

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

Facultad de Ingeniería Química y Manufacturera



ESTUDIO EXPERIMENTAL DE UNA COLUMNA PULSANTE DE EXTRACCION LIQUIDO - LIQUIDO DE PLATOS PERFORADOS

T E S I S

Para optar el Título Profesional de
INGENIERO QUIMICO

**FREDDY DOMINGO ANDRADE GARCIA
HECTOR ALFREDO HOSHI ESPINOZA**

Lima - Perú
1985

D E D I C A T O R I A S

A MIS PADRES .

Héctor .

A CHARY y CHRIS POR SUS PALABRAS DE
ALIENTO, TOLERANCIA, CARIÑO Y COM
PRENSION .

A MIS PADRES POR SU MARAVILLOSO -
EJEMPLO, APOYO INCONDICIONAL y CON
FIANZA PERMANENTE .

A MAMA ELISA POR LA MANERA TAN NO-
BLE DE LLEVARME HACIA ADELANTE .

Freddy .

AGRADECIMIENTO

Queremos expresar nuestro más sincero agradecimiento a los Ingenieros Guillermo Villanueva P. y Eugenia Medico Bao por la confianza depositada en nosotros, así como por su incesante e invaluable apoyo.

También reconocemos y agradecemos infinitamente a todas aquellas personas que de una u otra manera hicieron posible el éxito de este trabajo, pues sin su valiosa colaboración hubiera sido más largo y exigente el camino recorrido; deseamos hacer mención especial al Ingeniero - Eduardo Olivera de la Facultad de Ingeniería Electrónica, a los Señores Gabino Barrios M. y Víctor Rojas M. del Laboratorio de Operaciones Unitarias, así como a la Señorita Rosa Torrón por su valiosa colaboración.

I N D I C E

I N D I C E

COLUMNA PULSANTE DE EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO DE PLATOS PERFORADOS

INTRODUCCION.

CAPITULO

GENERALIDADES.

1.1. OBJETIVOS Y JUSTIFICACION DEL ESTUDIO.

1.2. ASPECTOS GENERALES REFERENTES A LA EXTRACCION.

1.2.1. MENCION DE DIFERENTES SISTEMAS DE EXTRAC
CION.

CAPITULO II

EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO.

2.1. TEORIA.

2.1.1. DEFINICIONES.

2.1.2. SISTEMAS TERNARIOS.

2.1.3. EQUILIBRIO DE FASES.

2.1.4. DIAGRAMAS DE FASE TERNARIOS. (14, 19, 20)

2.2. SISTEMAS DE EXTRACCION. (14)

2.2.2. CONTACTO SIMPLE DE ETAPAS MULTIPLES.

2.2.3. CONTACTO EN CONTRACORRIENTE DE ETAPAS -
MULTIPLES.

2.2.4. CONTACTO DIFERENCIAL EN CONTRACORRIENTE.

2.2.5. EXTRACCION A CONTRACORRIENTE (SEUDO)
INTERMITENTE.

2.2.6. EXTRACCION EN CONTRACORRIENTE CON REFLUJO.

2.2.7. EXTRACCION POR DOBLE SOLVENTE (FRACCIONAL).

2.3. EQUIPO DE EXTRACCION.

2.4. APLICACION DE LOS PROCESOS DE EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO.

CAPITULO III

COLUMNAS PULSANTES DE EXTRACCION -ECUACIONES DE DISEÑO.

3.1. TEORIA.

3.1.1. CARACTERISTICAS DEL PULSO.

3.1.2. PROPIEDADES DESEABLES DEL SOLVENTE.

3.2. CALCULOS Y ECUACIONES DE DISEÑO.

3.2.1. CALCULO DE LA EFICIENCIA.

3.2.2. CONSTRUCCION DE LA LINEA DE OPERACION.

3.3. APLICACION ESPECIFICA EN LA INDUSTRIA NUCLEAR.

CAPITULO IV

CARACTERISTICAS DE DISEÑO DEL EQUIPO.

4.1. DESCRIPCION GENERAL DEL SISTEMA.

4.2. DESCRIPCION DE LA COLUMNA.

4.3. ACCESORIOS AUXILIARES.

4.3.1. ZONA DE ALIMENTACION.

4.3.3. OTROS ACCESORIOS.

CAPITULO V

ESTUDIO PRELIMINAR DEL SISTEMA Y PROCEDIMIENTO OPERATIVO.

5.1. DESCRIPCION DEL SISTEMA TERNARIO ELEGIDO.

5.1.1. PROPIEDADES DE LOS COMPONENTES.

5.2. ENFOQUE PRELIMINAR DE LAS PRUEBAS EXPERIMENTALES.

5.2.1. VACIADO INVOLUNTARIO DE LA COLUMNA.

5.2.2. VACIADO NO PREVISTO DE LA MANGUERA DE ALIMENTACION.

5.2.3. ALIMENTACION DISCONTINUA E INTERRUMPIDA.

5.2.4. MALA FORMACION DE LAS BURBUJAS.

5.2.5. CONEXIONES MAL SELLADAS.

5.2.6. FALTA DE DESCARGA DEL REFINADO.

5.2.7. MALA PULSACION DE LA COLUMNA.

5.3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

5.3.1. DESCRIPCION.

CAPITULO VI

RESULTADOS.

6.1. DESCRIPCION DE LOS PARAMETROS.

6.1.1. COMPOSICION DEL REFINADO (X_R).

6.1.2. NUMERO DE ETAPAS

6.1.3. EFICIENCIAS.

6.1.4. ALTURA EQUIVALENTE DE UNA ETAPA TEORICA.

6.1.5. ALTURA DE UNA UNIDAD DE TRANSFERENCIA.

6.1.6. OTROS.

6.2. CURVAS Y DIAGRAMAS OBTENIDOS.

6.2.1. LINEAS DE OPERACION.

6.2.2. EFICIENCIAS.

6.2.3. ALTURA EQUIVALENTE DE UNA ETAPA TEORICA.

6.2.4. ALTURA DE UNA UNIDAD DE TRANSFERENCIA.

6.2.5. RELACIONES DE HOLDUP.

6.3. DISCUSION DE RESULTADOS.

6.3.1. EFECTO DE LA FRECUENCIA DEL PULSO.

6.3.2. EFECTO DE LA VARIACION DE FLUJO DE SOLVENTE.

6.3.3. EFECTO DE OTROS FACTORES.

6.3.4. COMPARACION CON OTROS METODOS.

CAPITULO VII

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

7.1. CONCLUSIONES.

7.2. RECOMENDACIONES.

ANEXOS.

ANEXO 1.

NOMENCLATURA UTILIZADA

ANEXO 2.

CURVAS DE CALIBRACION DE ROTAMETROS

TABLA DEL % EN PESO DE ACIDO ACETICO EN LA ALIMENTACION EN FUNCION DE SU DENSIDAD.

ANEXO 3.

PROCESAMIENTO DE DATOS EXPERIMENTALES.

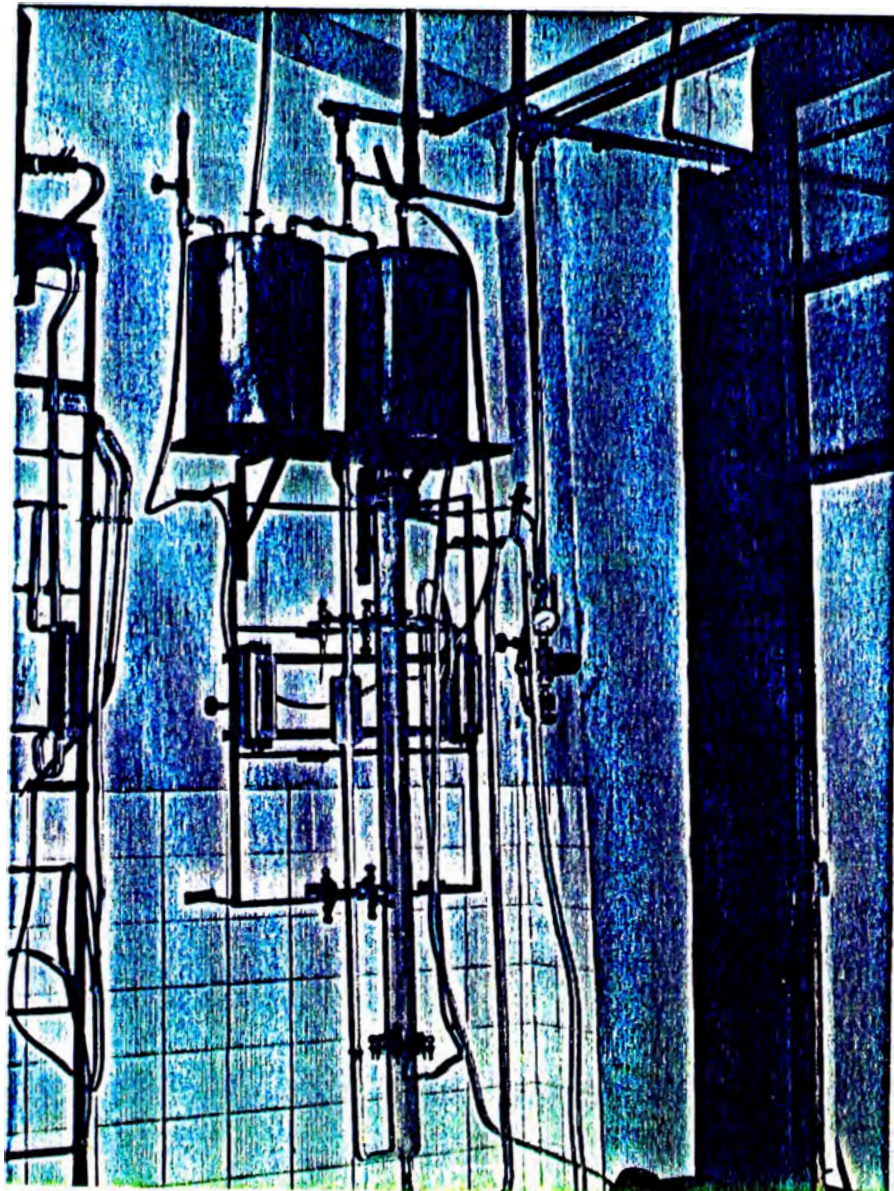
ANEXO 4.

GRAFICOS Y PLANOS.

BIBLIOGRAFIA.

- ° -

COLUMNA PULSANTE DE EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO
DE PLATOS PERFORADOS



INTRODUCCION

El presente trabajo de tesis titulado "ESTUDIO EXPERIMENTAL DE UNA COLUMNA PULSANTE DE EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO DE PLATOS PERFORADOS", cuyas pruebas experimentales han sido realizadas en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Nacional de Ingeniería puede resumirse concretamente en:

- ° Se ha implementado el Equipo consistente en una columna de vidrio de 2" \emptyset y de 162 cms. de altura, en cuyo interior se tienen 10 platos de plomo de 2mm. de espesor con perforaciones de $\sqrt{16}$ " \emptyset . Se ha dotado a la columna de los accesorios necesarios para su funcionamiento y control consistentes en:

Un tanque de Fierro de 27 lts. de capacidad para la fase acuosa y un tanque de acero 304 de 1/32 de 33.2 lts. de capacidad para la fase orgánica.

Un generador de pulsos y una válvula solenoide que trabajado sincronizadamente nos permiten pulsar la columna con aire proveniente de un compresor y con diferentes valores de frecuencia y relación abierto/cerrado de la válvula.

Dos rotámetros para medir los flujos acuoso y orgánico alimentados a la columna.

2 °.- El sistema ternario utilizado es Tolueno-Acido-Acético-Agua, siendo la alimentación una mezcla de Tolueno con 6% en peso de Acido Acético y el disolvente o extractante el agua.

El proceso que se lleva a cabo es a contracorriente y por gravedad, siendo la fase orgánica alimentada por la parte inferior de la columna y dispersada dentro de una columna continua de fase acuosa.

3 °.- Se ha estudiado el efecto de tres frecuencias de pulsación diferentes (20,30,48 pulsos/minuto) sobre los valores de HTU, HETS, y eficiencia del equipo; para distintos flujos acuosos y valores constantes de flujo orgánico y amplitud del pulso.

Luego de las pruebas experimentales y los respectivos cálculos teóricos se ha llegado a las siguientes conclusiones.

1 °.- La columna estudiada alcanza eficiencias superiores al 28% para la mayor frecuencia de pulso (48 pulsos/minuto) y para el menor flujo acuoso (78.75 gr/min.).

2 °.- Para frecuencias bajar el rendimiento de la columna es bastante pobre (cerca del 1%) manteniéndose aproximadamente constante aún cuando

se varíe el flujo acuoso.

- 3 °.- La relación de hold up está estrechamente ligada con la frecuencia de pulsación, observándose generalmente que a mayores frecuencias se tiene mayor relación de hold up cuando se mantiene constantemente un determinado flujo de solvente S.
- 4 °.- Realmente por la gran cantidad de variables que intervienen en el estudio es poco menos que imposible tratar de resumir en palabras o escribir lo que verdaderamente ocurre en el sistema, por lo que se recomienda al lector remitirse a las tablas del Capítulo VI y los gráficos del anexo-4, donde encontrará la información adecuada y en detalle que permitirán darle una idea más clara y precisa del equipo estudiado.

CAPITULO I

GENERALIDADES.

GENERALIDADES

1.1 OBJETIVOS Y JUSTIFICACION DEL ESTUDIO

El objetivo principal del presente trabajo es efectuar el estudio experimental de los parámetros de operación que gobiernan el funcionamiento de una columna pulsada de platos perforados para la extracción líquida. De hecho que estos parámetros son numerosos y efectuar un estudio de todos ellos demandaría un tiempo muy extenso, por lo que se ha visto conveniente sólo investigar una parte de tales parámetros.

