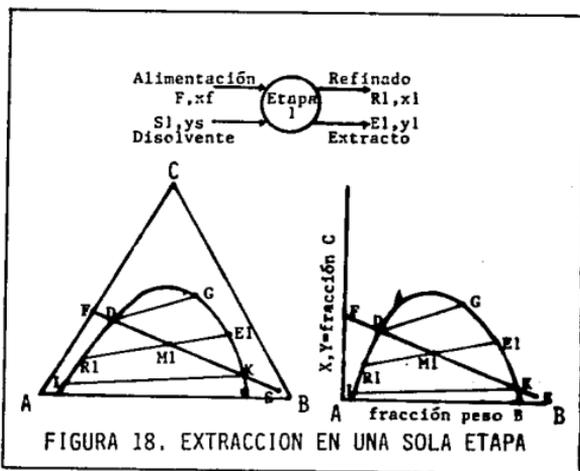
El diagrama siguiente, figura 17, es representativo de la distribución de muchos solutos sólidos y se ve en él que el coeficiente, es casi igual a la razón entre las solubilidades de C

en B y A puros, representada gráficamente por los puntos F, G y H.



CONTACTO POR ETAPAS. En el análisis que sigue, se considera que cada etapa es una etapa teórica o ideal: por lo tanto, el extracto efluente y las soluciones del refinado están en equilibrio, una con respecto a la otra. Cada etapa debe incluir medios para facilitar el contacto de los líquidos insolubles y para separar fácilmente las corrientes de los productos.

EXTRACCION EN UNA SOLA ETAPA. Puede ser una operación por lotes o continua. El diagrama de flujo muestra la etapa de extracción (figura 18). La alimentación de masa F (si es por lotes) o F masa/tiempo (si es continuo), contiene a las sustancias A y C a ' x_f ' fracción peso de C . Ésta se pone en contacto con la masa ' S_1 ' de un disolvente, principalmente B , que contiene ' y_s ' fracción mol de C , para dar el extracto ' E_1 ' y el refinado ' R_1 ', en masa o masa/tiempo.



Entonces, la recuperación de disolvente B a partir de cada corriente de productos.

La operación se puede seguir mediante cualquiera de los dia-

gramas de fase, como se muestra. Si el disolvente es B puro, se grafica en el vértice B; empero, como algunas veces se ha recuperado de una extracción previa, contiene un poco de A y de C, como se muestra en la localización de S.

Cuando S se agrega a F, se produce en la etapa de extracción una mezcla M1 que, al asentarse, forma las fases en equilibrio E1 y R1, unidas por la línea de unión a través de M1.

Un balance de materia total es de la siguiente manera:

$$F + S1 = M1 = E1 + R1$$

y el punto M1 puede localizarse sobre la línea 'FS' mediante la regla de mezclado, ecuación (4); sin embargo, generalmente es más satisfactorio localizar M1, calculando su concentración de C.

Así un balance de C proporciona:

$$Fxf + S1ys = M1x_{m1}$$

de donde se puede calcular x_{m1} . En forma alternativa, puede calcularse la cantidad de disolvente para proporcionar cierta ubicación en M1 sobre la línea FS:

$$S1/F = (xf - x_{m1})/(x_{m1} - y1)$$

Las cantidades de extracto y refinado se pueden calcular mediante la regla de mezclado, ecuación (4), o mediante el balance de materia para C:

$$E1y1 + R1x1 = M1x_{m1}$$

$$E1 = M1(x_{m1} - x1)/(y1 - x1)$$

y R1 puede calcularse mediante la ecuación de balance de materia total.

Puesto que se deben formar dos fases insolubles en una operación de extracción, el punto M1 debe caer dentro del área líquida heterogénea, como se ve en la (figura 19). Así, la cantidad

mínima de disolvente M1 se encuentra ubicado en D, que entonces proporcionará una cantidad infinitesimal de extracto en G; la cantidad máxima de disolvente M1 se encuentra ubicado en K, la curva proporciona una cantidad infinitesimal de refinado en L.

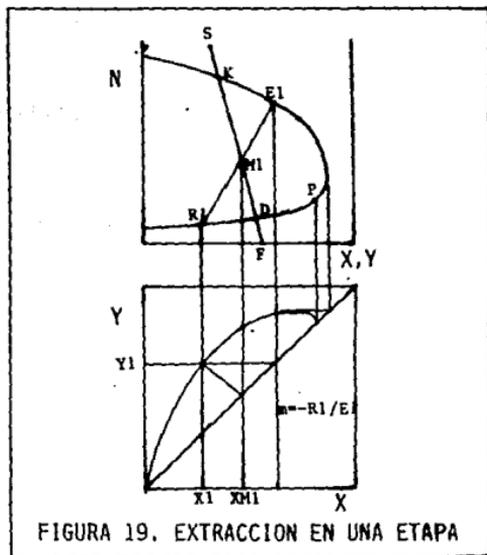


FIGURA 19. EXTRACCIÓN EN UNA ETAPA

El punto L también representa el refinado con la concentración mínima posible de C; si se requiere un valor menor, el disolvente recuperado S deberá tener una concentración más pequeña de C.

Los cálculos para los sistemas de dos pares líquidos insolubles,

o con un sólido distribuido, se hacen exactamente de la misma forma.

También pueden hacerse todos los cálculos en una base libre de disolvente, como en la parte superior de la figura 19. Si el disolvente S es puro B, su valor N es infinito; entonces la línea 'FS' es vertical. Los productos E1 y R1 caen sobre la línea de unión a través de M1, que representa toda la mezcla. Los balances de materia para utilizarse con este diagrama, deben hacerse con una base libre de B. Entonces:

$$F' + S' = M1' = E1' + R1'$$

Un balance para C, sería como sigue:

$$F'Xf + S'Ys = M'1 X_{m1}$$

$$E'1Y1 + R'1X1 = M'1 X_{m1}$$

y para B:

$$F'Nf + X'Ns = M'1N_{m1} = E'1N_{e1} + R'1N_{r1}$$

Generalmente, $Nf=0$, puesto que la alimentación no contiene B.

Es posible calcular las coordenadas de M'1, ubicar el punto M1 sobre la línea 'FS', localizar la línea de unión y calcular los pesos libres de B, E'1 y R'1:

$$E'1 = M'1(X_{m1} - X1)/(Y1 - X1)$$

y R'1 se obtiene mediante la ecuación de balance total libre de B. Entonces, los pesos totales del extracto saturado y del refinado son:

$$E1 = E'1 (1 + N_{e1}) \quad R1 = R'1 (1 + N_{r1})$$

Si el disolvente es B puro, en donde $Ns = \text{infinito}$, estas ecuaciones aún se aplican, con la simplificación de que $S' = 0$, $Ys = 0$, $S'Ns = B$ y $F' = M'1$. La cantidad mínima y máxima de disolvente corresponde a colocar M1 en D y en K sobre la figura 19.

como antes.

Las ecuaciones para el balance de materia total en base libre de B y la del balance para C, nos llevan a:

$$R'1/E'1 = (Y1 - X_{m1})/(X_{m1} - X1)$$

Cuando el extracto y el refinado en el equilibrio están ubicados sobre el diagrama inferior de la figura 19, se ve que la ecuación anterior es la ecuación de la línea de operación que se muestra, de pendiente:

$$- R'1/E'1$$

EXTRACCION EN VARIAS ETAPAS A CORRIENTE CRUZADA. Esta extracción es la ampliación de la extracción en una sola etapa, en la cual el refinado se pone en contacto sucesivo con el disolvente fresco, existen dos variedades de este, que pueden ser: en forma continua o por lotes.

Bajo este sistema se obtiene un único refinado al final, los extractos se pueden combinar para obtener el extracto final compuesto, pudiéndose utilizar el número de etapas que se deseen.

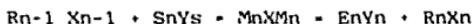
En la figura 20, se observa este sistema en coordenadas triangulares y libres de solvente.

Todos los balances de materia para una sola etapa se aplican obviamente a la primera etapa. Las consecutivas etapas pueden ser trabajadas en la misma forma, excepto la de 'alimentación', que para el caso de cualquier etapa es el refinado de la etapa anterior.

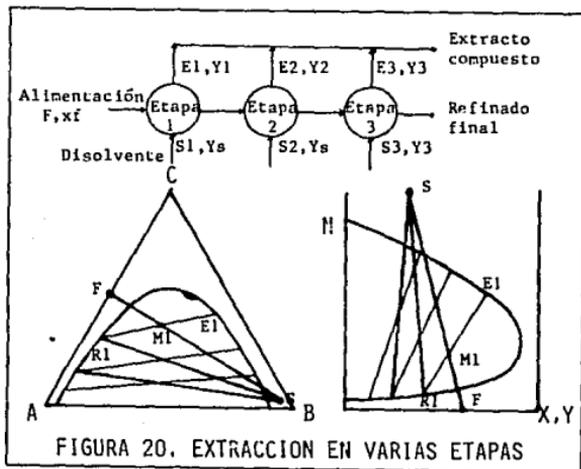
Entonces para cualquier etapa, etapa 'n'; balance total:

$$R_{n-1} + S_n + M_n = E_n + R_n$$

balance para C:



En las ecuaciones antes presentadas se pueden lograr cálculos de las cantidades para cualquier tipo de gráfica.

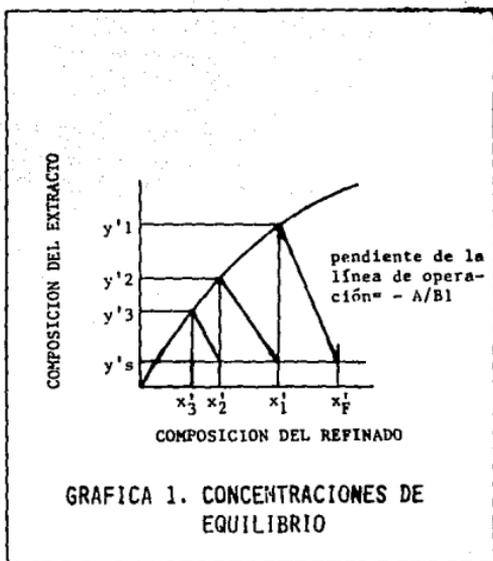


Pueden utilizarse diversas cantidades de disolventes en diferentes etapas, y aún diferentes temperaturas, en cuyo caso se debe calcular cada etapa con la ayuda de un diagrama de fases a la temperatura apropiada. Para una determinada concentración del refinado se utilizará tanto menor cantidad total de disolvente cuanto mayor sea el número de etapas.

LÍQUIDOS INSOLUBLES. Cuando el disolvente de extracción y la solución de alimentación son insolubles y permanecen así en todas

las concentraciones del soluto distribuido que se encuentra en la operación, los cálculos se pueden simplificar.

Con esta idea, las concentraciones en el equilibrio se aprecian en la siguiente gráfica:



Puesto que los líquidos A y B son insolubles, habrá A kg de esta sustancia en todos los refinados. En forma similar, el extracto de cada etapa contiene todo el disolvente B que se alimentó en esa etapa. Un balance de soluto C en cualquier etapa n es:

$$Ax'n-1 + BnY's = BnY'n + Ax'n$$

$$= A/Bn \cdot (Y's - Y'n)/(X'n-1 - X'n)$$

Esta es la ecuación de la línea de operación para la etapa n , con pendiente A/B_n que pasa a través de los puntos (X'_{n-1}, Y'_s) y (X'_n, Y'_n) .

La construcción para la extracción en 3 etapas, también se observa en la figura anterior, en donde para cada etapa se traza una línea de pendiente (m) apropiada para esa etapa. Cada línea de operación interseca a la curva en el equilibrio en las composiciones del extracto y del refinado. No es posible ningún refinado de concentración menor a aquella en equilibrio con el disolvente entrante.

EXTRACCION EN VARIAS ETAPAS A CONTRACORRIENTE CONTINUA. Las corrientes de extracto y de refinado fluyen de etapa en etapa a contracorriente y proporcionan dos productos finales: RN_p y el extracto E_1 .

Para un grado de separación, este sistema de operación requiere un menor número de etapas para una cantidad dada de disolvente, o menos disolvente para un número fijo de etapas que los métodos a corriente cruzada expuestos anteriormente.

En la figura número 21 se observa este sistema sobre coordenadas rectangulares. La construcción del triángulo equilátero es la misma al de las coordenadas rectangulares.