Estos comprenden:

- a) La determinación del HTU variando la frecuencia y considerándolo constante la amplitud. Se variará también el flujo acuoso.
- b) Determinación del hold-up.
- c) Determinación de la eficiencia.

Por cuanto se trata de un equipo de aplicación novedoso, la justificación para efectuar el estudio será la de dotar tanto a la parte experimental como probablemente a la industria química de un equipo que es de una utilidad indudable, especialmente a aquellos procesos en los cuales se requiere eficiencias superiores a las obtenidas en columnas convencionales. Específicamente nos referimos a

la refinación de pasta amarilla para la extracción del uranio, en la naciente industria nuclear del país, y a la refinación de metales no ferrosos por métodos de extracción (9,1).

1.2. ASPECTOS GENERALES REFERENTES A LA EXTRACCION.

La extracción con disolventes, en particular la extracción líquido-líquido, ha llegado a ser una de las técnicas de trabajo más ampliamente aplicadas en las industrias químicas. Es uno de los métodos más importantes de producción y purificación de artículos diversos tales como aceites vegetales, aceites lubricantes, diversas sustancias químicas orgánicas, productos farmacéuticos y de los metales pesados como el uranio, torio y plutonio, para su uso en la energía nuclear (9,24).

En general, se denomina extracción a los procedimientos en virtud de los cuales mediante un líquido (disolvente), se despoja a los cuerpos sólidos, soluciones o aún a los gases, de un modo sistemático, de ciertas sustancias, fluídas o sólidas, en ellas contenida, de las cuales se apodera el disolvente (5). Para efectuar una separación de este modo, al menos uno de los componentes de la mezcla debe ser insoluble o sólo parcialmente soluble en el disolvente.

Según la naturaleza de la mezcla, el amplio campo de tratamiento podría definirse en tres tipos de sistemas: sólido-líquido, líquido-líquido y gas líquido.

En cualquiera de los casos mencionados, son aplicables los principios teóricos comunes a las diversas operaciones de difusión, y la extracción con disolventes es, en general, análoga a las demás "operaciones de transferencia de masa", como la absorción, la adsorción y la destilación. Por consiguiente, los mismos principios generales y tipos de datos deben ser considerados en el estudio de un procedimiento de extracción como en cualquiera de los demás procedimientos de separación. Estos son:

- a. Los datos de equilibrio, los cuales dan las relaciones entre las concentraciones de las diversas sustancias en equilibrio;
- b. Los datos de velocidad, que nos dan las velocidades de difusión y extracción en función de las características físicas de los productos y "la fuerza motriz" o desviación del equilibrio existente en las distintas partes del sistema.
- c. Los datos del balance de materiales y, en casos especiales, los datos del balance de energía que relacionan las cantidades de los di-

versos materiales que intervienen y su contenido energético.

Independientemente del método de contacto que se use en cualquier procedimiento de extracción son característicos dos pasos.

- 1) La mezcla del disolvente y el material que se desea someter a extracción, y
- 2) Fijación o algún otro método de separación de las fases resultantes.

1.2.1. MENCION DE DIFERENTES SISTEMAS DE EXTRACCIÓN.

a) Sistema Sólido-líquido.- Es aquel en el cual un soluto o solutos de un sólido son removidos utilizando un disolvente líquido. Originalmente se ha referido este proceso a la lixiviación del líquido a través de un lecho fijo. La presencia de una fase sólida la distingue de la extracción líquido-líquido.

En este proceso se involucran siempre dos pasos:

- 1) Contacto del sólido y solvente para transferir el soluto al solvente y,
- 2) Separación de la solución resultante del sólido residual.

En un proceso de lecho fijo, las partículas sólidas están estacionarias mientras que, en el de contacto disperso las partículas es -
tan en movimiento (agitadas). Los métodos de operación son en contracorriente, de pa-
sos múltiple, etc. Este sistema incluye o
peraciones de adsorción, floculación, inter
cambio iónico, y lixiviación.

b) Sistema Líquido-Líquido.- Es el proceso mediante el cual el soluto o solutos de una solución son removidos por un disolven-
te líquido. Las características y paráme -
tros que gobiernan este tipo de extracción serán vistos en mayor detalle en los capítu
los siguientes de este estudio.

c) Sistema Gas-Líquido.- Son aquellas que se utilizan para la transferencia de ma-
sa , calor y momento entre las fases en equilibrio físico y químico. Este sistema comprende los procesos de absorción que se refiere a la transferencia de un compuesto presente en una mezcla gaseosa hacia un lí
quido absorbente cuya volatilidad bajo con-
diciones de proceso es baja. Este proceso puede ser un fenómeno puramente físico o

puede involucrar la solución del material en el líquido seguido de uno o más constituyentes en la solución líquida. La operación inversa es llamada desorción. El equipo usado para contacto continuo de un líquido y un vapor puede ser una torre vacía que contiene un número de platos de burbujas, agujeros o platos tipo válvula.

En general las corrientes de gas y líquido fluyen en contracorriente a fin de obtener una mayor tasa de absorción. El diseño exige los siguientes pasos para una torre de absorción.

- a.- Los datos de las relaciones de equilibrio vapor-líquido para el sistema.
- b.- Los datos de la capacidad del vapor y del líquido. Tipo de equipo que se considerará para determinar las áreas transversales y tamaño del equipo.
- c.- Balances de materia.

Como ya se mencionó, de todos los sistemas descritos, el que ocupa la atención del presente estudio es el de extracción líquido-líquido y en él centraremos nuestra atención.

CAPITULO II

EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO

2.1. TEORIA

Los procesos para la separación de los componentes de una solución, que dependen de una distribución desigual de componentes entre dos líquidos inmiscibles son conocidos como "procesos de extracción líquido-líquido", o más simplemente como "extracción líquida" (5).

El proceso puede efectuarse en numerosas formas. En la mayoría de instancias, la solución líquida a ser tratada es contactada íntimamente con un líquido adecuado incompletamente miscible que extrae preferencialmente uno o más componentes. Las separaciones de esta clase son esencialmente de carácter físico y los componentes permanecen químicamente inalterados. Sin embargo, la naturaleza química de los líquidos influencia fuertemente el grado de separación posible, puesto que la distribución de un soluto depende del grado de no-idealidad de las soluciones involucradas.

Para el buen entendimiento del estudio, es necesario establecer ciertas definiciones que han de servir para denominaciones posteriores.

2.1.1. DEFINICIONES

Entre las principales tenemos:

- a) Alimentación ("feed"): Es la solución cuyos componentes van a ser separados.

- b) Solvente ("solvent") Es el líquido pues to en contacto con la alimentación con propósitos de extracción. Si el solvente consiste primariamente de una sustancia es un solvente simple ("Single"). Si el solvente está constituido por una o más sustancias elegidas para proporcionarle propiedades especiales, es un solvente mixto.
- c) Refinado ("raffinate") Solución de alimentación residual; con uno o más consti- tuyentes removidos por la extracción.
- d) Extracto ("extract"): Es el producto de la operación. Rico en disolvente que con tiene el soluto extractado.

Es conveniente notar que dos solventes inmiscibles entre los que los constituyentes de la alimentación se distribuyen, es un doble- solvente, en cuyo caso los términos extracto y refinado, hace cierto tiempo, no se apli- can.

En este punto es importante definir un pará- metro que está ligado en forma directa a la extracción líquida. Nos referimos al concep- to de Distribución o Reparto.

La Distribución (Reparto) se puede definir como la tendencia de un soluto a repartirse-

en concentraciones de equilibrio entre dos fases de una mezcla de disolventes inmiscibles o parcialmente miscibles a temperatura constante. Nerst, estableció de manera clara la ley de reparto.

La Ley de Reparto Simple o Ideal es el resultado de la termodinámica de un equilibrio, la energía libre del soluto en una fase disolvente debe de ser igual a la energía libre del soluto en la otra fase disolvente. Esta ley de reparto se establece matemáticamente como:

$$K = A_a/A_s$$

Donde A_a y A_s son las actividades del soluto en los respectivos disolventes y K es el coeficiente ideal de reparto o partición. Para disoluciones diluidas las actividades del soluto pueden reemplazarse por las concentraciones molares (5).

La principal aplicación industrial de la ley del reparto es la operación unitaria de extracción líquida. Esta se emplea cuando la mezcla es difícil de separar mediante procedimientos convencionales tales como destilación y evaporación, cuando la mezcla es sensible frente al calor o cuando el componente que se quiere recuperar

esta presente en concentraciones muy bajas.

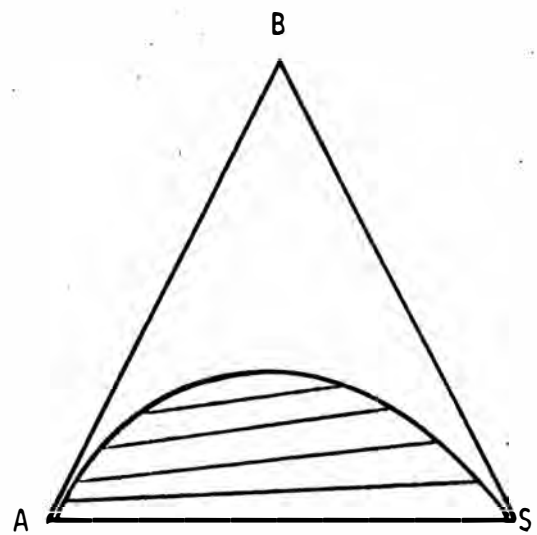
2.1.2. SISTEMAS TERNARIOS.

Se definen como aquellos sistemas donde se encuentran presentes tres componentes, con respecto a la miscibilidad parcial de estos, aparecen tres tipos de sistemas líquidos ternarios. El tipo 1 representa un sistema en el que sólo un par de componentes es parcial o totalmente inmiscibles los otros dos pares son totalmente miscibles en todas las proporciones. Algunos sistemas de este tipo son los conformados por cloroformo-agua-ácido acético, tolueno-agua-ácido acético, éter isopropílico-agua-ácido acético, etc.

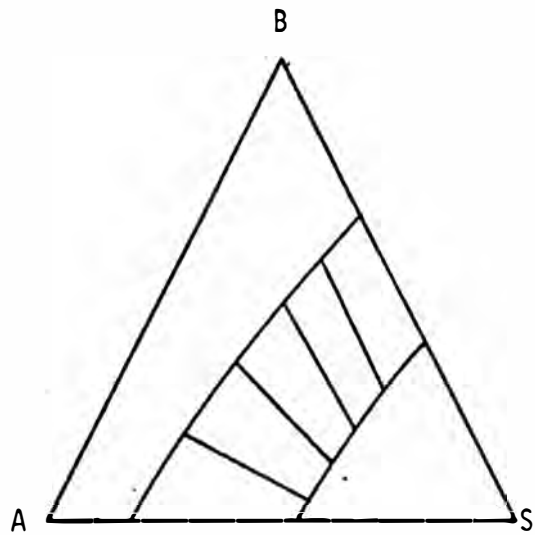
La representación de este sistema es tal como se muestra en la Fig. 1 (a)

En el tipo 2, dos pares de componentes son parcial o totalmente inmiscible y las regiones de inmiscibilidad se unen como se muestra en la Fig.1 (b). En el tipo 3, los tres pares de componentes son parcial o totalmente inmiscibles, y las tres regiones de inmiscibilidad se unen como en la Fig. 1

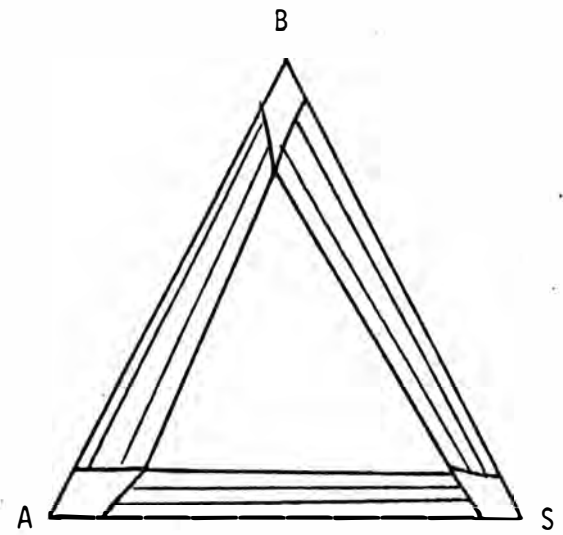
F I G U R A 1



(a)



(b)



(c)

(c) El tipo 2, está representado por el sistema n-heptano-metil ciclohexano-agua. El tipo 3 se presenta con muy poca frecuencia.

En todos los casos una sola fase posee cuatro grados de libertad, que son, la temperatura, presión y las composiciones de dos de los tres componentes. Este número de variables plantea una gran dificultad al representar las relaciones de fase. Por esta causa los datos en los sistemas ternarios se presentan generalmente a cierto valor fijo de la presión tal como la atmosférica, y a diversas temperaturas constantes. De esta manera, se pueden mostrar las relaciones de concentración entre tres componentes a cualquier temperatura, sobre un diagrama plano, los que, combinándolos dan lugar a un modelo sólido que tiene las concentraciones en la base y la temperatura en el eje vertical

BASE TERMODINAMICA DEL EQUILIBRIO LIQUIDO LIQUIDO (14).

En sistemas ternarios de la clase descrita, las tres sustancias están presentes

en ambas fases. Para las fases en equilibrio, la actividad b de cada sustancia debe ser la misma en ambas fases puesto que el estado de referencia elegido es el mismo en todo el sistema. Esto se asegura por la elección, como estado de referencia, de los componentes puros a la temperatura y presión del sistema. Entonces, si las fases son ricas en A y S, respectivamente,

$$b_{AA} = b_{AS} \quad b_{BA} = b_{BS} \quad b_{SA} = b_{SS} \quad (2.1)$$

donde b_{BA} = actividad de B en la fase rica A, etc. Si las actividades pueden expresarse correctamente como funciones de la concentración, entonces mediante el análisis de diferentes datos de concentración podrían predecirse los equilibrios. A nivel de nuestros laboratorios generalmente no es posible hacer esto con bastante exactitud para utilizar los equilibrios predichos con propósitos de diseño del extractor, pero es posible sin embargo hacer predicciones útiles de la tendencia general de los equilibrios, para propósitos de elección de solventes.

Puesto que las concentraciones de B se toman como muy pequeñas y la solubilidad

mutua de A y S puro puede ser despreciable, la distribución inicial de B puede a menudo estimarse rápidamente. Introduciendo la definición de coeficiente de actividad para B, $\gamma_B = b_B/\bar{x}_B$, la ecuación (2.1) para B proporciona el coeficiente de distribución para B:

$$K'_B = \frac{\bar{x}_{BS}}{\bar{x}_{BA}} = \frac{\gamma_{BA}}{\gamma_{BS}} \quad (2.2)$$

Donde γ_{BS} = coeficiente de actividad de B en el binario B-S, γ_{BA} = coeficiente de actividad de B en el binario B-A.

Aquí, $\log \gamma_{BA} = A_{BA}$ y $\log \gamma_{BS} = A_{BS}$, donde las A son las constantes de margules ó Van Laar para los binarios o, más generalmente, el logaritmo del coeficiente de actividad de la sustancia B en solución infinitamente diluída en A o S, respectivamente.

Así, tomando logaritmos a (2.2) y ordenando $\log \cdot K'_B, \bar{x}_B=0 = A_{BA} - A_{BS} \quad (2.3)$.

Para el sistema Tolueno-Agua-Acido Acético tenemos:

Componente B	Componente A	Temperatura °C.	K'	Refer.
Acido Acé- tico	Tolueno	25	0.0778	(*)

(*) Woodman, J. Physics Chem., 30,1283 (1926).

2.1.3. EQUILIBRIO DE FASES.

El conocimiento exacto de las relaciones de equilibrio de fases es vital para las consideraciones cuantitativas de los procesos de extracción.

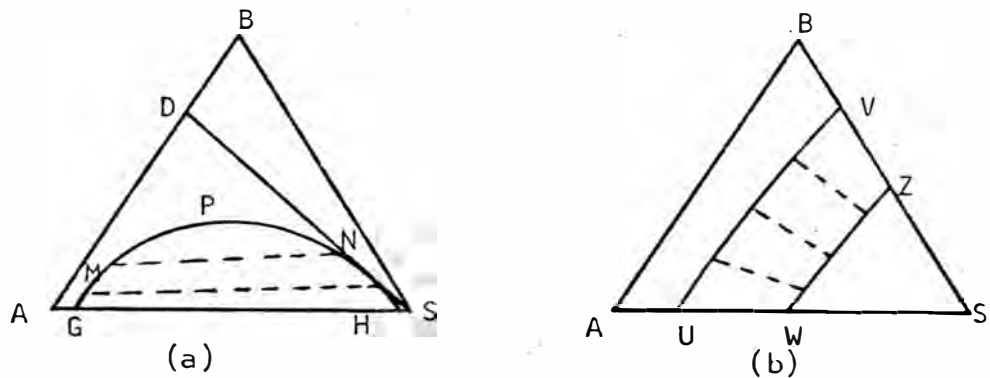
Mediante estos datos se permite fijar las cantidades requeridas de solvente (y reflujo, si se emplea). También las fuerzas de conducción que determinan las tasas de transferencia de masa son gobernadas mediante estas consideraciones termodinámicas . Puesto que la formación de dos fases líqui-das estables en contacto una con otra, es un requerimiento esencial, es cierto que al menos una fase es aquella en que los compones solutos se comportan termodinámicamente de una forma fuertemente no-ideal. De hecho, un solvente que tiene una alta selectividad por un componente, debe ser un mate

rial en el que los otros componentes tienen coeficientes grandes de actividad y de los cuales estos otros componentes son consecuentemente excluídos cuando se ha alcanzado la fase de equilibrio. La expresión-cuantitativa de las relaciones de equilibrio. La expresión cuantitativa de las relaciones de equilibrio de fase líquido-líquido implica, en consecuencia, inevitablemente el uso de métodos para representar las propiedades termodinámicas de soluciones no ideales. En el caso más simple, estas soluciones están compuestas de tres componentes: dos comprenden la solución de alimentación (A, el solvente alimentado y B, el soluto) y el solvente S. Sólo si el solvente y el componente A son completamente inmiscibles-condición que puede ocurrir sólo si el sistema permanece muy diluído en B - pueden emplearse relaciones simples aplicables a mezclas de dos componentes - (13).

2.1.4. DIAGRAMAS DE FASE TERNARIOS (14,19,20)

Usualmente los equilibrios de fase son mostrados en un gráfico triangular equilátero

como en la figura 2.



F I G U R A N° 2

Estas gráficas representan isothermas a su suficiente presión para mantener el sistema enteramente líquido. El más común es el tipo 1 donde la región de inmiscibilidad toca sólo un lado del triángulo. Los pares líquidos A-B y B-S son completamente miscibles: A y S se disuelven a un grado limitado dando soluciones mutuamente saturadas en G y H. La adición de B a tal mecla tiende a hacer que A y S lleguen a ser una. El soluto B se distribuye entre las dos fases saturadas, dando líquidos en equilibrio tales como aquellos en M y N unidos por una línea de reparto. Para tal línea de reparto, el coeficiente de

distribución K está definido como:

$$K = \frac{X_{BN}}{X_{BM}} \quad \text{ó} \quad K' = \frac{\bar{X}_{BN}}{\bar{X}_{BM}}$$

Donde X_{BN} indica la fracción en peso y \bar{X}_{BN} la fracción molar de B en la solución N . Las líneas de reparto usualmente, pero no siempre, cambian su pendiente continuamente en una dirección. Los sistemas en los que la pendiente cambia de signo con la concentración de B se denomina "solutropos" En cualquier evento, el valor de K (o K') cambia ordinariamente con la concentración de B, llegando a ser eventualmente la unidad en el punto crítico P.

DIAGRAMAS DE DISTRIBUCION : (19,20)

En la fig. 3,4 se muestran los diagramas de distribución típicos a la derecha, correspondientes a los sistemas en mención . La pendiente es una cuerda desde un punto en la curva de distribución al origen, y proporciona el coeficiente de distribución K.

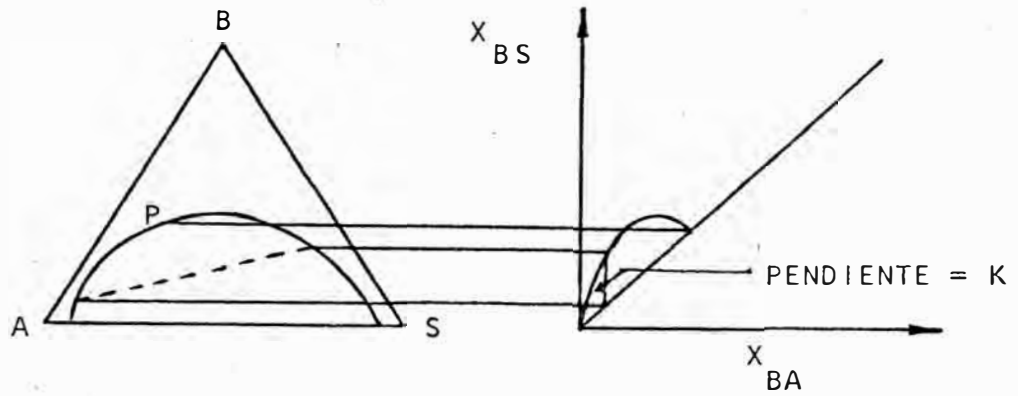
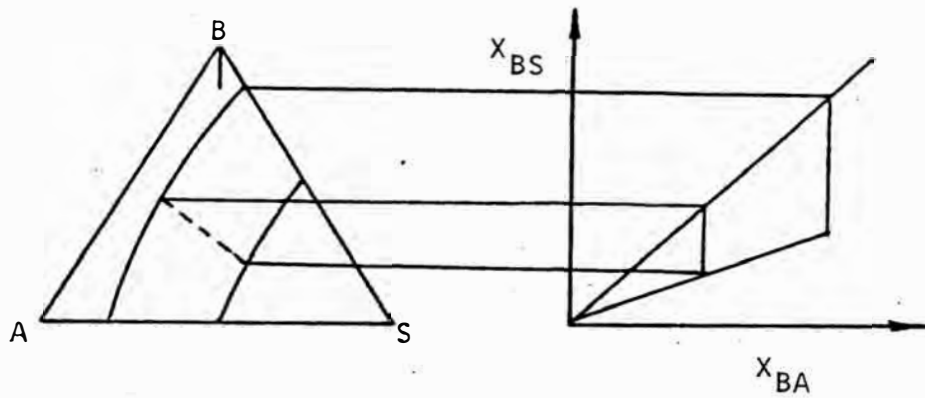


FIGURA N° 3



TIPO 2

FIGURA N° 4

CORRELACIONES DE LINEAS DE REPARTO.

La interpolación directa de líneas de reparto observadas experimentalmente es difícil en un diagrama triangular, siendo necesarias todavía líneas de reparto - cortamente espaciadas para computaciones -

de diseño de extractores. La interpolación puede hacerse con ayuda de un diagrama de distribución tal como en la Fig. 3, pero es deseable algún método de linearización. Esto reduce el número de datos experimentales requeridos, y más aún permite la extrapolación de datos más allá del rango de medición. Tales métodos han sido propuestos por Brancker, Hunter y Nash.

En la Fig. 5, se muestra cómo los datos para dos líneas de reparto pueden plotearse en coordenadas tipo Hand. La correlación línea de reparto usualmente será excelentemente directa.

La curva de solubilidad (*) es sólo una línea ligeramente curvada. Treybal muestra que tal ploteo puede usarse no sólo para interpolar y extrapolar las líneas de reparto, sino también para predecir razonablemente bien el diagrama entero a partir de datos de dos líneas de reparto.

(14).

(*) Ver curva de solubilidad en la Figura 25, (Cap. V.).

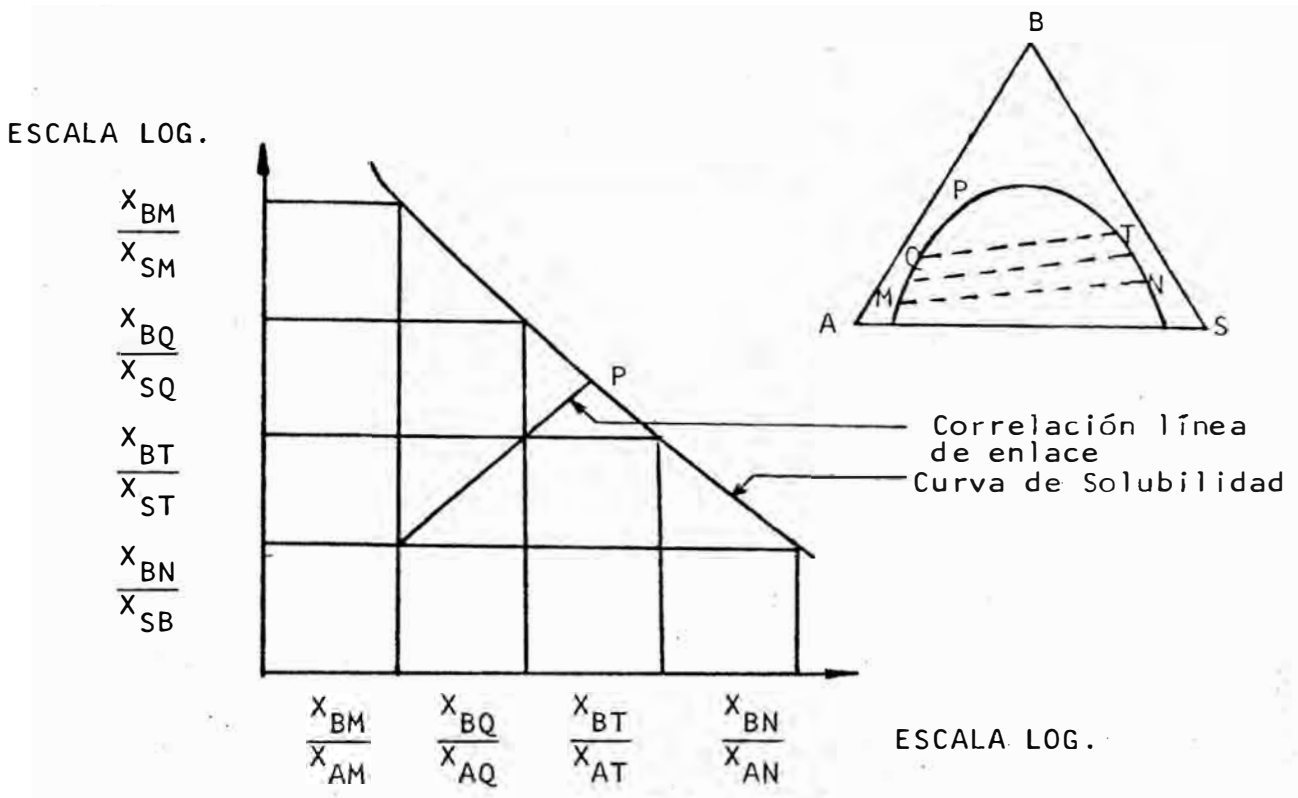


FIGURA N° 5

CORRELACIONES DE DATOS DE SOLUBILIDAD DE LIQUIDOS EN SISTEMAS TERNARIOS.