Un balance total de materia es:

$$F + S = E_1 + RN_p = M$$

M indica el punto de ubicación sobre la línea FS , a través de un balance para la sustancia C :

$$F x_f + S y_s = E_1 y_1 + RN_p x_{np} = M x_m$$

$$x_m = (F x_f + S y_s) / (F + S)$$

De esta forma, ΔR es constante, la diferencia en el flujo en esta ubicación entre dos etapas adyacentes cualesquiera.

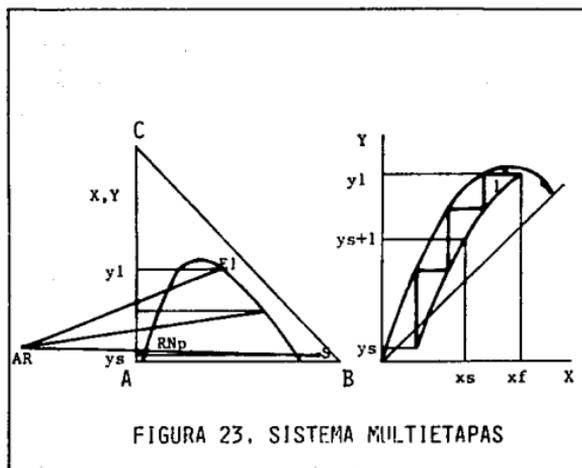
CONSTRUCCION GRAFICA DEL DIAGRAMA. (Figura 21). Después de ubicar los puntos F, S, M, E1, R_{Np} y ΔR , una línea de unión desde E1 proporciona R1, puesto que el extracto y el refinado de la primera etapa ideal están en equilibrio. Una línea desde ΔR a través de R1, cuando se extiende, proporciona E2; una línea de unión desde E2 proporciona R2, etc. El valor mínimo posible de X_{Np} , es el dado por el final rico en A de una línea de unión, que cuando se extiende pasa a través de S.

Al ir aumentando la cantidad de disolvente, el punto M que representa el balance global de la planta se mueve hacia S sobre la figura 21, y el punto ΔR se aleja hacia la izquierda. A cierta cantidad de disolvente tal que las líneas E1F y SR_{Np} sean paralelas, el punto ΔR estará a una distancia infinita. Cantidades mayores de disolvente harán que estas líneas se intersequen en el lado derecho del diagrama y no como se muestra; el punto ΔR estará más cerca de B al ir aumentando las cantidades de disolvente. Sin embargo, la interpretación del punto de diferencia sigue siendo la misma; una línea desde ΔR interseca las dos ramas de la curva de solubilidad en los puntos que representan al extracto y al refinado de etapas adyacentes.

Si una línea desde el punto ΔR coincidiera con una línea de unión, se requeriría un número infinito de etapas para alcanzar esta condición. La cantidad máxima de disolvente para la cual ocurre esto, corresponde a la mínima relación disolvente/alimentación que se puede utilizar para los productos especificados.

etapas. Generalmente (pero no en el caso que se muestra), las líneas de unión, que cuando se extienden pasan a través de F, o sea, la línea de unión JK, ubicará ΔR_m , para la cantidad mínima de disolvente.

Para cuando tenemos un sistema con un número de etapas muy alto, conviene más la construcción como el la figura 23:



Se trazan unas cuantas líneas al azar desde el punto ΔR las dos ramas de la curva de solubilidad, como se muestra; ahora las intersecciones no indican por necesidad corrientes entre las dos etapas reales adyacentes. Las concentraciones de C, xs , y $ys+1$ que corresponden a éstas fueron trazadas sobre las coordenadas

x. y. como se muestra, para dar una curva de operación. Los datos de la línea de unión dan la curva en el equilibrio y^* vs x; las etapas teóricas están señaladas en la misma forma que en la absorción de gases y en la destilación.

Para entender la construcción de las coordenadas libres de disolvente observemos la figura 24. El balance de materia libre de B para todo el sistema es:

$$F' + S' = E'1 + R'Np - M'$$

Por lo general $F = F'$, puesto que por lo regular la alimentación está libre de B. Por lo tanto, M' está sobre la línea FS en X_m calculada mediante un balance para C:

$$F'X_f + S'Y_s = M'X_m$$

- Si se utiliza B puro como disolvente, $S' = 0$; $S'Y_s = 0$; $F' = M'$, $X_m = X_f$; el punto M está verticalmente encima de F.

La línea $E1RNp$ debe pasar a través de M. Entonces:

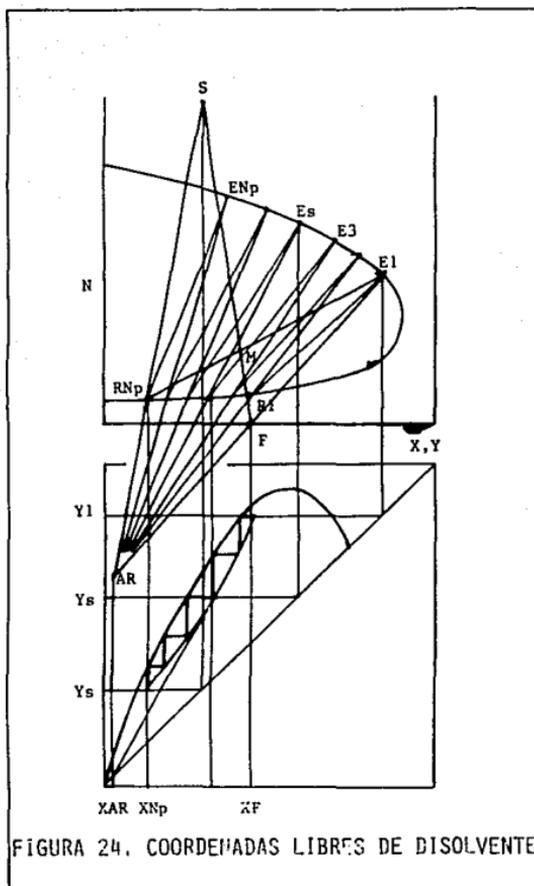
$$R'Np - S' = F' - E'1 = \Delta'R$$

El balance para las etapas s hasta Np es:

$$R'Np - S' = R'S-1 - E'S = \Delta'R$$

en donde $\Delta'R$ es la diferencia en el flujo libre de disolvente, salida-entrada, en la etapa Np y la diferencia constante en los flujos en base libre de disolvente de las corrientes entre cualquiera de las etapas adyacentes. La línea extendida ES $RS-1$, en donde s es cualquier etapa, debe por lo tanto pasar a través de ΔR en la gráfica.

Entonces, la construcción gráfica es la que sigue; después de localizar puntos F, S, M, E1, RNp y ΔR , una línea de unión desde E1 a R). la línea extendida $\Delta R1$ ubica E2, etc. Si el disolvente es B puro ($Ns = \infty$), la línea $RNp - R$ es vertical.



Un balance de C, etapas Np, es:

$$(R's-1 Xs-1) - (E's Ys) = \Delta R X\Delta R$$

Un balance de B es:

$$(R's-1 NRS-1) - (E's NE1) = \Delta'RNR$$

Eliminando 'R entre las ecuaciones:

$$(R's-1/E's) = (Ys - X R)/(Xs-1 - X\Delta R)$$

$$(R's-1/E's) = (NEs - N R)/(NRn-1 - N\Delta R)$$

Entonces, la relación entre los flujos R's-1/E's puede obtenerse a partir de la relación entre las longitudes de las líneas $E's\Delta R/Rs-1\Delta R$ en la parte superior de la figura 24, o como la pendiente de la cuerda desde $(Xs-1, Ys)$ hasta $X\Delta R$ sobre la diagonal a 45° en el diagrama inferior, como se muestra. Las coordenadas del punto de diferencia son:

$$N\Delta R = \frac{\text{diferencia en el flujo de B, saliente-entrante, en Np}}{\text{flujo neto saliente, libre de B}}$$

$\Delta'R$

$$X\Delta R = \frac{\text{diferencia en el flujo de C, saliente, entrante, en Np}}{\text{flujo neto saliente, libre de B}}$$

y $\Delta'R$ es análogo a Δw en la destilación.

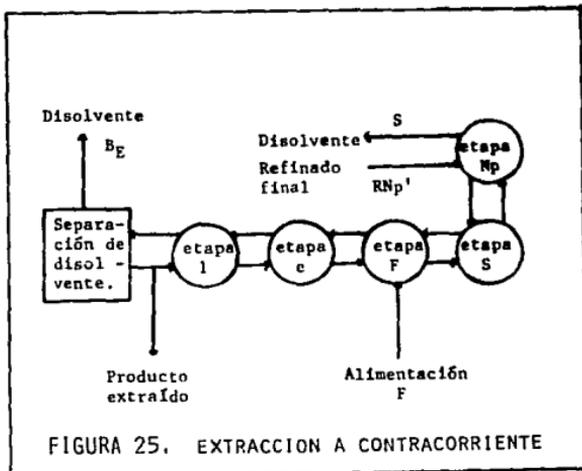
Al aumentarse la relación disolvente/alimentación, ΔR en la figura 24 se mueve hacia abajo y el mínimo disolvente se determina por el punto más bajo de intersección de todas las líneas de unión extendidas con la línea SRNp. Un ΔR práctico debe ubicarse debajo de éste, lo que corresponde a cantidades mayores de disolvente.

RECUPERACION DE DISOLVENTE POR EXTRACCIÓN: Aunque la mayoría de los procesos utilizan la destilación, o la evaporación para recuperar al disolvente a partir de las soluciones de los productos,

obtenidas mediante este tipo de sistemas (extracción líquida). no es extraño que el disolvente se recupere por la misma vía.

EXTRACCION A CONTRACORRIENTE CONTINUA CON REFLUJO. Mientras que en la operación normal a contracorriente el producto extraído más rico posible que sale del sistema está, cuando mucho, en equilibrio con la solución de alimentación, el uso de reflujo al final de la extracción en el sistema puede proporcionar aún un sistema más rico, como en el caso de la sección de rectificación de una columna de destilación. El reflujo no se necesita en el final del refinado de la cascada, ya que, en la extracción, el disolvente (análogo al calor en la destilación) puede entrar sin necesidad de una corriente acarreadora.

En la figura 25 observamos lo anterior.



La alimentación cuyos componentes van a separarse se introducen en un lugar apropiado de la cascada, a través de la cual el extracto y el refiando líquidos están pasando a contracorriente. La concentración de soluto C se aumenta en la sección enriquecedora del extracto, mediante contacto a contracorriente con un refinado líquido rico en C. Este se obtiene separando el disolvente del extracto E1, para producir la corriente libre de disolvente E', una parte del cual se separa como el producto extraído P'E y otra parte se regresa como reflujo R0.

De ordinario, no conviene realizar en coordenadas triangulares la determinación gráfica de las etapas necesarias en estas operaciones, esto se debe al amontonamiento que se lograría, así que sólo se va a describir mediante la figura 26 el uso de las coordenadas N, X, Y.

El punto F debe caer sobre una línea que une los dos puntos de diferencia; la ubicación óptima de la etapa de alimentación está presentada por la línea de unión que cruza a la línea $\Delta RFAE$, como se muestra. Es clara la similitud de la figura 26 con el diagrama de entalpía-concentración de la destilación; las dos se vuelven completamente análogas cuando el disolvente S es B puro.

$$\Delta E = \frac{\text{diferencia en el flujo de B, salida-entrada} \cdot \text{B saliente}}{\Delta'E}$$

flujo neto saliente, libre de B (A·C) saliente

$\Delta'E$

$$\Delta E = \frac{\text{diferencia en el flujo de C, salida-entrada} \cdot \text{C saliente}}{\Delta'E}$$

flujo neto saliente, libre de B (A·C) saliente

Cuanto más arriba está ubicada ΔE (y más abajo ΔR), mayor será la relación de reflujo y menor el número de etapas. Cuando R0/P'E

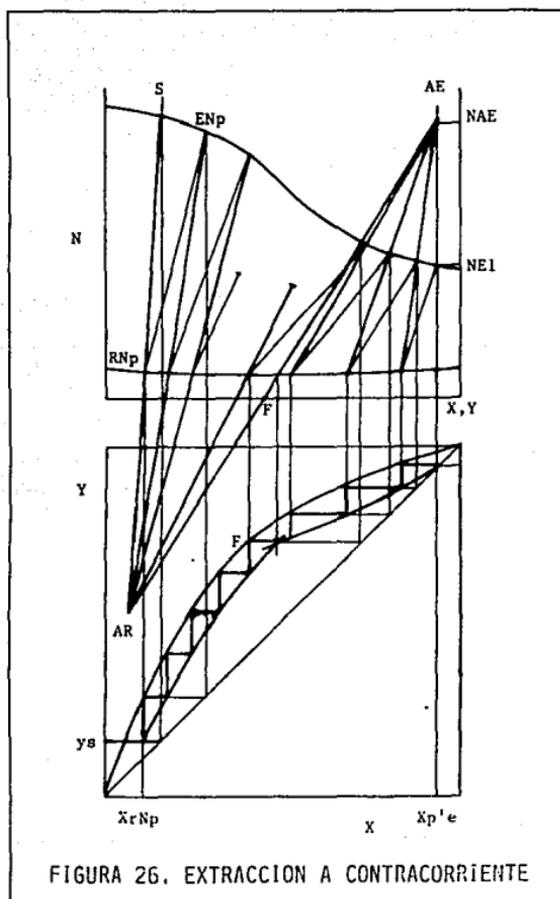
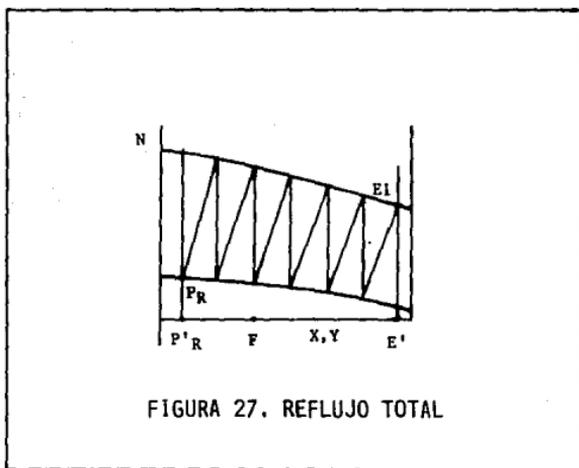


FIGURA 26. EXTRACCION A CONTRACORRIENTE

es infinito (relación de reflujo infinito o reflujo total), $N E$ y resulta el número mínimo de etapas. La capacidad de la planta cae a cero, la alimentación se debe detener y el disolvente BE se recircula para ser convertido en S . La configuración se muestra en la figura 27 sobre coordenadas N, X, Y .



El diagrama correspondiente XY utiliza la diagonal a 45° como líneas de operación en ambos lados de la cascada.

Se requiere un número infinito de etapas, si una línea que sale de ΔE o de ΔR coincide con la línea de unión; la relación mayor de reflujo para la cual ocurre esto es la relación mínima de reflujo.

siempre, si la curva de distribución en el equilibrio XY, es cóncava hacia abajo en todas sus partes.

BALANCE ECONÓMICO. Se pueden hacer diversos tipos de balances económicos para los diferentes diagramas de flujo que escribimos aquí. Por ejemplo, la cantidad de soluto extraído para una relación fija disolvente/alimentación aumenta al aumentar el número de etapas, por lo tanto, el valor de soluto no extraído puede balancearse contra el costo del equipo de extracción que se requiere para recuperarlo.

La relación de reflujo en el caso del último diagrama descrito, también es objeto de un balance económico. Respecto a un grado fijo de extracción el número de etapas requeridas decrece al aumentar el flujo del disolvente o la relación de reflujo.

En todos estos balances económicos, el costo de la recuperación del disolvente es siempre un punto importante; por lo general se debe incluir tanto el costo de recuperación a partir del producto refinado saturado como el costo del extracto.

CAPÍTULO II

GENERALIDADES SOBRE TORRES EMPACADAS DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

DESCRIPCIÓN GENERAL DE UNA TORRE EMPACADA. Las torres empacadas son usadas como equipo de contacto para sistemas gas-líquido y líquido-líquido. La figura siguiente nos presenta una sección de una unidad típica. El cuerpo es usualmente cilíndrico pero también podemos encontrar estructuras de madera de forma cuadrangular, de metales delgados, vidrio o de plástico reforzado.

Una torre básicamente consta de las siguientes partes:

1. Cuerpo.
2. Empaque.
3. Soporte de empaque.
4. Distribuidor de líquido.
5. Soportes intermedios y redistribuidores.
6. Entradas y salidas de líquidos.

Muchos de los aspectos mecánicos acerca de la construcción y ensamble de una torre empacada son influenciados por el diseño y por la operación de la misma. Se debe de lograr un efecto, tal que, las corrientes que se encuentran en operación tengan un contacto íntimo, y así, evitar escurrimientos por la pared de la torre.

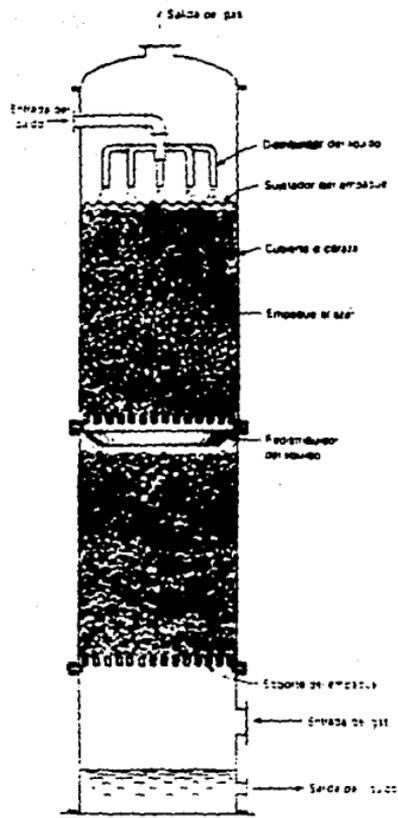


FIGURA 29. TORRE EMPACADA

Al mismo tiempo el diseño debe ser consistente con las posibilidades económicas para el tipo de construcción requerida.

1. CUERPO. El cuerpo puede ser de metal, plástico, vidrio, madera o alguna combinación de materiales elegida por el constructor. Los cuerpos de cerámica, plástico, o no metálicos también son usados con frecuencia. Es importante considerar en la construcción de un cuerpo de cerámica que las entradas y salidas de los líquidos correspondientes estén orientados 90° uno con otro, para así evitar algún rompimiento de las paredes de la torre o que la torre se parta en dos.

2. Empaque. El empaque es la parte central de la operación del equipo, por lo tanto la acertada selección del tipo de empaque usado dará como consecuencia un mejor funcionamiento de la torre. En el capítulo siguiente de este trabajo se detalla el trabajo de selección de un empaque para el trabajo aquí presentado. Algunos tipos de empaques más usados se presentarán a continuación.

3. Soporte de empaque. El soporte de empaque, como su nombre lo indica es el lugar donde descansa la base de la torre formada al colocar el empaque al azar. Es importante hacer un buen cálculo y una buena selección del soporte, ya que éste sólo soportará un peso de empaque dado, en algunos casos es necesario colocar varios soportes debido a la cantidad de empaque mismo que proporciona la altura de la torre.

Como regla general el plato de soporte no deberá de soportar más de 30 pies para el caso de anillos Raschig, y no más de 25 pies para sillas Intalox; esta aclaración no aplica para nuestro diseño, ya que nuestra torre es más pequeña.

4. Distribuidor de Líquido. El distribuidor del líquido juega un papel muy importante para la operación eficiente de una torre empacada. Una pobre distribución de líquido provoca una área de contacto interfacial pequeña.

La selección de un distribuidor de líquido depende del tamaño de la torre, tipo de empaque, tendencia del empaque a dirigir el líquido hacia las paredes de la torre y el tipo de material de construcción de la misma.

Los distintos tipos de empaques tienen diferentes características para distribuir el líquido hacia el lecho.

5. Redistribuidores. El líquido que viene bajando a través de los empaques y por las paredes de la torre, deberá ser redistribuido aproximadamente a tres diámetros de la torre después del primer distribuidor para anillos raschig y de cinco a diez diámetros de torre para empaques de tipo silla. Como una guía para el constructor los anillos raschig tienen usualmente un máximo de diez a quince pies de empaque por sección y el empaque de doce a quince pies.

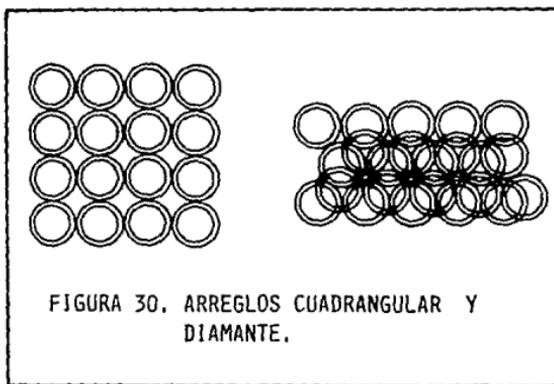
Esta redistribución hace que el líquido que viene por las paredes y otras secciones de la torre se dirijan hacia el área central de la torre para una nueva distribución y contacto de los líquidos de la siguiente sección de empaque.

La altura de empaque antes de la redistribución es función del patrón de flujo del líquido a través del empaque y éste es función del tamaño y tipo de empaque. Algunas torres tienen de veinte a treinta pies de empaque sin redistribución; sin embargo, las razones pueden ser económicas o bien operacionales. La redistribución no es necesaria para pequeños lechos empacados ya que el

flujo del líquido es esencialmente vertical.

INSTALACION DEL EMPAQUE

ARREGLOS EN FORMA CUADRANGULAR Y DE DIAMANTE. Este tipo de arreglo de empaque es de los mas sencillos y menos costoso. la distribución de líquidos en este tipo de arreglos fluye generalmente en dirección recta a través del empaque después del punto de contacto. En estos arreglos el flujo horizontal es mínimo, a continuación se presentan en forma esquemática estos dos tipos.



ARREGLOS AL AZAR. Este tipo de arreglo es el método más común de instalación de empaque. Si es posible, la torre debe ser llena de agua antes de la instalación de la parte más baja del empaque. La caída de los empaques debe hacerse de la manera mas gentil posible para evitar así grandes espacios vacios entre ellos y aumentar la caída de presión.

Si la torre se empacara cuando está totalmente seca deberá tenerse un especial cuidado a la hora de introducir el empaque para evitar rompimientos. Una vez instalado el empaque deberá evitarse cualquier tipo de presión sobre éste para así evitar también rompimientos. La caída de presión en esta forma de llenado suele ser de 50 a 60 % mayor que para el llenado húmedo.

SELECCION Y OPERACION DEL EMPAQUE. Cualquiera de los empaques disponibles puede sustituir a otro; las diferencias estriban en la eficiencia de contacto expresadas como HTU, HETP o Kga, y por la caída de presión por el sistema empacado usado. Así mismo los datos bibliográficos son de gran ayuda para la selección del empaque.

Cuando no se tienen datos disponibles el esfuerzo para la selección del empaque se incrementa un poco, ya que es preciso recurrir a sistemas análogos, a propiedades físicas, presión, condiciones de temperatura, etc. Si no es posible conseguir alguna de estas propiedades el mejor juicio lo hará el diseñador. El costo del empaque y el del sistema requerido deben ser considerados ya que algunos empaques son más costosos que otros y un empaque económico puede cumplir el funcionamiento deseado.

CARACTERISTICAS QUE DEBEN TOMARSE EN CUENTA PARA LA ADECUADA SELECCION DE UN EMPAQUE.

1. Alto porcentaje de espacio libre.
2. Baja resistencia al material de flujo (baja caída de presión).

3. Exposición de una gran área superficial por unidad de volumen (gran área de contacto por pie cúbico).
4. Completa utilidad de superficie para transferencia de masa.
5. Forma adecuada para provocar turbulencia entre fases.
6. Alta cantidad de puntos de transferencia interfacial por unidad de volumen.
7. Buenas características de distribución interna de líquidos.
8. Amplio rango de operación con poca variación de eficiencia.
9. Mecánicamente fuertes para poder soportar cargas de servicio y manejo.
10. Peso ligero por unidad de volumen.
11. Disponibles en una gran variedad de materiales.
12. Inversión mínima anual por año de vida en servicio.
13. Facilidad de remoción para limpieza de la torre.

A continuación se presentan los tipos más usados de empaque y sus aplicaciones.

-Anillos Raschig

Es el tipo más común de empaque, generalmente más barato por unidad pero algunas veces menos eficiente que otros. Disponible en una gran variedad de materiales, generalmente usados al azar.