Las ecuaciones que expresan los datos de solubilidad en sistemas ternarios del tipo 1 han sido desarrollados por Othmer y Tobías (18) aplicables a un gran número de sistemas; así tenemos:

$$\left[\frac{1 - x_B}{x_B} \right] = u \left[\frac{1 - y_S}{y_S} \right]^v \quad (2.4)$$

Donde u y v son constantes que dependen del sistema y de la temperatura. El conocimiento de la composición de dos series de disoluciones conjugadas permite el cálculo

culo de las constantes u y v de la ecuación (2.4). Una vez que se ha establecido u y v , los valores de X_B que corresponden a los valores supuestos de Y_S se calculan fácilmente a partir de la misma ecuación, y se establece un sistema de líneas de reparto (rectas de reparto).

Este método no da la concentración del componente A.

Hand (8) ha mostrado que ordinariamente se observan las siguientes relaciones para disoluciones del tipo 1.

$$\begin{bmatrix} X_A \\ X_B \end{bmatrix} = u' \begin{bmatrix} Y_A \\ Y_S \end{bmatrix} v' \quad (2.5)$$

Donde u' y v' son constantes que dependen del sistema y de la temperatura. Ambos métodos de correlación muestran buenos resultados para un gran número de sistemas del tipo 1.

Treybal (19) hace una discusión razonable de las relaciones de fase en extracción con disolvente.

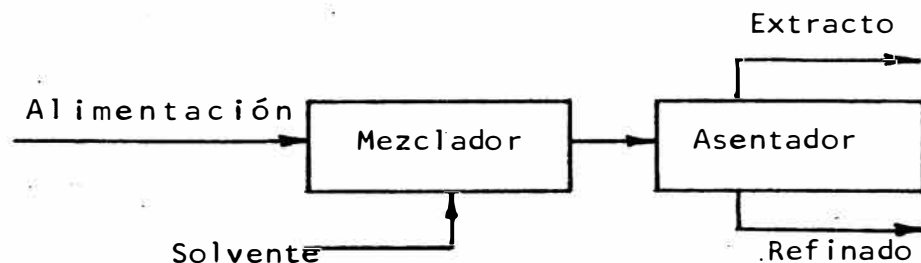
2.2. SISTEMAS DE EXTRACCION (14)

Cualquiera de los métodos de operación mediante los que los procesos interfaciales de transferencia de masa pueden conducirse, pueden concebiblemente ser usados en la realización de extracción del solvente.

Los procesos industriales emplean más comúnmente etapas múltiples de contacto en contracorriente en una serie de mezcladores y asentadores ó una torre tipo cubeta, o contacto diferencial en con tr acorriente en una torre continua del tipo pa - quete o agitado mecánicamente. En la práctica - de laboratorio, es común la operación batch (lo - tes) mediante contacto simple o de múltiples eta pas simples, y también el uso de columnas del ti po york-scheibel y pulsadas de platos perforados.

2.2.1. CONTACTO SIMPLE

El método más simple, y común a escala de laboratorio, es alimentar cantidades ente ras del producto a extraer y del solvente juntos en un contactor, y luego recuperar el extracto y refinado sin posterior ex - tracción. El diagrama de tal operación es mostrado en la Fig.6.



F I G U R A N ° 6

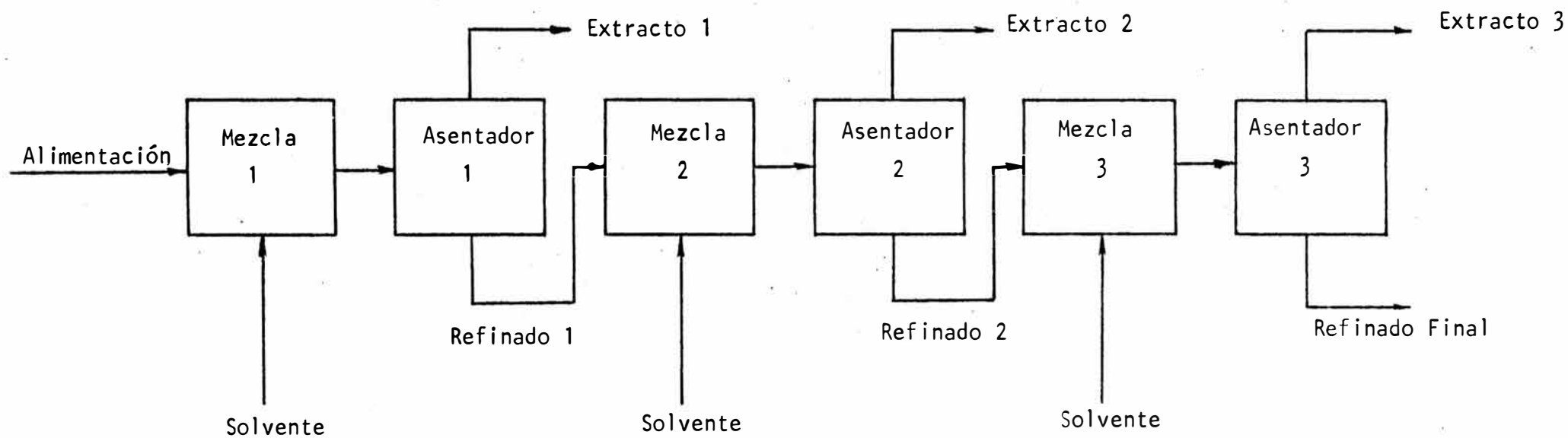
Este método es el menos efectivo y raramente es factible a escala industrial. Como usualmente se practica, el equilibrio es estrechamente aproximado, de aquí que la cantidad de soluto extractado es fijado solamente mediante relaciones de equilibrio y por la cantidad de solvente usado. La recuperación del soluto es pequeña a menos que se emplee una proporción alta de solvente, en cuyo caso la concentración de la capa extractada es baja. El grado de separación entre componentes de la alimentación es pobre. Las operaciones pueden ser ya sea por lotes o continuas.

2.2.2. CONTACTO SIMPLE DE ETAPAS MULTIPLES.

Este procedimiento es mostrado esquemáticamente en la Fig. 7. (algunas veces es llamado contacto en contra-corriente de etapas múltiples).

La cantidad total de solvente usado es dividido en varias porciones. La alimentación es tratada entonces con cada una de estas porciones de solvente fresco en una serie de pasos o etapas sucesivas; el refinado del primer paso es tratado con solvente fresco en una segunda etapa y así sucesivamente.

FIGURA N° 7



Si se emplea un número suficiente de etapas y la cantidad necesaria de solvente, el refinado puede ser despojado del componente extractado en un alto grado, pero con una cantidad dada de solvente. El proceso se aproxima a una remoción finita del extracto conforme el número de etapas se aproxima al infinito.

Los resultados son variados mediante la distribución proporcional de solvente en las etapas. Si se verifica la ley de distribu-ción ideal, los resultados son mejores con cantidades iguales de solvente en cada eta-pa. A menos que el portador en la alimen-tación sea grandemente inmiscible con el solvente en cada etapa. A menos que el portador en la alimentación sea grandemente inmiscible con el solvente de extracción, la separación entre los componentes de la ali-mentación tiende a ser pobre. Para obtener un alto grado de extracción por este método se requiere una cantidad excesivamente grande de solvente, por lo que la concentración del soluto en el extracto es baja.

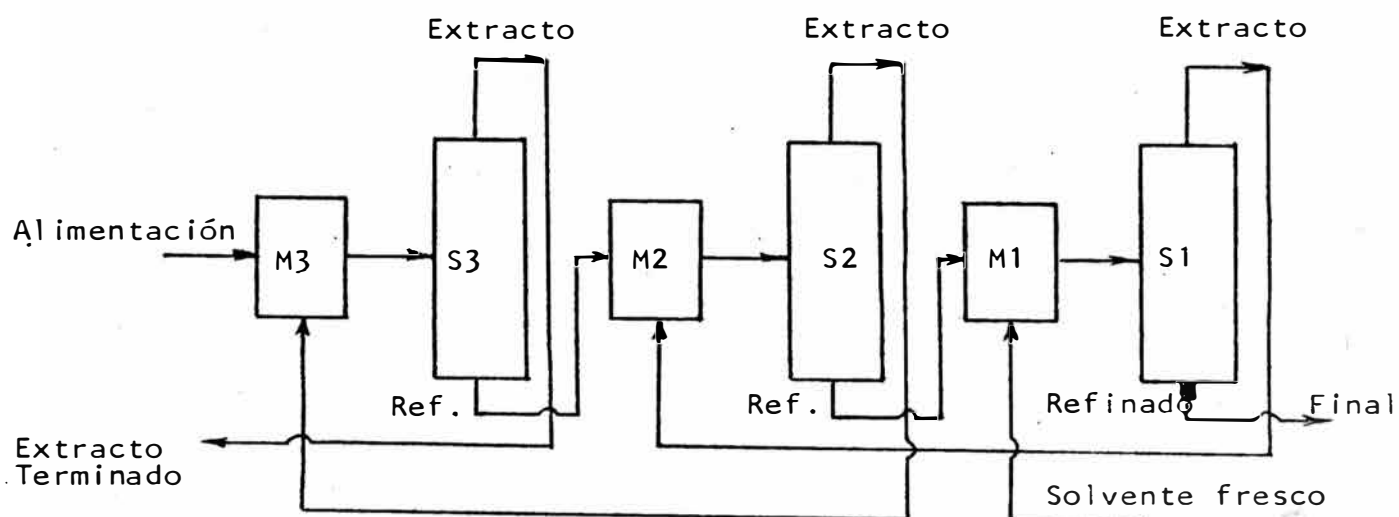
El método de extracción, tan conocido como

soxhlet, corresponde a un contacto simple de pasos múltiples con un número infinito de etapas.

2.2.3. CONTACTO EN CONTRACORRIENTE DE ETAPAS MULTIPLES.

Este sistema es mostrado en la Fig. 8.

F I G U R A N ° 8



M = Mezclador
S = Asentador

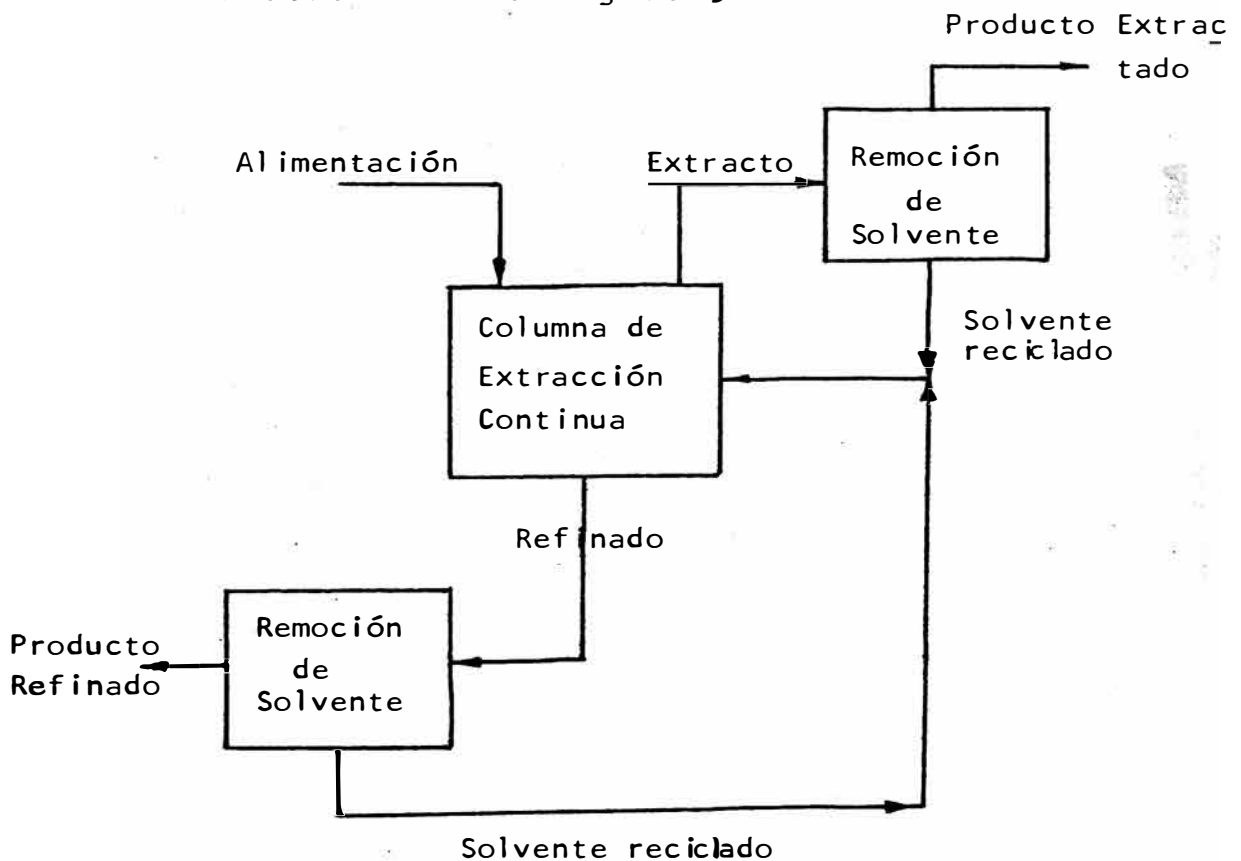
El solvente fresco y la alimentación entran por los lados opuestos de una serie de etapas de extracción. Las capas de extracto y refinado pasan continuamente y en contracorriente de etapa a etapa a través del

sistema. Pueden emplearse cualquier número de etapas, siendo lo más común de tres a seis. El sistema puede estar compuesto de una serie de mezcladores, cada uno con su sedimentador (settler) separado, o puede usarse algún sistema continuo de columna de platos.

El método corresponde al de una columna de destilación de platos, y, para una cantidad dada de solvente y un número fijo de etapas, su efectividad supera a la de contacto simple de etapas múltiples.

2.2.4. CONTACTO DIFERENCIAL EN CONTRACORRIENTE.

El esquema diseñado para este sistema es -
mostrado en la Figura 9.