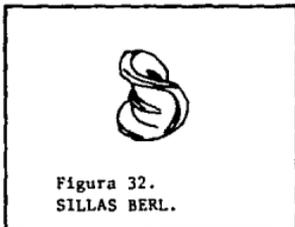
El espesor y las dimensiones varían según el fabricante. La mayoría de las veces canalizan el líquido hacia las paredes de la torre.



-Sillas Berl

Más eficientes que los anillos rashig en casi todas las aplicaciones, pero más costosas, su estructura también provoca canalizaciones del líquido pero no tan crítica como los anillos rashig.

Tienen menor HTU y caídas de presión que los rashig.



- Sillas Intalox

Uno de los empaques más eficientes pero más costosos. Tienen una pequeña tendencia a crear nidos o bloques en el lecho, sin embargo forman un lecho uniforme. Tienen más altos límites de inundación y pequeñas caídas de presión que los rashig o berl, tienen un menor HTU.



Figura 33.
SILLAS INTALOX.

-Anillos Pall

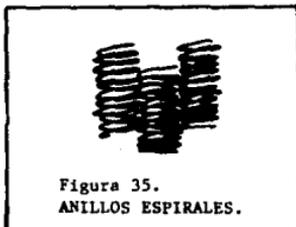
Menor caída de presión (menos de la mitad) que los rashig, también menor HTU y más alto límite de inundación. Buena distribución del líquido. Disponibles en metal, plástico y cerámica.



Figura 34.
ANILLOS PALL.

-Anillos Espirales

Usualmente instalados en forma al azar, disponibles en simples, dobles y triples espirales internas. Alta caída de presión.



-Anillos Lessing

No se tienen disponibles muchos datos acerca de la operación de este tipo de anillos, en general son mejores que los rashig, la caída de presión es un poco más alta.



-Anillo Bipartido

Usualmente acomodados al azar. Caída de presión relativamente baja, canalizamiento reducido.



Figura 37.
ANILLO BIPARTIDO.

-Teller Rosette (tellerette)

Disponibles en plástico, menor caída de presión y HTU, más altos límites de inundación que los anillos rashig y los berl, muy ligeros.



Figura 38.
ANILLO TELLERETTE.

-Anillo Hy-Pak

Este tipo de empaque ha incorporado nuevas innovaciones y distintas ventajas sobre los empaques arriba expuestos. Primero la configuración interna del anillo presenta un área de contacto mayor, más transferencia del líquido, mayor flujo turbulento para lograr con esto una mejor eficiencia del contacto del líquido nuevo que moja al empaque y una mejor distribución del líquido.

En segundo lugar, poseen una gran resistencia a pesar de sus peso tan ligero.



GENERALIDADES. El equipo en el cual los líquidos insolubles fluyen a contracorriente en contacto continuo, sin sedimentación periódica ni separación física entre ellos debe construirse de tal manera que contenga el equivalente de tantas etapas como se desee.

Es posible también el flujo en paralelo o de corriente concurrentes, pero éste nos da como resultado a lo sumo el equivalente de una etapa ideal. En nuestro caso, como lo que se desea es un efecto de multietapas trataremos el flujo a contracorriente.

El flujo a contracorriente de los dos líquidos en contacto se consigue por la diferencia entre sus densidades. Si la fuerza de gravedad es la fuerza impulsora, el equipo por lo tanto será de una forma tal como una torre vertical en la cual el líquido ligero entra por el fondo y asciende, el líquido denso entra por la parte superior y por lo tanto desciende.

Para cada líquido, ya sea el que asciende o desciende, existe una velocidad máxima de flujo posible, gobernada por las propiedades del líquido, el diseño del aparato y la fuerza impulsora.

Si se intenta sobrepasar esta velocidad máxima de flujo, uno de los líquidos será expulsado del equipo, entonces se dice que ha sido INUNDADO. Para una velocidad volumétrica de flujo de los líquidos el AREA DE SECCION TRANSVERSAL para el flujo ha de ser lo suficientemente grande para evitar velocidades que den como resultado la inundación del equipo.

La longitud del recorrido de los líquidos, o sea el tiempo de contacto entre ellos para una serie dada de velocidades determina la ALTURA de una torre vertical que está gobernada por el grado de extracción y por su velocidad, siendo independiente de las cantidades de los líquidos que se trate. La velocidad de transferen-

cia de masa puede ser descrita en términos de coeficientes de transferencia de masa o alturas de unidades de transferencia y por la altura necesaria, también pueden obtenerse la altura por medio del cálculo de la altura equivalente de un plato teórico.

INTERPRETACION DE DATOS. Es importante hacer un análisis de las variables que afectan al funcionamiento de la torre, por ejemplo se sabe que la velocidad de extracción depende de las propiedades del sistema químico que se trata y de las condiciones del proceso, al igual que los rasgos de diseño del equipo. Recopilando los factores que influyen en la extracción debemos de mencionar al menos las siguientes:

1) El sistema:

- * Identidad química y propiedades físicas correspondientes. En este rubro puede incluirse la presencia o ausencia de agentes de superficie activa, sólidos finamente divididos y cosas análogas.
- * Concentración del soluto.
- * Dirección de la extracción, de la fase acuosa a la orgánica y de la fase continua a la dispersa, o viceversa.
- * Velocidad total del flujo de líquidos.
- * Razón de flujo de líquidos.
- * Cual sea el líquido disperso.

2) El equipo:

- * Diseño, que comprenda no sólo el diseño global, como si el extractor fuera una torre empacada, sino también los pormenores tales como el tamaño y la forma del

empaqué.

- * Materiales de construcción que influyen en el mojado relativo por los líquidos.
- * Altura de la torre y los efectos terminales.
- * Diámetro de la torre y grado de mezcla axial.

Los dos últimos puntos merecen comentario especial. Los efectos terminales se refieren a la cantidad o velocidad de extracción que resulta al introducir los líquidos en la torre, a causa de la dispersión y al sacarlos del mismo.

Por MEZCLA AXIAL se entiende la circulación vertical (RETROMEZCLA) de los líquidos, esto es, el movimiento del líquido ligero hacia abajo y el del denso hacia arriba, opuestos a su dirección ordinaria de flujo. El resultado es una reducción de la fuerza impulsora por diferencia de concentración media, fuerza que causa la extracción, y una reducción consiguiente en la velocidad de transferencia de masa. La retromezcla aumenta de gravedad, si es que existe, con la razón diámetro/longitud del extractor y posiblemente sólo con el diámetro.

SISTEMA EMPLEADO.

El sistema elegido para este trabajo, es un sistema de tres líquidos con un par parcialmente soluble. Este es el tipo de sistema que se encuentra más comúnmente en la extracción.

Los componentes son: TOLUENO (A), AGUA (B), ACIDO ACETICO (C); donde A y B son líquidos puros básicamente insolubles; C es el soluto distribuido. Las mezclas que se van a separar por extracción están compuestas de A y C; B es el disolvente de extracción.

La elección de este sistema se debió a: facilidad de manejo, reactivos no tóxicos, disolvente barato y fácil adquisición.

PROPIEDADES FISICOQUIMICAS UTILIZADAS: (a 23.5°C y 585 mmHg)

	TOLUENO	AGUA	AC. ACETICO
Densidad (gr/lt)	861.7	997.0	1043.0
Temp. Ebullición (°C)	110.05	100.05	117.95
p. de vapor (mmHg)	26.3053	21.5317	13.9633
Viscosidad (Kg/ms)	0.00121	0.00095	0.00059

DETERMINACION EXPERIMENTAL DE LA CURVA DE EQUILIBRIO. La determinación experimental de la curva de equilibrio, para el sistema Tolueno-Agua-Acido Acético es el propuesto por Treybal.

Para determinar los puntos sobre la línea binodal, primero se prepara una mezcla a una concentración conocida, con Tolueno-Agua, esta mezcla es heterogénea debido a que el agua y el tolueno son inmiscibles en todas proporciones, y se le agrega poco a poco ácido acético glacial hasta observar que las dos fases inmiscibles desaparecen y pasan a formar una sola fase homogénea. Conociendo la cantidad de ácido acético agregado y las cantidades de tolueno y agua en la solución heterogénea, se puede representar gráficamente el sistema en un diagrama triangular. Repitiendo el experimento pero variando la concentración de la mezcla de agua y tolueno se representan más puntos en el diagrama triangular y uniendo estos puntos se obtiene la curva binodal.

Los puntos obtenidos experimentalmente a 23.5°C y 586 mmHg:

% TOLUENO	% AGUA	% ACIDO ACETICO
28.85	8.34	62.81
5.36	26.11	68.28
32.70	7.55	59.75
53.17	3.06	43.76
59.82	2.29	37.90
61.78	1.77	36.45
5.53	32.07	62.40
1.83	42.35	55.82
1.32	45.81	52.87
1.02	47.52	51.45
17.75	13.64	68.59
13.91	16.10	70.00
13.56	15.74	70.70
13.20	15.32	71.48
0.54	61.66	37.80
73.22	0.86	25.92

Una vez obtenida la curva binodal, para determinar una línea de unión, se prepara una mezcla ácido acético-tolueno-agua, hasta una concentración determinada. Esta mezcla formará dos fases inmiscibles y separándolas por un embudo de separación se analiza la fase rica en tolueno por un método volumétrico, usando una solución décimo normal de sosa (0.1 N) y azul de timol como indicador. Por medio de la regla de la palanca se determina la concentración del ácido acético en la fase rica en agua.

Para obtener otras líneas de unión se parte de diferentes concentraciones de la mezcla inicial.

Los datos obtenidos experimentalmente para obtener las líneas de unión son los siguientes:

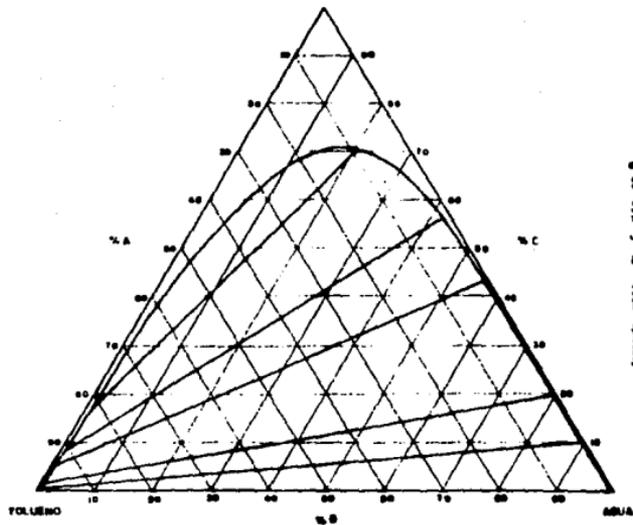
FASE RICA EN TOLUENO		FASE RICA EN AGUA	
% Tolueno	% Ac.Ac.	% Agua	% Ac.Ac.
99.587	0.413	89.907	10.093
98.682	1.318	80.186	19.814
94.936	5.064	57.142	42.858
83.813	16.187	30.405	69.595
91.925	8.075	43.693	56.307

Los puntos para trazar la curva de distribución se obtienen de los datos anteriores:

y	x
0.0041	0.1009
0.0131	0.1981
0.0506	0.4285
0.1618	0.6959
0.0807	0.5630

A continuación se muestran las gráficas obtenidas.

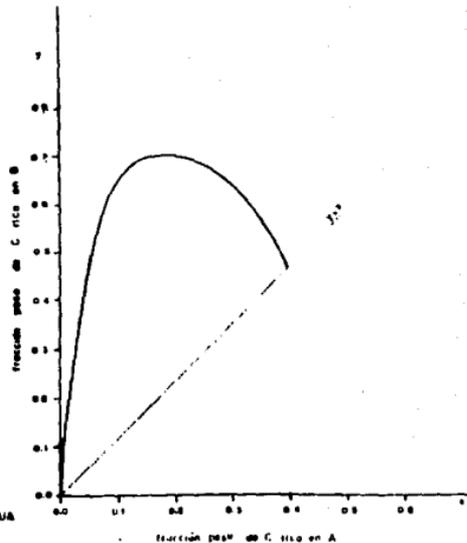
ACIDO ACETICO



SISTEMA TOLUENO - AGUA - AC. ACETICO

TEMPERATURA - 25.5 °C

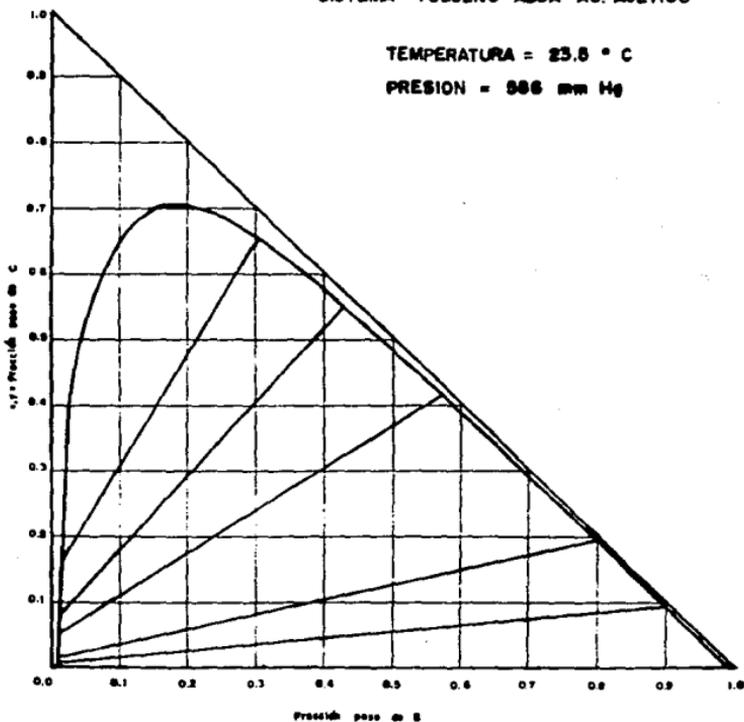
PRESION - 500 mm Hg



SISTEMA TOLUENO-AGUA-AC. ACETICO

TEMPERATURA = 23.5 ° C

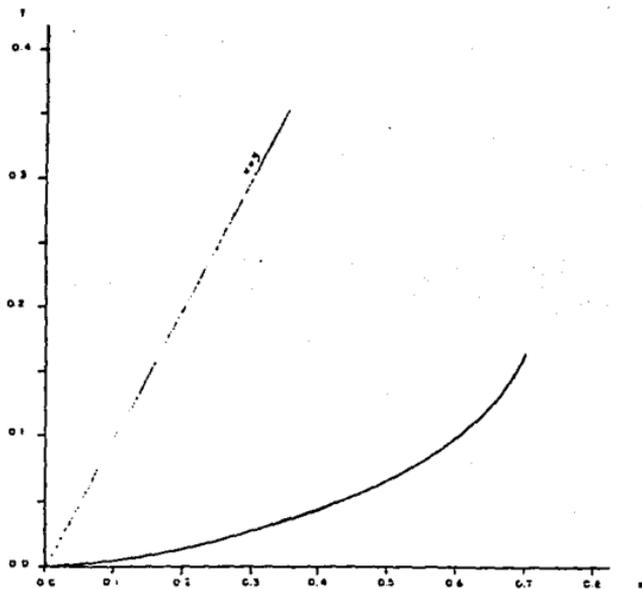
PRESION = 886 mm Hg



CURVA DE DISTRIBUCION

x vs y

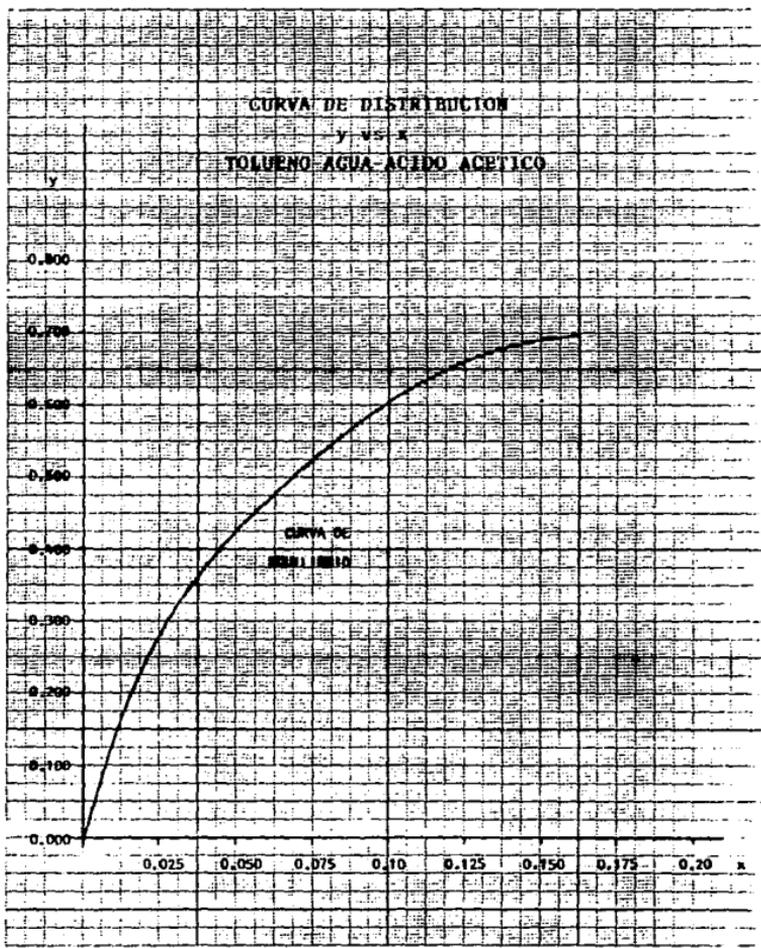
SISTEMA TOLUENO - AGUA - AC. ACETICO



TEMPERATURA = 23.5 °C

PRESSION = 586 mm Hg

CURVA DE DISTRIBUCION
y vs x
TOLUENO AGUA-ACIDO ACETICO



CAPÍTULO III

DISEÑO DE EQUIPO

DISEÑO DEL DIAMETRO DE LA COLUMNA EMPACADA. Para la selección del diámetro de la columna (torre) empacada, se deben tomar en cuenta los siguientes factores:

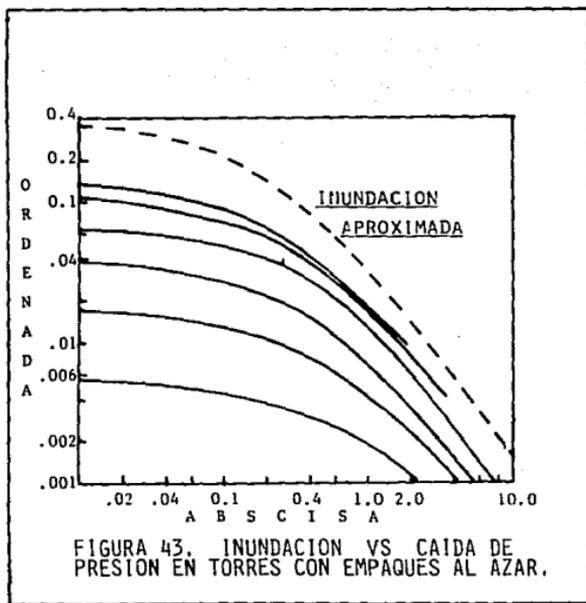
1. De acuerdo al sistema elegido (tolueno-ácido acético-agua); el flujo de entrada del líquido pesado (agua) y el flujo de entrada del líquido ligero (tolueno-ácido acético) se especificarán en kg/hr y éstos se deben encontrar en una región dentro de la curva binodal para que la extracción pueda llevarse a cabo.
2. Los flujos de los líquidos de entrada dependen directamente del diámetro de la torre.
3. Los empaques se consideran al azar ya que se arrojan dentro de la torre en forma aleatoria.
4. Debido a que los datos acerca de anillos raschig de vidrio son escasos, se tomarán como base para el cálculo los anillos rashig de cerámica.

El cálculo del diámetro de la columna se lleva a cabo mediante un programa de computadora, para facilitar los tanteos y encontrar de una manera rápida y efectiva los flujos óptimos de entrada y

el diámetro de la columna.

El programa se explica a continuación y posteriormente se presentará el listado junto con las corridas.

La mayor parte del cálculo está basada en la figura 43 que representa una gráfica de inundación y caída de presión en torres con empaques al azar según coordenadas de Eckert (chemical process products division, Norton Co.) la curva que se toma en cuenta es la de una inundación aproximada.



La importancia de esta gráfica es que para el flujo simultáneo a contracorriente, los datos de caída de presión de diferentes investigadores muestran algunas discrepancias, debido a las diferencias en la densidad y fabricación del empaque; discrepan por ejemplo, en los cambios en el espesor de las paredes. Por lo tanto, no pueden esperarse que las correlaciones sean muy exactas, por lo que para la mayoría de los propósitos, servirá la correlación generalizada de la gráfica antes mencionada.

INUNDACION Y CAIDA DE PRESION EN TORRES CON EMPAQUES AL AZAR.

En la primera parte del programa se dimensionan las variables de la ordenada y abcisa para una serie de treinta puntos tomados de la gráfica anterior. Después de esto se leen los datos que se encuentran ya almacenados para la ordenada y abcisa.

Se leen las demás variables que se refieren a:

- DP - Densidad del líquido pesado - 997.0
- DL - Densidad del líquido ligero - 916.1
- GC - Factor de conversión (sistema SI) - 1.0
- CF - Factor de caracterización de empaque - 1600
- JC - Factor de conversión - 1.0
- VP - Viscosidad del líquido pesado - 5E-4

Posteriormente se preguntan los flujos de entrada supuestos del líquido pesado (agua) y del líquido ligero (tolueno-ácido acético), luego se calcula la abcisa de la gráfica anterior.

$$\text{Abcisa} = \text{FP/FL} * (\text{DL}/(\text{DP}-\text{DL}))^{1/4}$$

Donde:

FP - Flujo del líquido pesado (agua).

FL - Flujo del líquido ligero (tolueno-ác. acético) al 50%.

DL - Densidad del líquido ligero.

DP - Densidad del líquido pesado.

Este valor se lleva a una subrutina donde se calcula el valor de la ordenada mediante una interpolación con los datos previamente almacenados.

$$\text{Ordenada} = \frac{GO^2 * CF * VL * 0.1 * JC}{DL * (DP - DL) * GC}$$

Donde:

GO - Velocidad superficial de masa.

CF - Factor de caracterización de empaque.

VL - Viscosidad del líquido pesado.

JC - Factor de conversión.

DL - Densidad del líquido ligero.

DP - Densidad del líquido pesado.

GC - Factor de conversión.

De la ecuación anterior se despeja la velocidad superficial de masa una vez obtenido el valor de la ordenada.

Posteriormente se calcula el área de sección transversal mediante la ecuación:

$$AS = (FP - FL) * GO$$

Donde:

AS - Area de sección transversal.

FP - Flujo de líquido pesado (agua).

FL - Flujo de líquido ligero (tolueno-ác. acético) al 50%.

GO - Velocidad superficial de masa.

Finalmente se calcula el diámetro de la columna empacada mediante la siguiente ecuación:

$$DI = (4 * AS / PI)^{1/2}$$

Donde:

DI - Diámetro de la columna empacada.

AS - Area de sección transversal.