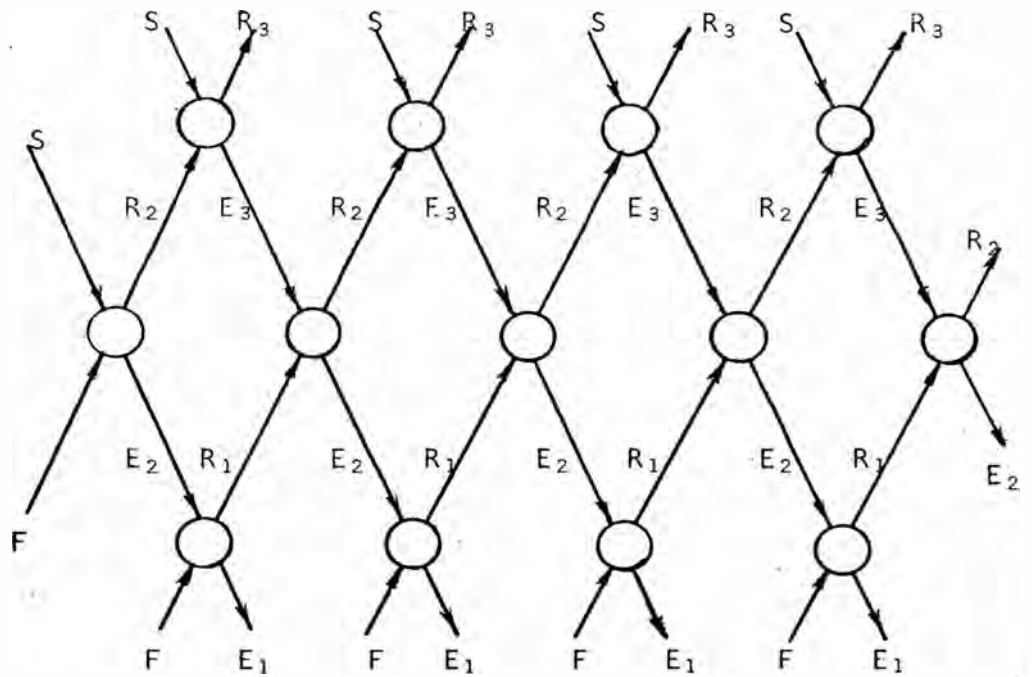
Si una de las fases es subdividida y permitida pasar continuamente y en contracorriente a través de la otra fase, que no está dispersada, se obtiene una operación diferencial continua en contracorriente. Ya sea el solvente o la alimentación puede ser subdividida y dejada pasar a través del otro. Esto puede realizarse tanto en una columna empacada, como en torres agitadas mecánicamente.

Teóricamente, si se aproxima en el funcionamiento al estado de equilibrio, este sistema de operación da la máxima "eficiencia". Los resultados obtenidos están gobernados, sin embargo, por la velocidad con que se realiza la extracción y la eficiencia de contacto que puede ser obtenida en equipos del tipo continuo de contracorriente disponible. Para juzgar la efectividad de este método deben considerarse no sólo los tamaños relativos de las unidades del equipo, sino también sus costos primarios y costos de operación.

2.2.5. EXTRACCION A CONTRACORRIENTE (SEUDO) INTERMITENTE EN ETAPAS MULTIPLES.

A fin de simular en el laboratorio una ex-

tracción continua de etapas múltiples puede usarse un esquema como el mostrado en la Figura 10.



F I G U R A 10

Aquí cada uno de los círculos representan un embudo separador de equilibrio agitado. Los productos $E, E_2, E_3, R, R_1,$ y R_2 representan exactamente los resultados intermedios y finales de un esquema continuo correspondiente a las Fig. 8 y 9; después de que se han llevado a cabo suficientes ciclos, de manera que las propiedades del extracto y refinado separados no cambian más. El

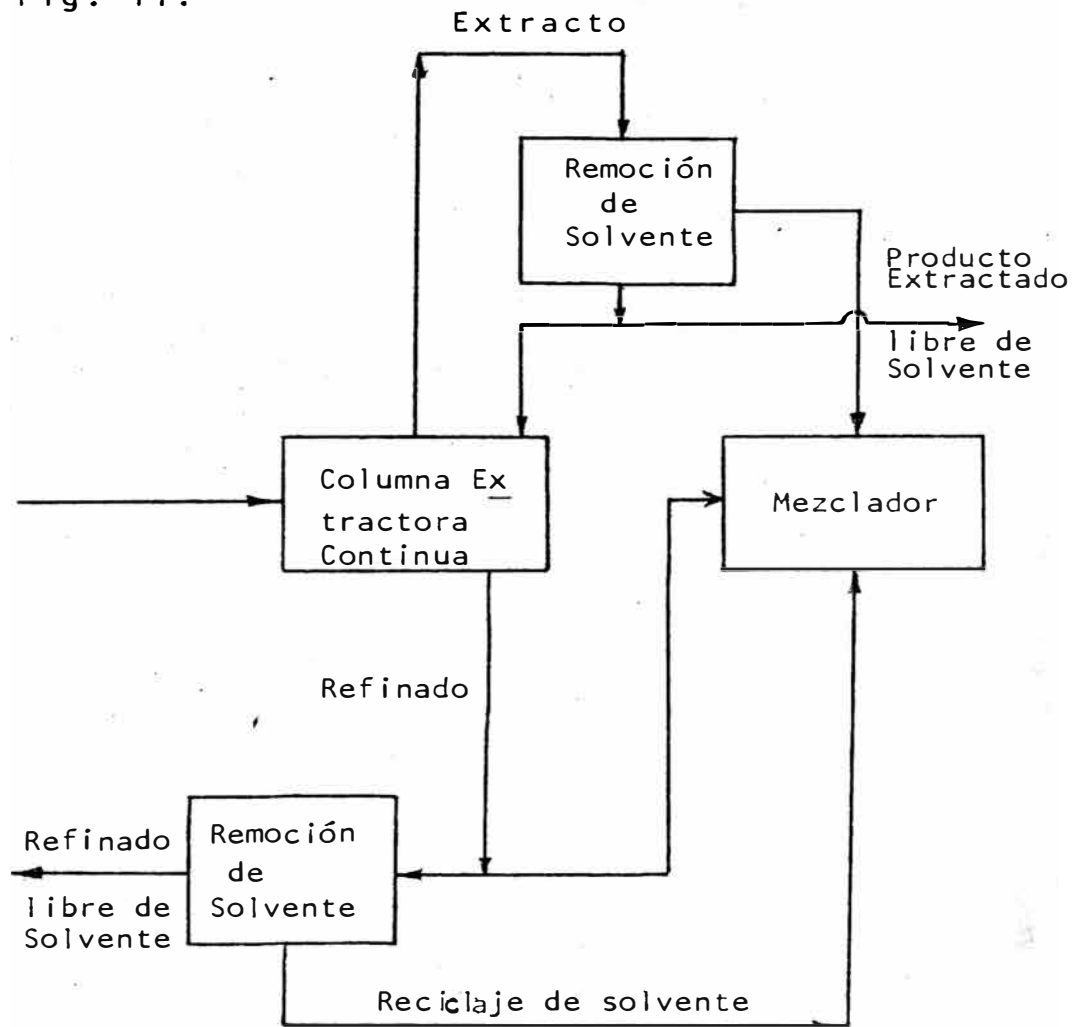
esquema es particularmente útil, cuando no están disponibles los equilibrios y cuando los sistemas multicomponentes (aceites de petróleo, por ejemplo) contienen tantos componentes, como para hacer mediciones de equilibrio muy costosas, sino imposibles.

2.2.6. EXTRACCION EN CONTRACORRIENTE CON REFLUJO.

En el caso de los diagramas de flujo de la Figuras 8 y 9, aplicados a diagramas de fase ternarios, es teóricamente posible, con un número infinito de etapas o altura de torre infinita obtener un refinado libre de B, con tal que el solvente usado sea completamente inmiscible con el solvente de la alimentación. Sin embargo, cuando hay miscibilidad parcial, hay un valor teóricamente limitante de la composición producto-extracto; es aquel en equilibrio con la alimentación entrante.

La composición del extracto puede ser elevada por encima de la concentración en equilibrio con la alimentación mediante la provisión de reflujo al término del extractor. El reflujo es suministrado mediante el retorno al extractor de una porción de

la capa extractada del cual el solvente ha sido total o parcialmente removido (hasta el punto donde el extracto está saturado con solvente en el lado rico en A del diagrama de fase). Esto requiere que la alimentación entre en un punto intermedio en la torre o sistema, como se muestra en la Fig. 11.



F I G U R A N° 11

El uso de reflujo para obtener una separación más neta de la alimentación en los productos extracto y refinado, significa la utilización de cantidades más grandes de solvente o, lo que es equivalente, un consumo más grande de calor.

2.2.7. EXTRACCION POR DOBLE SOLVENTE (FRACCIONAL).

Una mezcla de componentes B y C a separarse, puede estar sujeta a una extracción continua en contracorriente con un solvente inmiscible A y D. Entonces un extractor de etapas múltiples (de cualquier forma), es alimentado más o menos centralmente con B y C, frecuentemente disuelto en una cantidad pequeña de uno de los solventes, especialmente si las sustancias a separarse son sólidas. Los solventes A y D entran por los lados opuestos del extractor y fluyen en contracorriente, dejando al componente B preferencialmente con el solvente A y el componente C con el solvente D. Si la alimentación es una mezcla de n componentes, cada uno de ellos a recuperarse esencialmente puro, entonces se requerirán n-1 cascadas en contracorriente. En la fig. 12, se muestra un esquema para una alimentación de tres componentes.

Si se desea pueden usarse diferentes solventes en las dos cascadas:

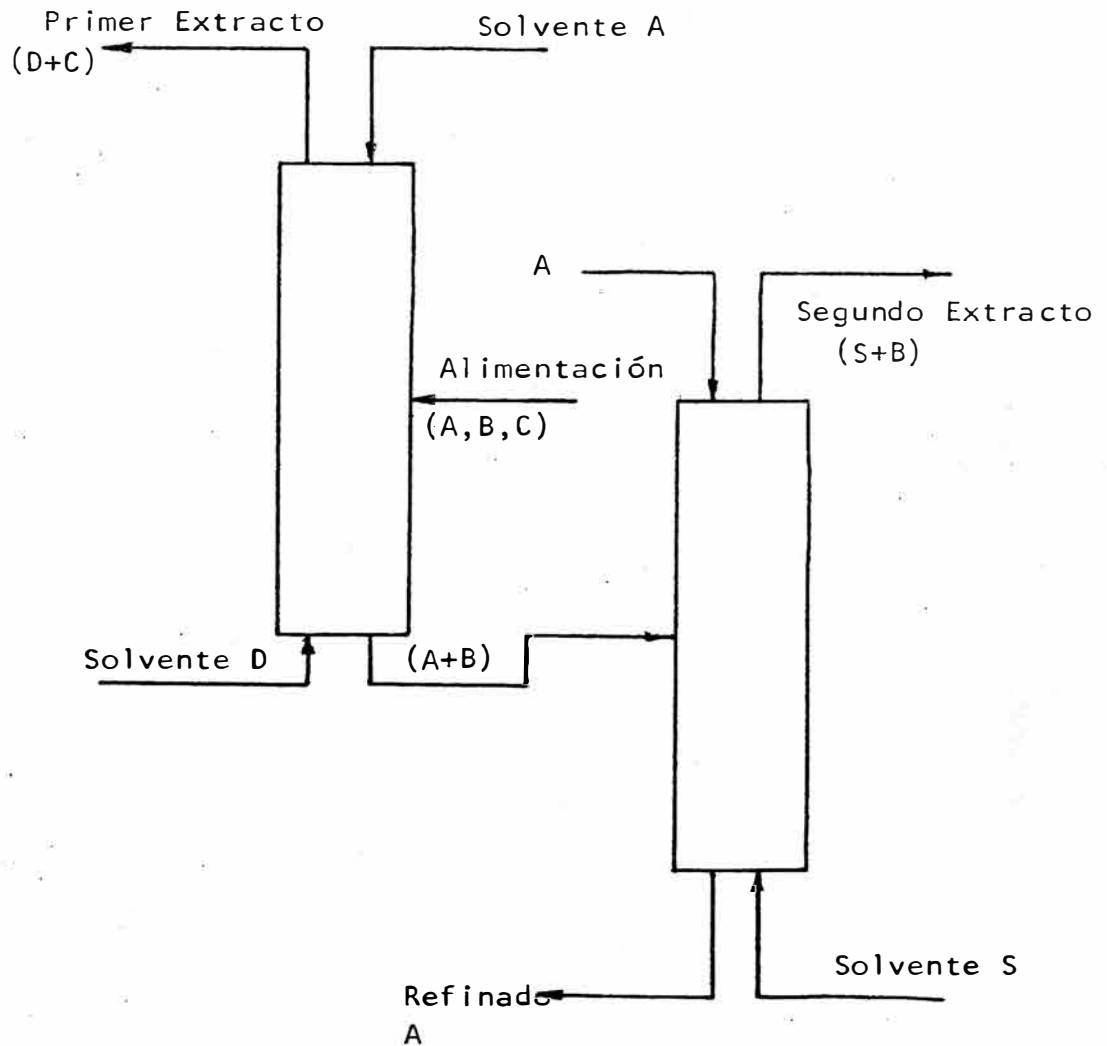


FIGURA N° 12

2.3.EQUIPO DE EXTRACCION (2,5,11,14,19,20)

Los líquidos insolubles, pueden llevarse a contacto directo para originar la transferencia de sus

tancias disueltas, para permitir la transferencia de calor y para promover una reacción química.

La presente sección, está destinada a la descripción de los equipos utilizados para efectuar este tipo de operación de contacto líquido-líquido.

El principal objetivo de estos equipos, es la separación de los componentes en solución. El diseño en general está basado en las cantidades de soluciones y la eficiencia y características de operación del tipo de equipo seleccionado.