PI - Constante (3.14159265).

```

10 REM PROGRAMA PARA CALCULAR EL DIAMETRO DE UNA COLUMNA EMPACADA
20 REM VARIABLES
30 REM DP (DENSIDAD DEL LIQUIDO PESADO)
40 REM DL (DENSIDAD DEL LIQUIDO LIGERO)
50 REM GC (FACTOR DE CONVERSION)
60 REM CF (FACTOR DE EMPAQUE)
70 REM VP (VISCOSIDAD DEL LIQUIDO PESADO)
80 REM JC (FACTOR DE CONVERSION)
90 REM DIMENSIONAMIENTO DE VARIABLES
100 REM A (ABSCISA), O (ORDENADA)
120 N = 30
130 DIM A(N),O(N)
140 REM LECTURA DE VARIABLES
150 FOR I = 1 TO N
160 READ A(N),O(N)
170 NEXT I
180 READ DP,DL,GC,CF,JC,VP,PI
190 REM ENTRADA DE DATOS
190 REM UNIDADES EN SISTEMA INTERNACIONAL (Kg.m.sec)
200 INPUT "FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua> (Kg/hr)= ";FP:FP=FP/3600
210 INPUT "FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO <tol/ac,ac> (Kg/hr)= ";FL:FL=FL/3600
220 HOME
230 REM CALCULO
240 REM ABSCISA
250 AB = ((DL / (DP - DL)) ^ 0.5) * FP / FL
260 GOSUB 400

```

```

270 REM ORDENADA
280 GO = ((DP - DL) * DD * DL * GC / CF * (VP ^ 0.1) * JQ ^ 0.5
290 REM AREA DE SECCION TRANSVERSAL
300 AS = (FP + FL) * GO
310 REM DIAMETRO DE LA COLUMNA
320 DI = (4 * AS / PI) ^ 0.5
330 REM IMPRESION DE RESULTADOS
340 PRINT "DIAMETRO DE LA COLUMNA=" ;DI;" mts"; "LPI14070254710019"
350 PRINT
360 PRINT "FLUJO DEL LIQUIDO PESADO (agua)=" ;FP * 3600;" Kg/hr"
370 PRINT
380 PRINT "FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (aldeno/ac.ac)=" ;FE * 3600;" Kg/hr"
390 END
400 REM INTERPOLACION
410 FOR I = 1 TO N
420 IF A(I) >= AD THEN 460
430 NEXT I
440 GOTO 810
450 REM OPERACION
460 DD = ((D(I) - D(I - 1)) * (AB - A(I - 1)) / (A(I) - A(I - 1)))
      + D(I - 1)
470 RETURN
480 REM DATOS DE INUNDACION VS CAIDA DE PRESION EN TORRES EMPACADAS
490 REM FIGURA 6.14 TEEYRAL
500 DATA 0.015,0.330
510 DATA 0.020,0.320
520 DATA 0.030,0.300

```

530 DATA 0.040,0.285
540 DATA 0.050,0.275
550 DATA 0.060,0.260
560 DATA 0.070,0.250
570 DATA 0.080,0.235
580 DATA 0.090,0.220
590 DATA 0.100,0.210
600 DATA 0.150,0.170
610 DATA 0.200,0.140
620 DATA 0.300,0.100
630 DATA 0.400,0.080
640 DATA 0.500,0.065
650 DATA 0.600,0.054
660 DATA 0.700,0.046
670 DATA 0.800,0.040
680 DATA 0.900,0.037
690 DATA 1.000,0.032
700 DATA 1.500,0.020
710 DATA 2.000,0.015
720 DATA 3.000,0.009
730 DATA 4.000,0.006
740 DATA 5.000,0.004
750 DATA 6.000,0.0032
760 DATA 7.000,0.0026
770 DATA 8.000,0.002
780 DATA 9.000,0.00175
790 DATA 10.000,0.0015

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

79

800 DATA 977.0,916.1,1.0,1400,1.0,9.5E-4,3.1416
810 PRINT SIN SOLUCION
820 GO TO 390

RUN

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua> (Kg/hr)= 50.00

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO <tol/ac.ac> (Kg/hr)= 50.00

DIAMETRO DE LA COLUMNA= 0.06179 mts = 2.4329 pulg

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua>= 50.00 Kg/hr

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (tolueno/ac.ac)= 50.00 Kg/hr

RUN

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua> (Kg/hr)= 40.00

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO <tol/ac.ac> (Kg/hr)= 60.00

DIAMETRO DE LA COLUMNA= 0.05583_mts = 2.1783_pulg

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO (agua)= 40.00 Kg/hr.

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (tolueno/ac.ac)= 60.00 Kg/hr

RUN

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua> (Kg/hr)= 70.00

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO <tol/ac.ac> (Kg/hr)= 30.00

DIAMETRO DE LA COLUMNA= 0.07637 mts = 3.0069 pulg

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO (agua)= 70.00 Kg/hr

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (toluena/ac.ac)= 30.00 Kg/hr

RUN

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua> (Kg/hr) = 30.00

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO <tol/ac.ac> (Kg/hr) = 70.00

DIAMETRO DE LA COLUMNA = 0.0499 mts = 1.9684 pulgadas

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO (agua) = 30.00 Kg/hr

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (tolueno/ac.ac) = 70.00 Kg/hr

RUN

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO <agua> (Kg/hr)= 20.00

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO <tol/ac.ac> (Kg/hr)= 80.00

DIAMETRO DE LA COLUMNA= 0.0419 mts $\times 1.7203$ Pulg

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO (agua)= 20.00 Kg/hr

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (toluena/ac.ac)= 80.00 Kg/hr

FIN

FLUJO DEL LIQUIDO PESADO (agua) (Kg/hr) = 80.00

FLUJO DEL LIQUIDO LIGERO (tol/ac.ac) (Kg/hr) = 20.00

SIN SOLUCION

TABLA DE RESULTADOS

CORRIDA	FLUJO DE LIQUIDO	FLUJO DE LIQUIDO	DIAMETRO pulg.
	PESADO Kg/hr (agua)	LIGERO Kg/hr (tolueno-ác.ac.)	
1	50.00	50.00	2.43
2	40.00	60.00	2.19
3	70.00	30.00	3.00
4	30.00	70.00	1.96
5	20.00	80.00	1.72
6	80.00	20.00	sin solución

Tomando en consideración la tabla de resultados anterior el diámetro óptimo es el de 3.00 pulgadas; por las razones siguientes:

1. El diámetro de 3.00 pulgadas es una medida estandar y muy comercial, por lo que su adquisición es sencilla y sin problemas para el fabricante.
2. Los flujos correspondientes a un diámetro de 3.00 pulgadas son 70 Kg/hr para el líquido pesado (agua) y 30 Kg/hr para el líquido ligero (tolueno-ác. acético) al 50%; esta proporción corresponde a una región dentro de la curva binodal, por lo que la extracción es posible.

**CARACTERISTICAS
DE LA COLUMNA EMPACADA**

Material	Vidrio PYREX
Diámetro	3.00 pulgadas
Altura empacada	55.00 pulgadas
Cabezal superior	4.00 pulgadas
Cabezal inferior	8.00 pulgadas
Tipo de empaque	Anillos Raschig
Tamaño de empaque	0.25 pulgadas
Material de empaque	Vidrio
Soporte de empaque	Teflón
Accesorios	Polipropileno

CAPITULO IV

EXPERIMENTACIÓN

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO. El objetivo primordial de éste trabajo es purificar una corriente de tolueno contaminado con ácido acético a una concentración conocida por medio de una operación de extracción líquido-líquido en contacto continuo a contracorriente.

El sistema usado para éste propósito es el citado en capítulos anteriores, donde el ácido acético (soluto) contenido en tolueno, se extrae por medio de agua.

El equipo usado para llevar a cabo la purificación es una columna de vidrio empacada descrita en el capítulo anterior, la cual se encuentra en los laboratorios de la escuela de Química.

La fase rica en tolueno también denominada fase dispersa, es alimentada por la parte inferior de la torre, y la fase rica en agua, denominada fase continua es alimentada por la parte superior de la torre.

La fase dispersa es alimentada desde un tanque acumulador de polipropileno con capacidad de 60 lts de agua y la fase continua es alimentada directamente de la línea de servicio.

La fase dispersa (tolueno/ácido acético) es alimentada a la torre por medio de una bomba centrífuga resistente a corrosión de 1/25

de caballo. Toda la tubería de la fase dispersa es de polipropileno. La fase continua es alimentada a la torre por medio de la presión de la misma línea de agua de servicio y la tubería que la comprende es de cobre. Ambas líneas de alimentación son de 1/2 pulgada de diámetro.

Los accesorios necesarios para controlar los flujo de entrada son dos rotámetros de acero inoxidable con rangos de 0 a 1 litro por minuto para la fase dispersa (tolueno/ácido acético) y un rango de 0 a 10 litros por minuto para la fase continua (agua).

Para recibir los líquidos de salida de la torre se cuenta con dos tanques acumuladores más, ambos son de polipropileno con una capacidad de 60 litros de agua.

Los accesorios con los que cuenta el equipo, como son, válvulas, nipples, codos, etc., son de polipropileno.

La torre cuenta con una línea de venteo directamente a la atmósfera para evitar cualquier acumulamiento de gas o presión.

Antes de empezar el trabajo experimental, se hizo una limpieza general al equipo y se pintó toda la estructura y la soportería.

CORRIDA EXPERIMENTAL. Después de haber revisado que todo el equipo se encuentra limpio y en condiciones de operación se prepara la solución de alimentación, que consiste en una solución de tolueno contaminado con ácido acético a una concentración conocida. Se busca una concentración menor de un 5 % para que así el experimento pueda llevarse a cabo sin problemas.

Para conocer la concentración de una manera casi exacta, se toma una muestra de la solución antes descrita y se analiza por un método volumétrico, utilizando NaOH décimo normal (0.1 N) y azul

de bromotimol como indicador. El cambio es de un color amarillo/ambar a un color azul.

En seguida se procede a efectuar la extracción fijando un flujo en el rotámetro de la fase dispersa y después se fija el flujo de la fase continua; cuidando que el flujo se encuentre por debajo del flujo de inundación.

Al cabo de un cierto tiempo de operación y considerando que se ha llegado al régimen permanente se toman muestras en los flujos de salida de la torre cada 15 minutos y se analizan para determinar la concentración del ácido acético en ambos.

Conociendo las concentraciones de los flujos de salida de la torre se puede observar que tan eficiente se esta llevando a cabo la purificación del tolueno.

Si por alguna razón se llega a la inundación, se debe suspender el experimento y esperar a que el sistema se equilibre y después continuar con la corrida.

Se recomienda recuperar el tolueno de salida una vez terminado el experimento y vaciarlo al tanque acumulador de la fase dispersa, esta solución tendrá que analizarse nuevamente antes de cada corrida, la corriente del otro tanque acumulador de salida se recomienda tirar al drenaje, diluyendolo previamente con agua.

A continuación se presentará un modelo de cálculo a un tiempo dado, y al final una tabla de resultados con todos los cálculos de la corrida.

Es necesario que al efectuar cualquier manejo de los reactivos de este experimento se use equipo de seguridad, es decir, lentes de seguridad, bata de laboratorio y guantes de hule.

CÁLCULOS

FLUJOS DE ENTRADA A LA TORRE:

Fase rica en tolueno (dispersa) = 0.30 lpm.

Fase rica en agua (continua) = 0.15 lpm.

CÁLCULOS DE LAS CONCENTRACIONES:

$y_s = 0$

Fórmula de acuerdo a la reacción entre ácido acético e hidróxido de potasio:



Para conocer los gramos de ácido acético, se sigue la siguiente fórmula:

$$\text{gr (Ác.ac.)} = V (\text{NaOH}) * N (\text{NaOH}) * \text{eq. (Ác.ac.)}$$

$$\text{gr (ác.ac.)} = \text{ml} * \text{grmol}/1000\text{ml} * 60 \text{ gr/grmol}$$

$$\text{gr (Ác.ac.)} = V (\text{NaOH}) \text{ ml} * N (\text{NaOH}) * 0.06$$

Para conocer la concentración del ácido acético de la alimentación, se titula un volumen total de 10.0 ml y se gastaron 45.5 ml de NaOH (0.1 N). entonces:

$$\text{gr (Ác.ac.)} = 45.5 \text{ ml} * 0.1 \text{ N} * 0.06$$

$$\text{gr (Ác.ac.)} = 0.273 \text{ gr Ác. acético.}$$

Dividiendo entre la densidad del ácido acético (1.05 gr/ml), obtenemos los mililitros de ácido acético:

$$\text{ml (Ác.ac.)} = 0.273 \text{ gr} / 1.05 \text{ gr/ml} = 0.260 \text{ ml.}$$

Restando a los 10.0 ml de muestra original los mililitros de ácido acético obtenemos los mililitros de tolueno:

$$\text{ml (tolueno)} = 10.0 \text{ ml} - 0.260 \text{ ml} = 9.74 \text{ ml}$$

Este resultado se multiplica por la densidad del tolueno (0.8617 gr/ml) para obtener los gramos de tolueno:

$$\text{gr (tolueno)} = 9.74 \text{ ml} * 0.8617 \text{ gr/ml}$$

$$\text{gr (tolueno)} = 8.393 \text{ gr tolueno}$$

	gramos	%	xf
Ácido acético	0.27300	3.15	0.0315
Tolueno	8.39300	96.85	
Total	8.66600	100.00	

para conocer la concentración del ácido acético del refinado, se titula un volumen total de 10.0 ml y se gastaron 8.7 ml de NaOH (0.1 N), entonces:

$$\text{gr (Ác.ac.)} = 8.7 \text{ ml} * 0.1 \text{ N} * 0.06$$

$$\text{gr (Ác.ac.)} = 0.0522 \text{ gr Ác. acético}$$

Dividiendo entre la densidad del ácido acético (1.05 gr/ml), obtenemos los mililitros de ácido acético:

$$\text{ml (Ác.ac.)} = 0.0522 \text{ gr} / 1.05 \text{ gr/ml} = 0.04971 \text{ ml}$$