Se puede definir en términos Generales dos clases de equipos:

- 1.- Los de contacto en forma de etapas.
- 2.- Los de contacto continuo (diferencial).

Para fines del estudio se hará, sin embargo, otra clasificación.

CLASIFICACION DE LOS EQUIPOS DE EXTRACCION.

Los equipos pueden ser ampliamente clasificados, de acuerdo al incremento de complejidad de su construcción interna, de la siguiente manera:

A.- Extractores Operados por Gravedad.

A.1. Agitación no Mecánica.

1. Torres de rociado (Spray)
2. Torres empacadas
3. Torres de platos perforados

A.2. Agitación Mecánica.

1. Torres con agitadores rotatorios
2. Torres pulsadas
 - a) Contenidos líquidos pulsados
 - b) Platos reciprocantes.

B.- Extractores Centrífugos. (19,20)

De la clasificación efectuada se definirán algunos de los equipos mencionados. Sin embargo se considera también que puede mencionarse lo referente a equipos en modo de etapas y a los de contacto continuo.

En general, el equipo en modo de etapas consta de un mezclador (mixer) y un sedimentador (settler), cuyas funciones son contactar los líquidos, a fin de permitir que se alcance el equilibrio, y efectuar una separación mecánica de los mismos.

El equipo de contacto continuo, usualmente está dispuesto para el contacto en contracorriente de múltiples etapas de líquidos insolubles, sin separación repetida completa de los líquidos entre etapas o sus equivalentes. A diferencia de los equipos en modo de etapas, los líquidos permanecen en contacto continuo a través de todo su paso por el equipo.

En seguida, se hará, la descripción de algunos de los equipos mencionados en la clasificación efectuada.

a) Torres de rociado (Spray):

Se trata de extractores de gravedad simple, que consisten sólo de torres vacías con provisiones para introducir y remover los líquidos en los extremos. A causa del mezclado axial que se presenta en este equipo, debido a que la armazón está vacía, es prácticamente muy dificultoso obtener el equivalente de más de una o dos etapas teóricas o unidades de transferencia. En consecuencia las torres spray han sido abandonadas hace tiempo para uso industrial, aunque en años recientes se ha desarrollado un interés considerable en su utilización para intercambiadores de calor de contacto directo, aún cuando los efectos desfavorables del mezclado axial son muy severos tanto en éste caso como en la extracción.

La columna spray consiste de un dispositivo para rociar la fase dispersada a través de una columna de la fase continua. Se puede dispersar ya sea una solución pesada o ligera. La concentración de soluto a través de

la extensión de la columna en la fase continua, a menudo es virtualmente constante, y los valores de HTU (altura de una unidad de transferencia) y HETS (altura equivalente para una etapa teórica) son altos. Un esquema de este tipo es mostrado en la Figura 13.

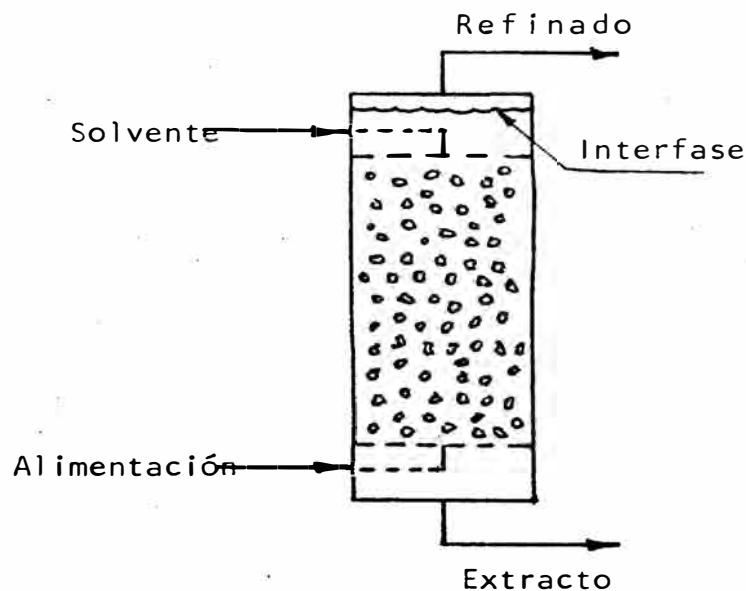


FIGURA N° 13

b) Torre de Platos Perforados.

En la figura 14. se muestra un esquema del diseño más común de este tipo de equipo. Esencialmente opera en modo de etapas, proporcionando un flujo nominalmente vertical de la fase dispersada, y a través de la fase continua dentro de cada etapa.

El líquido ligero, fluye a través de las perforaciones de cada plato y es de ese modo dispersado en gotas que se elevan a tra

vés de la fase continua. Los platos sirven para eliminar esencialmente en forma completa la recirculación vertical de la fase continua característica de la torre spray. Además las tasas de extracción son incrementadas por coalescencia y redispersión repetida en gotas de la fase dispersada. Con un diseño cuidadoso, estas torres pueden tener excelentes capacidades de flujo, y con sistemas de baja tensión interfacial igualmente excelentes características de transferencia de masa.

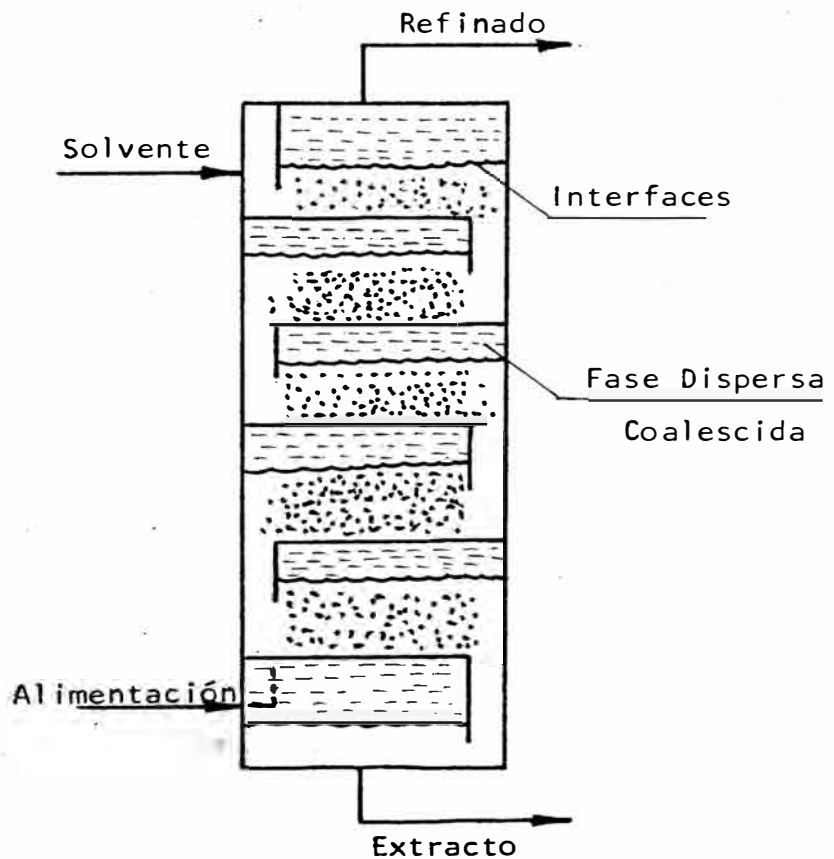
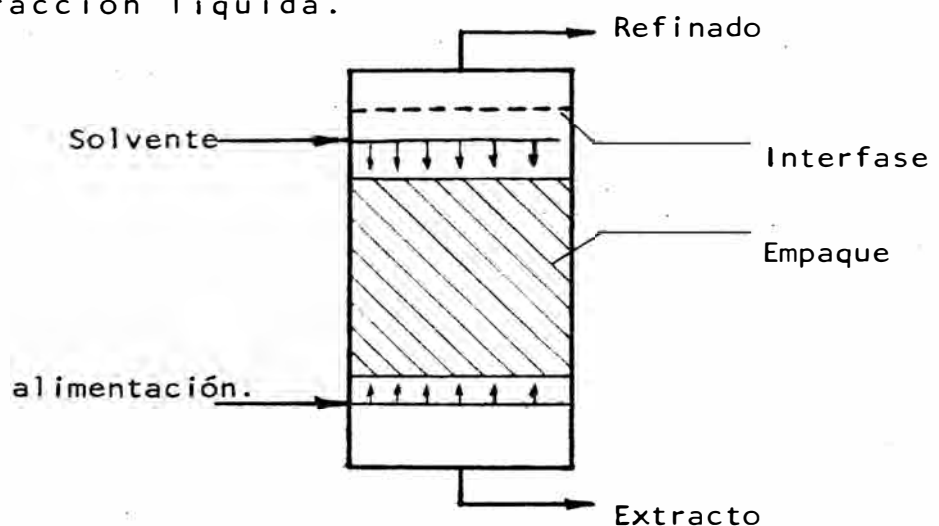


FIGURA N° 14

c) Torres empacadas.

Para este equipo el casco vacío de una torre spray es llenado con un empaque para reducir la circulación vertical de la fase continua. Generalmente se usan empaques comerciales estándar utilizados en absorción de gases, pero en ocasiones se han usado terrones de carbón y obstáculos de madera. El empaque reduce el espacio libre disponible para el flujo, por tanto reduce la capacidad de flujo de la torre, pero reduce también materialmente la altura requerida. Las aplicaciones industriales usan generalmente torres de lados rectos. El esquema general de este tipo de equipo es visto en la Figura 15.

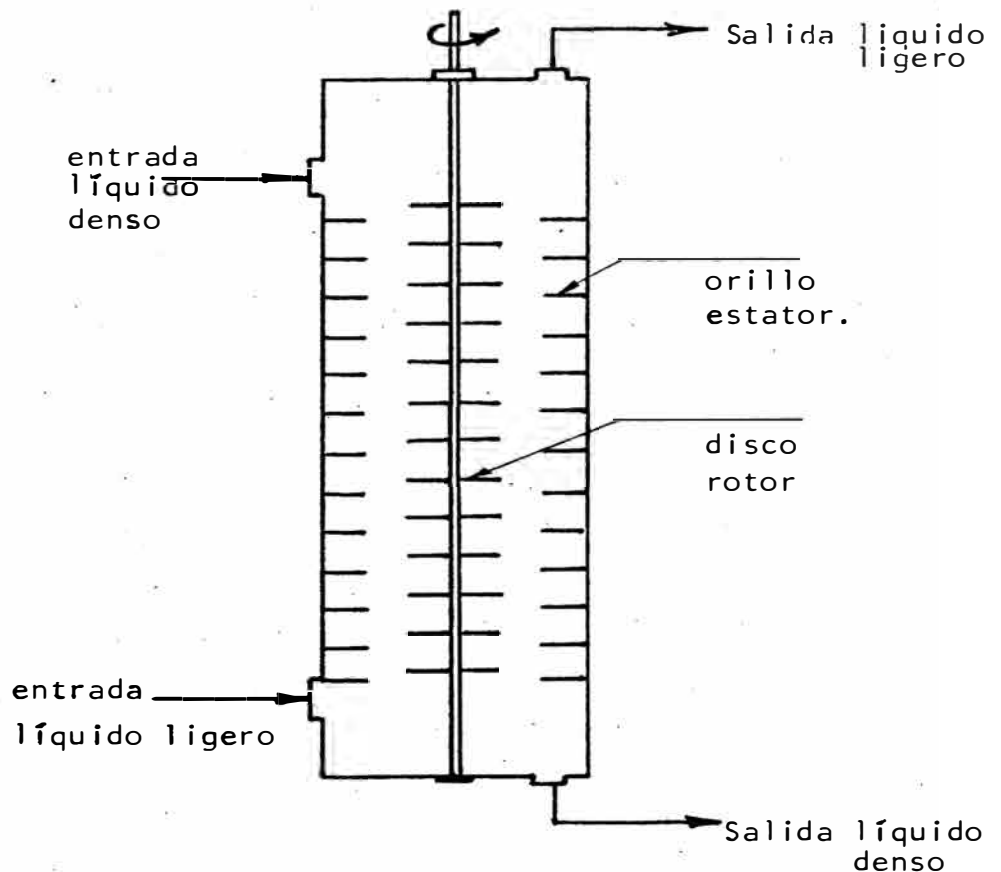
Las torres empacadas, no son útiles particularmente cuando las soluciones a manipularse contienen sólidos suspendidos, pero para soluciones claras se usan en todos los aspectos de las separaciones comerciales de extracción líquida.



F I G U R A 1 5

d) Torres con Agitadores Rotatorios.

En referencia a la Figura 16., la torre es tá formada en compartimientos mediante re ductores anulares o de forma de buñuelo, y dentro de cada uno se provee de agitación mediante la rotación de un disco horizon tal localizado al centro. Las caracterís ticas aquí son que el disco rotatorio es plano y liso, de un diámetro menor que la abertura en los reductores estacionarios , lo que facilita la fabricación y aparente mente mejora las tasas de extracción.