Restando a los 10.0 ml de muestra original, los mililitros de ácido acético, obtenemos los mililitros de tolueno:

$$\text{ml (tolueno)} = 10.0 \text{ ml} - 0.04971 = 9.9503 \text{ ml}$$

Este resultado se multiplica por la densidad del tolueno (0.8617 gr/ml) para obtener los gramos de tolueno:

$$\text{gr (tolueno)} = 9.9503 \text{ ml} * 0.8617 \text{ gr/ml}$$

$$\text{gr (tolueno)} = 8.5742 \text{ gr tolueno}$$

	gramos	%	xf
Ácido acético	0.0522	0.6051	0.00605
Tolueno	8.5742	99.3949	
Total	8.6264	100.0000	

Para conocer la concentración del ácido acético del extracto, se titula un volumen total de 10.0 ml y se gastaron 37.2 ml de NaOH (0.1 N), entonces:

$$\text{gr (Ác.ac.)} = 37.2 \text{ ml} * 0.1 \text{ N} * 0.06$$

$$\text{gr (Ác.ac.)} = 0.2232 \text{ gr Ác. acético}$$

Dividiendo entre la densidad del ácido acético (1.05 gr/ml), obtenemos los mililitros de ácido acético:

$$\text{ml (Ác.ac.)} = 0.2232 \text{ gr} / 1.05 \text{ gr/ml} = 0.2126 \text{ ml}$$

Restando a los 10.0 ml de muestra original, los mililitros de ácido acético, obtenemos los mililitros de tolueno:

$$\text{ml (tolueno)} = 10.0 \text{ ml} - 0.2126 \text{ ml} = 9.7874 \text{ ml}$$

Este resultado se multiplica por la densidad del tolueno (0.8617 gr/ml) para obtener los gramos de tolueno:

$$\text{gr (tolueno)} = 9.7874 \text{ ml} * 0.8617 \text{ gr/ml}$$

$$\text{gr (tolueno)} = 8.4338 \text{ gr tolueno}$$

	gramos	%	yl
Ácido acético	0.2232	2.5783	0.0258
Tolueno	8.4338	97.4217	
Total	8.6570	100.000	

Al cabo de tres horas de extracción, procurando mantener los flujos por debajo de la inundación, se obtuvieron los resultados que se muestran en la tabla siguiente.

TABLA DE RESULTADOS

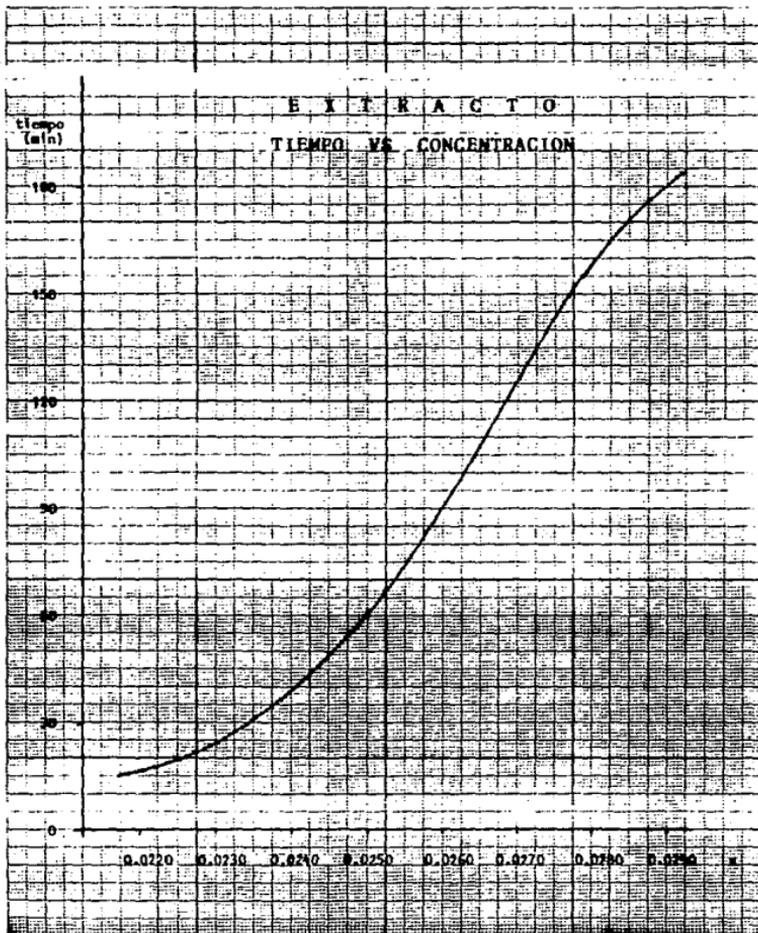
Se considera una concentración inicial de ácido acético de 3.15 por ciento, es decir $x_f = 0.0315$; lo que equivale a 0.273 gr. de ácido acético en la fase dispersa (tolueno/ácido acético), en la fase continua (agua), $y_s = 0$, es decir no contiene ácido acético.

TIEMPO (min.)	R E F I N A D O		
	V(NaOH)	gr. Ac.ac.	x
15	14.70	0.0882	0.0102
30	13.40	0.0804	0.0093
45	11.80	0.0708	0.0082
60	9.50	0.0570	0.0066
75	8.70	0.0522	0.0061
90	8.15	0.0489	0.0057
105	7.90	0.0474	0.0055
120	7.10	0.0426	0.0049
150	5.15	0.0309	0.0036
180	3.80	0.0228	0.0026
0			0.0315

TABLA DE RESULTADOS

TIEMPO (min.)	E X T R A C T O		
	V(NaOH)	gr. Ac.ac.	y
15	31.30	0.1878	0.0217
30	31.80	0.1908	0.0221
45	33.70	0.2022	0.0234
60	36.05	0.2163	0.0250
75	37.20	0.2232	0.0258
90	38.30	0.2298	0.0265
105	36.70	0.2202	0.0254
120	38.00	0.2280	0.0263
150	40.00	0.2400	0.0277
180	41.80	0.2508	0.0290
0			0.0000

En algunos casos los resultados no son muy exactos, ya que el método de titulación no es 100 % exacto, pero es un método sencillo y fácil de llevar a cabo.



CÁLCULO DEL NÚMERO DE UNIDADES DE TRANSFERENCIA.

Para llevar a cabo este cálculo, se utilizan los datos tabulados anteriormente. Se grafican para obtener una curva de operación del sistema; esto es haciendo una curva de distribución de y vs x , esta gráfica se presenta junto a la curva de equilibrio para poder hacer una comparación posterior.

Para poder hacer un mejor cálculo del número de unidades de transferencia, se hace una amplificación de la curva de distribución ya que los puntos que involucran las corridas del experimento se encuentran muy cercanos.

La expresión para determinar el número de unidades de transferencia, es la siguiente:

$$N_{tOG} = \int \frac{dy}{y - y^*} + \frac{1}{2} \ln \frac{(1 - y_2)/(1 - y_1)}{y_2 - y_1}$$

donde:

N_{tOG} - número de unidades de transferencia

y - concentración de ácido acético

y^* - concentración de ácido acético en equilibrio

CÁLCULO DE LA ALTURA DE UNIDAD DE TRANSFERENCIA.

La expresión para determinar la altura de unidad de transferencia, es la siguiente:

$$H_{tOG} = Z / N_{tOG}$$

donde:

Z - altura de empaque

DATOS

x	y	y*	y - y*	1/(y - y*)
0.0315	0.364	0.318	0.046	21.7391
0.0255	0.316	0.278	0.038	26.3158
0.0195	0.268	0.236	0.032	31.2500
0.0135	0.220	0.190	0.030	33.3333
0.0075	0.164	0.136	0.028	35.7143
0.0015	0.066	0.050	0.016	62.5000

Con estos datos se traza una gráfica de $1/(y - y^*)$ vs y , para resolver la integral de un modo gráfico. La expresión de la integral, es la siguiente:

$$\int \frac{dy}{y - y^*}$$

para resolver la integral se tomará un intervalo de 0.05 en el eje de las abscisas. Los datos obtenidos son los siguientes:

y	1/(y - y*)
0.375	21.7500
0.325	23.5000
0.275	26.7500
0.225	32.5000
0.175	40.0000

y	1/(y - y*)
0.125	49.5000
0.075	60.5000

La integral se calcula mediante la regla de los trapecios y por la regla de Simpson.

Regla de los trapecios	= 10.6688
Regla de Simpson	= 10.6292
Promedio	= 10.6490

$$NtOG = \int \frac{dy}{y - y^*} + \frac{1}{2} \ln \frac{(1 - y_2)}{(1 - y_1)}$$

$$NtOG = 10.6490 + \frac{1}{2} \ln \frac{(1 - 0.075)}{(1 - 0.375)}$$

$$NtOG = 10.6490 + 0.1960$$

$$NtOG = 10.8450$$

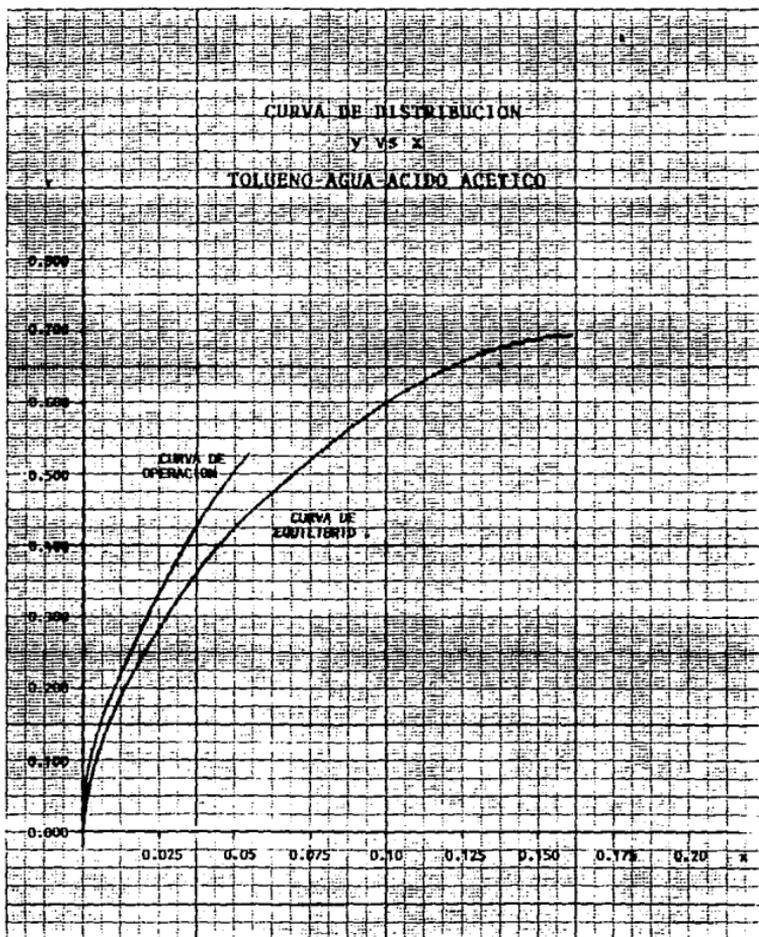
Conociendo que la altura de empaque Z es igual a 1.397 mts., se puede calcular la altura de unidad de transferencia.