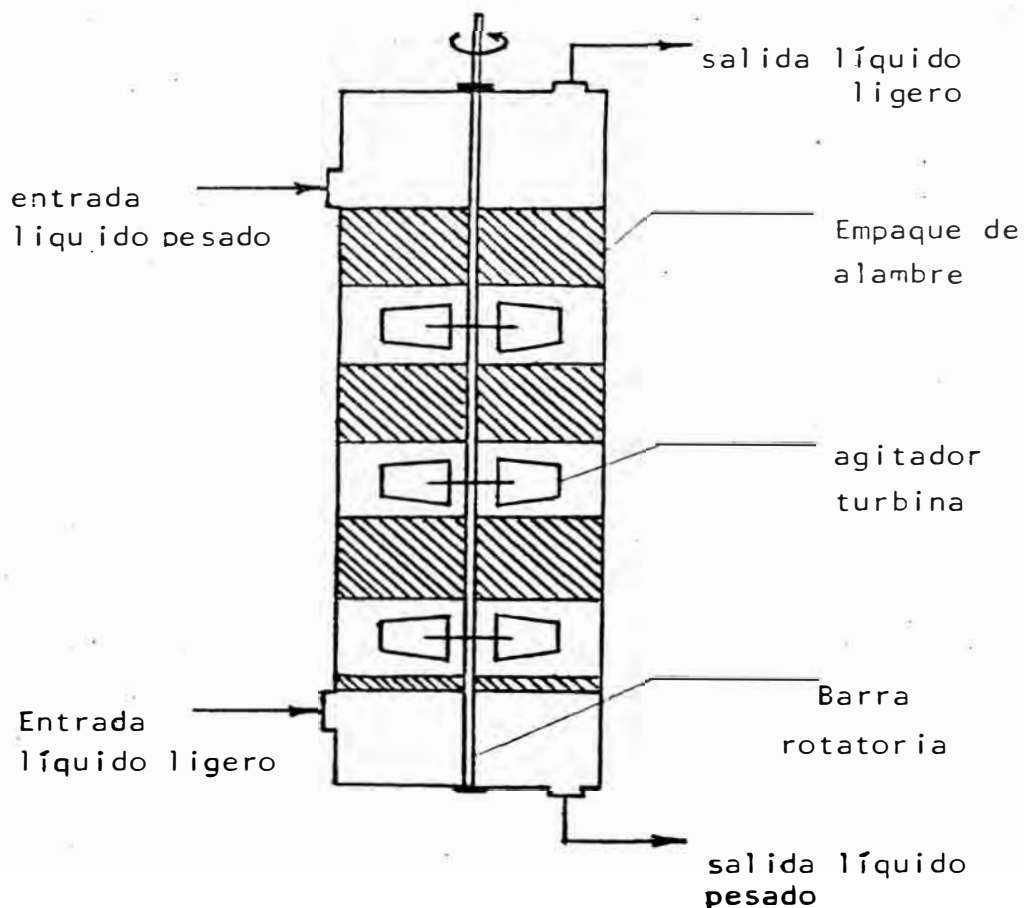
F I G U R A 16

Estas torres han sido usadas en diámetros - que van desde unas pocas pulgadas para trabajo de laboratorio, hasta 8 ft. de diámetro y 40 ft. de altura para propósitos de desasfaltamiento de petróleo. Otros servicios comerciales incluyen la extracción del furfural de aceites lubricantes, desulfurización de gasolina, recuperación del fenol-de aguas residuales y muchos otros más.

e) Columnas Scheibel.

En este tipo de equipos existen dos diseños. Los diseños primarios muestran compartimientos alternados que son agitados con impulsos ubicados centralmente y los otros son empacados con una malla abierta de alambre-trenzado con porcentaje de vacíos de cercaa 97-98. No existen ni platos de compartimiento horizontal, ni reductores verticales, y la altura relativa de las secciones mezcladas y empacadas puede ser variada para adecuar las condiciones que prevalecen. Este fué, uno de los extractores mecánicamente agitados de amplia aplicación tanto en laboratorio como en plantas industriales en una gran variedad de servicios. El diseño de este equipo puede verse en el esquema de la Figura 17.

El nuevo diseño ha sido desarrollado no solo para reducir el valor de H.E.T.S. sino también para permitir un desmontado más directo. En este arreglo el impulsor está rodeado por un reductor de anillo, y la razón de altura de compartimiento a diámetro de torre ha sido reducida. Para sistemas de alta tensión interfacial y viscosidad, son más económicas las secciones consecutivas de mezcla sin secciones empacadas intermedias.



F I G U R A 17

Se ha establecido que se han obtenido excelentes valores de H.E.T.S. bajo una amplia variedad de condiciones. De otra parte, se tiene que no han sido desarrolladas las correlaciones de capacidades de flujo o tasas de transferencia de masa.

f) Columnas Pulsadas (3,4,6,15,22,23).

Son extractores en donde se aplica un movimiento recíprocante de amplitud relativamente corta de los contenidos líquidos. Se ha encontrado que la agitación así producida proporciona buenas tasas de extracción. El principio de este tipo de equipo se originó con Van Dijck (U.S. Patent 2,011,186, 1935). Un estudio en mayor detalle de este equipo se efectúa en el capítulo siguiente de este trabajo, por cuanto es el que se ha elegido como tema central del mismo.

2.4. APLICACION DE LOS PROCESOS DE EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO.

La aplicación de estos procesos de extracción a escala industrial data de los primeros años de la década del 30, cuando se respondió a la necesidad de obtener un método de separación de hidrocarburos aromáticos de las fracciones de kerosene durante la refinación de petróleo. Desde entonces-

se han encontrado aplicaciones, que van en incremento, en un rango amplio de industrias, las cuales solo mencionaremos, más no entraremos en detalle.

Entre muchas tenemos a las siguientes:

- 1) Refinado de aceites lubricantes para separar los constituyentes parafínicos de los mafteno-aromáticos, empleando furfural, nitrobenceno o propano líquido.
- 2) Descerado de los aceites lubricantes empleando propano líquido como disolvente.
- 3) Tratamientos del destilado de petróleo y com bustibles diesel con SO_2 líquido.
- 4) Producción industrial de la penicilina y recuperación o concentración de vitaminas empleando cloroformo, hidrocarburos e hidrocarburos clorados.
- 5) Separación de los inhibidores de la polimerización en la preparación de caucho sintético, como el estireno y butadieno, con sosa caústica.

CAPITULO III

COLUMNAS PULSANTES DE EXTRACCION

ECUACIONES DE DISEÑO

3.1. TEORIA

Desde que la agitación fue encontrada necesaria para lograr la reducción de la altura de las torres, y en consecuencia, el gasto excesivo de solvente, y dado que la pulsación provee de un medio de agitación que no requiere partes móviles, soportes, conexiones, y tampoco el contacto con líquidos peligrosos (como los radiactivos), altamente corrosivos. Las columnas pulsadas han sido aplicadas en la extracción y separación de metales en soluciones generadas de las operaciones de la energía nuclear. Con muy pocas excepciones, las aplicaciones aparecen hasta ahora limitadas casi enteramente a esta área (9).

En general, las columnas pulsadas, como se definió en el capítulo anterior, son dispositivos agitados mecánicamente mediante pulsos ya sea del líquido o pulsos de aire. Existen mayormente dos tipos de columnas:

1) Extractores ordinarios (spray, empacados, etc).
donde las pulsaciones son impuestas.

2) Un diseño especial de platos perforados.

Las características son completamente diferentes.

En relación a la Fig. 18 (a), se conecta un émbolo recíprocante o bomba pistón del cual han sido removidas las válvulas de freno, al espacio que con-

tiene la fase continua. Esta disposición presenta las desventajas de que:

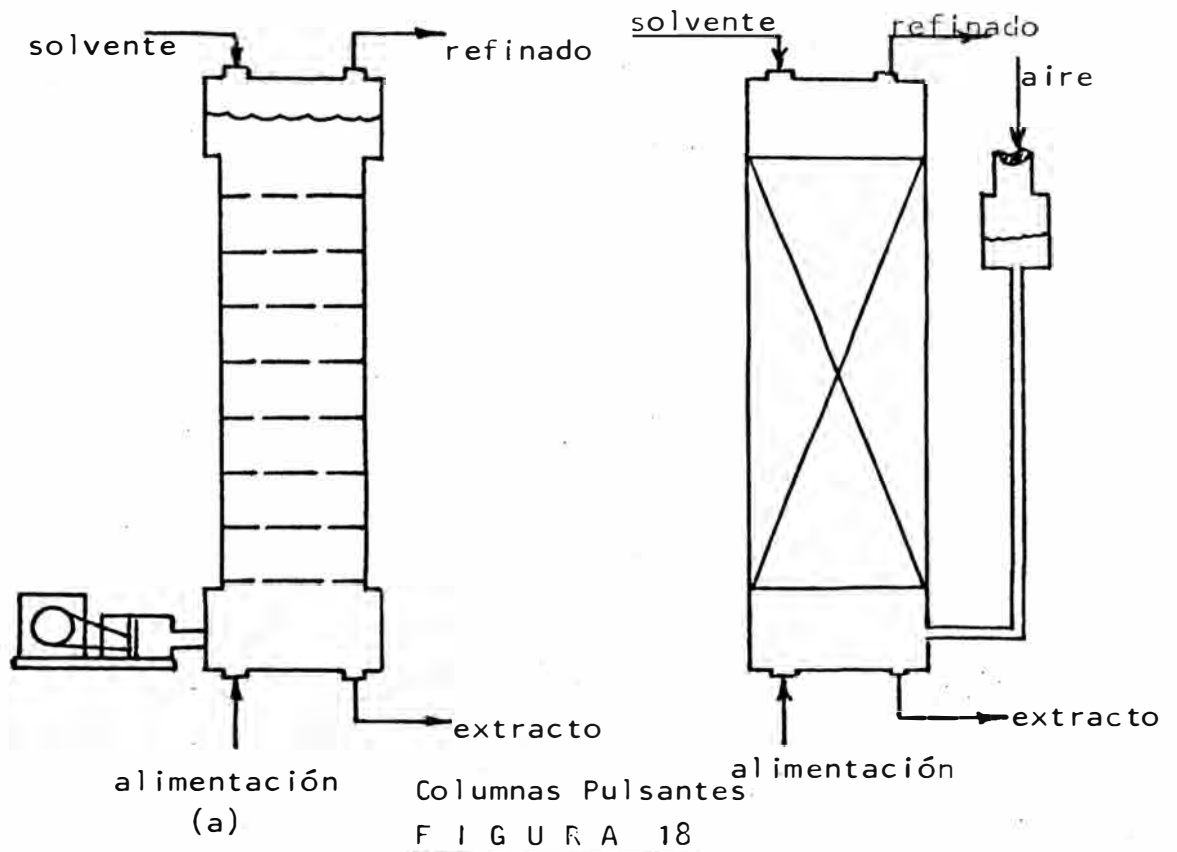
- el líquido corrosivo puede contactarse directamente con el pistón, y
- una pulsación demasiado rápida, de manera especial con líquidos orgánicos volátiles, puede causar cavitación.

Una alternativa consiste en usar un pulsador de aire tal como se muestra en la Figura 18 (b). Esto evita que los líquidos corrosivos entren en contacto con el dispositivo pulsante y también evita el problema de cavitación, pero a causa de la compresibilidad del gas, requiere una potencia mayor de pulso para los mismos resultados (*).

Con mecanismos adecuados es posible conseguir pulsaciones cuyas características amplitud-tiempo aparecen como senos (sinusoidales), cuadrados o dientes de sierra.

* Power Requirements For Pulse Generation In Pulse Columns.

A. Carleton Jealous, Homer F. Johnson
Industrial And Engineering Chemistry.
June 1955, pp.1159



Por cuanto el interés principal del estudio que se realiza está relacionado a una columna pulsada de platos perforados, habremos de abocarnos a describir las características de un arreglo típico de este tipo de equipo.

Una disposición estándar está constituida por una torre adaptada con platos perforados horizontales que ocupan toda la sección transversal de la columna. Al contrario de una columna ordinaria de platos perforados, no hay escurrimiento hacia abajo. Los arreglos típicos utilizan perforaciones de 1/8"

de diámetro suficiente para proveer un espacio libre de 20 a 25%, con un espaciamiento de 2" entre platos, con amplitudes de pulso en el rango de 0.25" a 1", y frecuencias de 100 a 250 ciclos/min., aunque las características del pulso dependerán del sistema y de las tasas de flujo bajo consideración. En modo usual, los platos son metálicos, pero se indica que para ciertos servicios, los platos que no son humedecidos por el agua (como el polietileno) pueden ser ventajosos. En la operación de una columna pulsada pueden distinguirse varias regiones, dependiendo del flujo y el grado de pulsación. Esto es ilustrado en el gráfico de la Fig. 19.

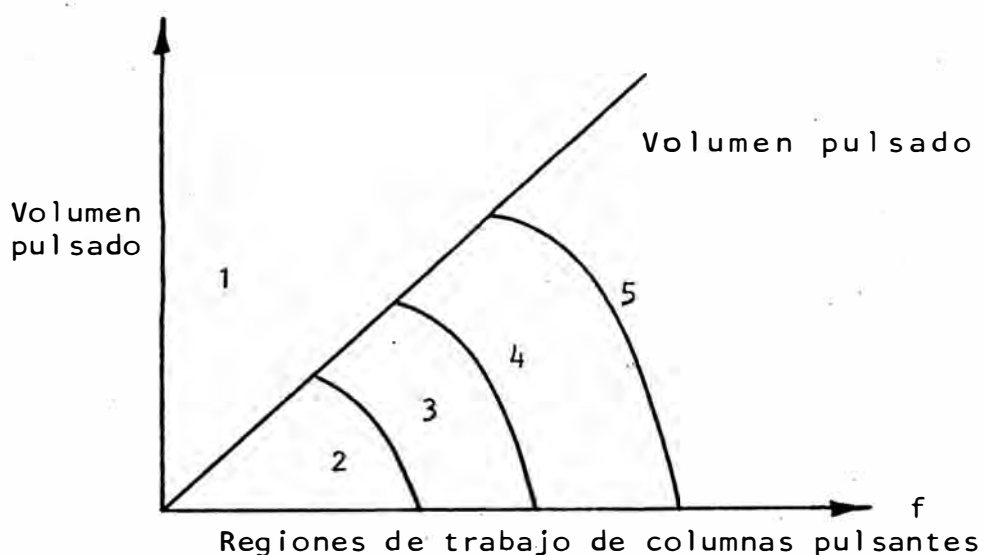


FIGURA 19

En la región 1 de la Fig. 19, la columna está anegada a causa del volumen pulsado insuficiente. En la región 2, aparecen capas discretas de líquido entre los platos durante el lapso de quietud en el ciclo del pulso.