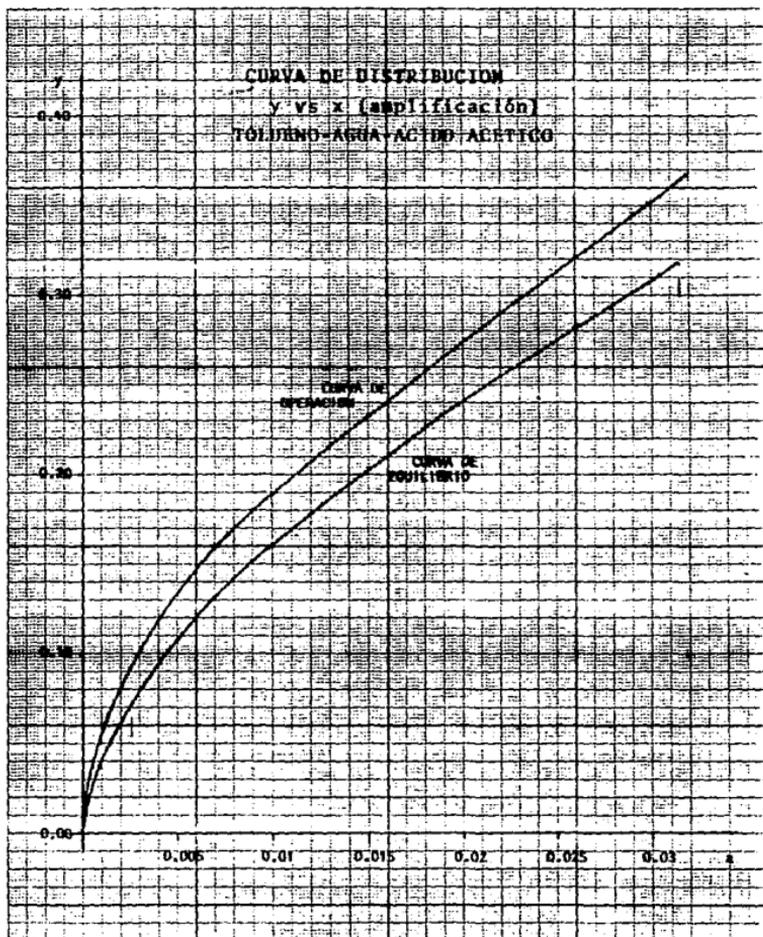
$$Z = 1.397 \text{ mts}$$

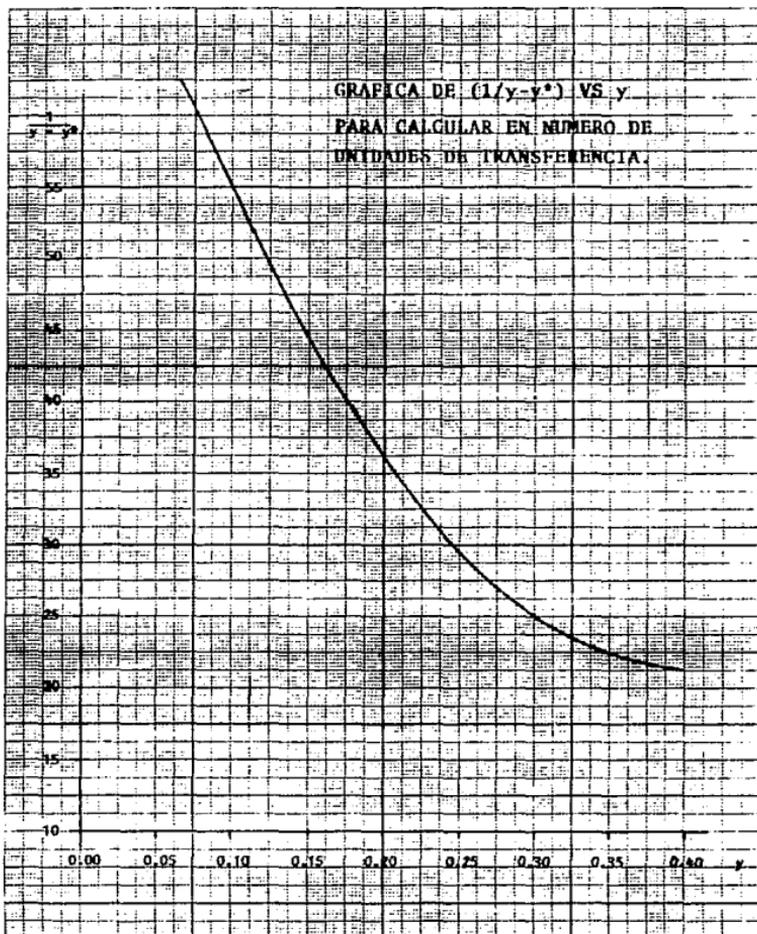
$$HtOG = Z / NtOG = 1.397 / 10.8450$$

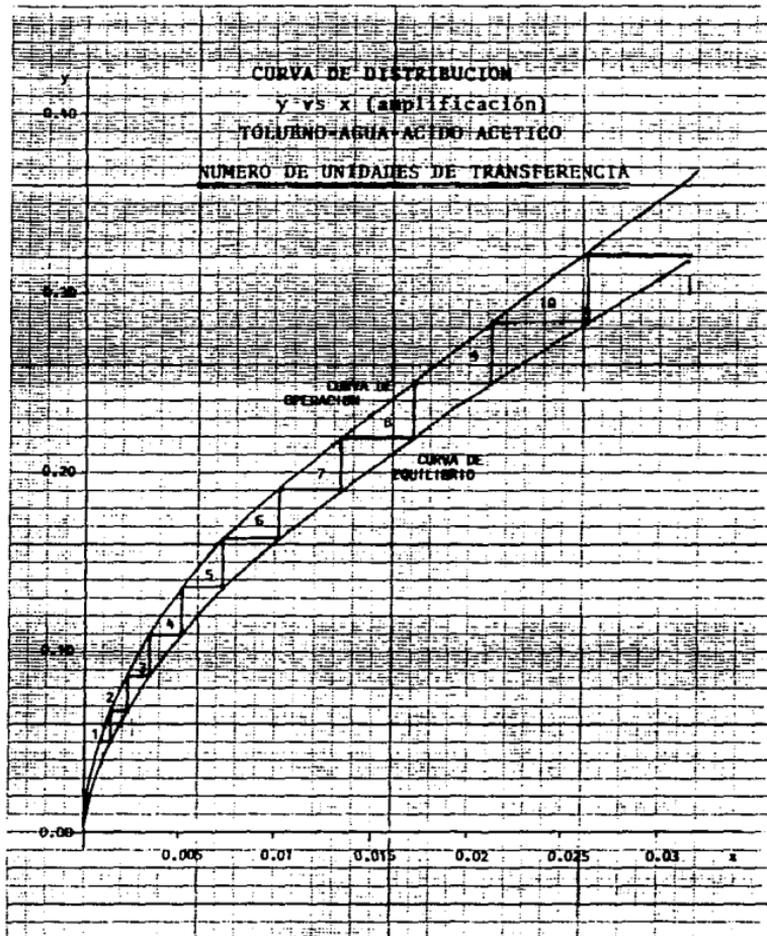
$$HtOG = 0.1288 \text{ mts}$$

La representación gráfica de este cálculo se muestra a continuación.









CAPÍTULO V

PRÁCTICA PROPUESTA

Siendo este el objetivo principal para la realización de este trabajo, es decir, contar en la Universidad La Salle con un equipo diseñado y construido específicamente para elaborar experimentos sobre extracción líquido-líquido.

Por lo anterior, a continuación proponemos una práctica experimental sobre la extracción líquido-líquido para los estudiantes de la Universidad La Salle.

Debido a la versatilidad del equipo construido, es posible proponer un gran número de prácticas de extracción líquido-líquido, e incluso, cambiar de sistema propuesto o efectuar prácticas que involucren algún otro tipo de operación de transferencia de masa.

PURIFICACION DE TOLUENO CONTAMINADO CON ÁCIDO ACÉTICO A DIFERENTES CONCENTRACIONES.

OBJETIVO: Purificar tolueno contaminado con ácido acético a una concentración conocida usando agua como disolvente por medio de la columna de extracción líquido-líquido de la Universidad La Salle.

PROCEDIMIENTO:

1. Asegurar que el equipo se encuentre limpio y en condiciones de operación.

2. Preparar una solución de tolueno/ácido acético a una concentración conocida en el tanque acumulador de polipropileno de la entrada de la fase dispersa por la parte inferior de la torre.
3. Analizar dicha solución, de acuerdo al método propuesto en el capítulo IV, para conocer la concentración real de la solución.
4. Iniciar el experimento, alimentando primeramente la fase dispersa por la parte inferior de la torre por medio de la bomba centrífuga y ajustar el flujo de líquido a 0.30 litros por minuto hasta una altura igual a dos tercios de altura de la torre.
5. Una vez regulado el flujo a 0.30 litros por minuto y haber alcanzado una altura llena de líquido igual a dos tercios de la torre, abrir el suministro de agua (fase continua) y ajustar el flujo a 0.15 litros por minuto.
6. Tomar una muestra de referencia en la salida del refinado en este momento (línea de salida de la parte superior de la torre) y marcarla como tiempo cero.
7. Es muy importante regular el flujo de salida por la parte inferior de la torre, para evitar la inundación de la torre; este flujo se regula por medio de una válvula de bola directamente en la línea de salida de la torre. Tomar como referencia el capítulo IV de experimentación.
8. Al cabo de un cierto tiempo de operación y considerando que se ha llegado al régimen permanente, se toman muestras en los flujos de salida de la torre cada 15 minutos y se analizan para determinar la concentración del ácido acético en ambos casos.
9. Al cabo de 60 minutos de corrida, suspender el experimento y hacer los análisis pertinentes de los flujos de salida.
10. Iniciar la siguiente corrida usando como reactivo, la solución

de salida de la parte superior de la torre: para que esta solución se pueda cargar al tanque acumulador de la fase dispersa se debe separar el tolueno, asegurando que no contenga nada de agua.

11. Analizar nuevamente el contenido de ácido acético en el tanque acumulador de la fase dispersa e iniciar la corrida nuevamente.

12. Después de haber logrado tres corridas, hacer una comparación de resultados, de acuerdo a los cálculos presentados en el capítulo IV.

13. Lavar el equipo perfectamente con agua.

CAPÍTULO VI

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El contar con un equipo de extracción líquido-líquido dentro de las instalaciones de los laboratorios de Ingeniería Química, le permite al estudiante reafirmar los conceptos adquiridos teóricamente y poder desarrollar su capacidad de operación de equipos de transferencia de masa utilizados continuamente dentro de la industria química.

Las ventajas de contar con equipo experimental de esta naturaleza fomenta al estudiante a poner en práctica sus conocimientos para elegir las condiciones de operación y diseño que favorezcan al proceso.

Las recomendaciones sugeridas son las siguientes:

La operación de este equipo deberá hacerse con sumo cuidado y siempre bajo la supervisión de un miembro del profesorado de la escuela de Ingeniería Química.

Debido a que los reactivos propuestos en este trabajo son corrosivos e inflamables deben tomarse las debidas precauciones para que los estudiantes no sufran ningún accidente.

Es necesario que al efectuar las corridas experimentales en este equipo se use cierto equipo de seguridad como: lentes de seguridad, guantes de hule, bata, y contar con un extinguidor a la mano por si se presenta alguna situación fuera de control.

Es necesario extremar las precauciones en el uso de cerillos y cigarrillos, ya que el tolueno es altamente inflamable, para así evitar cualquier riesgo de incendio.

BIBLIOGRAFÍA

- 1) OPERACIONES DE TRANSFERENCIA DE MASA, Robert E. Treybal
McGraw Hill, 1980.
- 2) RECENT ADVANCES IN LIQUID-LIQUID EXTRACTION, Jeffreys,
Editorial Pergamon Press, 1971.
- 3) THE PHASE RULE AND HETEROGENEOUS EQUILIBRIA, Ricci J.,
Editorial Van Nostrand, 1951.
- 4) THE CHEMICAL ENGINEERS HANDBOOK, Perry H. & Chilton
C., McGraw Hill, 1973.
- 5) RECENT ADVANCES IN LIQUID-LIQUID EXTRACTION, Misek,
Editorial Press, 1971.
- 6) INDUSTRIAL ENGINEERING CHEMICAL FUNDAMENTS, Hughmark,
1976.
- 7) CHEMICAL PROCESS ECONOMICS, Happel, Editorial Dekker,
1975.
- 8) LIQUID EXTRACTION, Robert E. Treybal, McGraw Hill,
1973.
- 9) DESIGN OF EQUILIBRIUM STAGE PROCESSES, Smith, McGraw
Hill, 1963.
- 10) BASIC PRINCIPLES AND CALCULATION IN CHEMICAL ENGINEERING,
Himmelblau, D.M., Prentice Hall, 1982.