Durante el pulsamiento hacia arriba, el líquido ligero es forzado a través de las perforaciones y forma gotas que se elevan encima del plato.

Durante el pulsamiento hacia abajo, el líquido pesado se comporta similarmente. El flujo es estable, pero las tasas de transferencia de masa generalmente son pobres. En la región 3 hay un cambio pequeño en la fase de dispersión en todo el ciclo del pulso y persiste en forma total una dispersión, de gotas pequeñas, regularmente uniforme. Esta región proporciona las mejores tasas de transferencia de masa. La región 4 se caracteriza por la coalescencia irregular en gotas regularmente grandes, e inversiones periódicas de la fase continua (anegamiento local). Las tasas de extracción generalmente son pobres. Un mayor incremento en la frecuencia origina la inundación debido a la emulsificación, esto se da en la región 5. La transición entre regiones es gradual y continua, no abrupta (14).

3.1.1. CARACTERISTICAS DEL PULSO.

Generalmente se usan los siguientes parámetros para describir la acción del pulso:

a.- Frecuencia : es la tasa de aplicación de pulso y se expresa como ciclos/tiempo.

b.- Amplitud : es la distancia lineal entre las posiciones extremas del líquido en la columna (no del pulsador) producidas por el pulso.

c.- Volumen pulsado : amplitud por frecuencia por área transversal de la sección de la columna. Es la tasa volumétrica de movimiento de líquido, expresado como volumen/tiempo o volumen/(tiempo)(área).

Estos parámetros así descritos serán los que se utilicen más adelante en la parte experimental correspondiente a este estudio.

Asimismo, un parámetro no referido al pulso, pero que es necesario para el estudio es el conocimiento del hold-up. Se puede

decir que el hold-up de la fase dispersada puede ser ubicado en dos categorías: una porción pequeña que es permanente, y una porción grande, libre, que se mueve a través de la columna y entra en las operaciones de transferencia de masa, cuando un soluto es transferido entre fases. Esto deberá ser considerado cuando tenga que efectuarse el tratamiento de datos experimentales del estudio (6).

3.1.2. PROPIEDADES DESEABLES DEL SOLVENTE.

Aún cuando esta parte corresponde a las características del solvente y no así de la columna, se ha considerado conveniente mencionar las propiedades que se requieren y que deben tenerse en cuenta cuando se escoja el solvente para el experimento que se efectúe en la columna pulsante.

Las siguientes son las características principales que deben evaluarse en la elección de un solvente para la extracción líquida.

a.) Selectividad.

Un atributo esencial de un buen solvente S es su habilidad para extraer B de una mezcla A y B preferencialmente, de

manera que la razón de B a A en el ex-
tracto sea diferente de la razón de -
los mismos en el refinado libre de soll
vente luego de la remoción del mismo .
La selectividad $\beta_{B,A}$ del solvente S en
la separación B de A se define como.
(14).

$$\beta_{B,A} = \frac{\bar{X}_{BS}/\bar{X}_{AS}}{\bar{X}_{BA}/\bar{X}_{AA}}$$

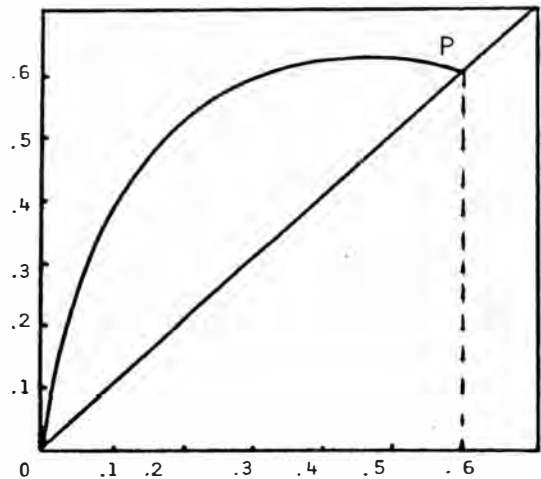
"Un disolvente es selectivo para un solul
to dado cuando la fracción de masa del
soluto en la capa extracto es mayor -
que en la capa refinado, cuando ambas-
fracciones de masa están expresadas sol
bre una base de extracto exento de dil-
solvente" (*)

La selectividad es una medida numérica
del grado a que la alimentación F ha
sido separada. Numéricamente es la -
misma si se usan concentraciones molal-
res, o fracción en peso y es igual taml
bién a la razón de los coeficientes de

(*) Ver referencia 21 p.182.

distribución de B y A. Para que ocurra la separación $\beta_{B,A}$ debe ser distinta a la unidad, mientras mayor sea esta diferencia mayor será la separación. Una pobre selectividad (cerca a la unidad) significa razones grandes de solvente/alimentación, y en consecuencia se requerirán numerosas etapas de extracción para una buena separación

La selectividad se representa del modo mostrado en la Fig. 20, del cual se desprende que la máxima selectividad se obtiene en la mayor divergencia de la línea de 45° . La selectividad cero ocurre en el punto crítico P (21)



F I G U R A 20

b.) Recuperabilidad.-

Siendo la destilación el medio más útil de recuperación del solvente, se requiere que la volatilidad relativa del solvente y el soluto sea elevada. Es deseable que los solventes volátiles tengan bajo calor latente de vaporización y no deben formar un azeotropo el solvente A recuperar y el soluto.

c.) Coefficiente de Distribución.-

El coeficiente de distribución del componente extractado debe ser preferiblemente grande, ya que la cantidad de solvente y el número de etapas de extracción para una relación dada de solvente/alimentación se ve entonces reducida.

d.) Capacidad.-

Se refiere a la habilidad del solvente para disolver el soluto extractado. En los sistemas del tipo 1, el solvente S puede disolver una cantidad infinita de B, lo que da como resultado un requerimiento de solvente más bajo que para sistemas de tipo 2.

e.) Solubilidad del solvente.-

Para sistemas de tipo 1, es deseable un grado alto de insolubilidad entre A y S ya que esto produce una selectividad alta. El decremento de la solubilidad de A y S, ordinariamente causa la inmiscibilidad ternaria, incrementando así el rango de concentraciones de alimentación que se pueden manipular. Además los costos de recuperación del solvente ordinariamente son bajos con una insolubilidad grande.

f.) Densidad.-

Es esencial que exista una diferencia de densidad entre fases en equilibrio, ya que las tasas de flujo de los líquidos en contacto a través del extractor, así como también la separación de los líquidos finales, es afectada directamente de ese modo. En los sistemas de tipo 1, la diferencia de densidad decrece en forma regular, usualmente, con el incremento de la concentración de B, llegando en el punto crítico a cero.

g.) Tensión Interfacial.-

Esta debe ser preferiblemente grande para que se produzca una coalescencia

rápida de las gotas líquidas dispersadas. Las tensiones interfaciales muy altas generalmente significan que se requerirá de una agitación mecánica para efectuar la extracción, pero esto es una desventaja menor comparada con los problemas que pueden originarse por una coalescencia de valor bastante bajo. La tensión interfacial de soluciones en equilibrio es generalmente baja a mayor miscibilidad de las fases, y para sistemas de tipo 1, llega a cero en el punto crítico.

h.) Otras. -

Entre otras propiedades deseables del solvente se encuentran la baja corrosividad a materiales de construcción comunes, baja viscosidad para mejores tasas de transferencia de masa y mejor asentamiento de dispersiones, no inflamabilidad, baja toxicidad y bajo costo.

3.2. CALCULOS Y ECUACIONES DE DISEÑO

La evaluación total de una columna, involucra la investigación de muchos parámetros que influyen en el diseño de la misma. Así vemos que la eficacia y capacidad de este tipo de columnas, in-

volucra factores generales que afectan a las co- lumnas de platos perforados. De este modo el es- tudio para el diseño de este equipo incluye:

- La hidráulica de los platos perforados; para - desarrollar el diseño y calcular la rapidez de transferencia de masa. Es decir, se computan- la formación de las gotas, velocidad terminal- de la gota, vertederos, líquido coalescido so- bre los platos y la retención de la fase dis- persa.
- La transferencia de masa en platos perforados- que ocurre durante tres regímenes separados , así se puede evaluar la transferencia de masa- durante la formación de la gota. Por otra par- te también se evalúa la eficiencia de las eta- pas.

Las relaciones que se emplean para las antedichas evaluaciones, dependen de las condiciones que o- curran para el diseño dado y han de ser evalua- das en forma particular. Para el caso de este - estudio se utilizarán solamente una parte de es- tas en el cálculo de sus parámetros de operación.

El cálculo de los sistemas de extracción de eta- pas múltiples se simplifica introduciendo el con- cepto de etapa teórica, ideal o de equilibrio - (cuando no ha ocurrido un cambio de concentración

posterior dentro de ellos, después de un tiempo - de contacto grande).

Primero deberá computarse el número de etapas teóricas requeridas para efectuar un cambio de concentración deseado, luego se determina la altura del dispositivo contactante mediante el uso de la eficiencia de plato o altura equivalente para una etapa teórica (H.E.T.S.) (6,10).

3.2.1. CALCULO DE LA EFICIENCIA.-

Para propósitos de diseño los datos de rendimiento pueden expresarse en HETS y/o HTU.

Por cuanto, "es diferencial el cambio de concentración con la altura de cualquiera de los líquidos al pasar a través del extractor, la altura de la torre se expresa no en función de las etapas o pasos sino en función de las unidades de transferencias" (*)

El procedimiento más simple involucra la computación del número de unidades de transferencia dado por : (19,20).

$$N_{tOR} = \int_{\bar{X}_R}^{\bar{X}_F} \frac{d\bar{X}}{\bar{X} - \bar{X}^*} \quad (3.1.)$$

(*) pp. 607 Referencia 20

donde:

\bar{X} = fracción del soluto en la fase refinado

\bar{X}^* = fracción del soluto en la fase refinado en equilibrio con la fase extracto que contiene una fracción de soluto.

N_{tOR} Se basa en concentración de fase refinado, el número de unidades de transferencia en base a concentraciones de la fase - extracto estaría definido por: (19,20)

$$N_{toE} = \int_{\bar{Y}_S}^{\bar{Y}_E} \frac{d\bar{Y}}{\bar{Y}^* - \bar{Y}} \quad (3.2)$$

Para soluciones diluidas, como en el caso- experimental, el valor de la integral (III. 1 y III.2) puede encontrarse mediante la siguiente ecuación, con las concentraciones en fracciones en peso, en cuyo caso m deberá estar definido en función de estas, mientras que E y R estarán en masa/tiempo- (área). (20).

$$N_{toR} = \frac{\ln \frac{X_F - Y_S/m}{X_R - Y_S/m} \left(1 - \frac{R}{mE}\right) + \frac{R}{mE}}{(1 - R/mE)} \quad (3.3)$$

Cuando se basa en la fase dispersa y,

$$N_{toE} = \frac{\text{Ln} \frac{Y_S - mX_F}{Y_E - mX_F} \left(1 - \frac{mE}{R}\right) + \frac{mE}{R}}{(1 - mE/R)} \quad (3.4)$$

para la fase continua.

Así mismo, los resultados analíticos deberán ser reportados como HTU más que como HETS, ya que la primera cantidad es teóricamente correcta para equipos en los que la masa es transferida por una acción mas bien diferencial que continua. Si las líneas de operación y de equilibrio son rectas no paralelas entonces (6):

$$\frac{\text{HTU}_{OR}}{Z/N_{toR}} = \frac{(m/a) - 1}{\text{Ln} (m/a)} \quad (3.5)$$

del mismo modo se tiene que:

$$\text{HTU}_{OE} = (a/m) \text{HTU}_{OR} \quad (3.6)$$

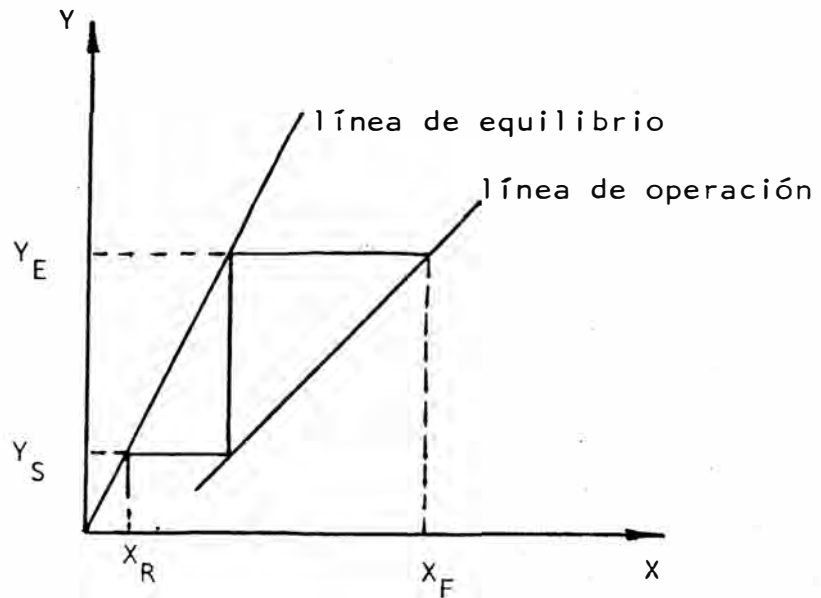
con lo que la altura global de una unidad de transferencia está determinada por:

$$\text{HTU}_O = \text{HTU}_{OR} + \text{HTU}_{OE} \quad (3.7)$$

A manera de referencia puede probarse la determinación de la altura equivalente de una etapa teórica (HETS) haciendo uso de la ecuación:

$$\text{HETS} = \frac{Z}{N_p} \quad (3.8)$$

Z es la altura de la columna y N_p es el número de etapas teóricas determinando gráficamente como se ilustra en la Figura 21.



F I G U R A 2 1

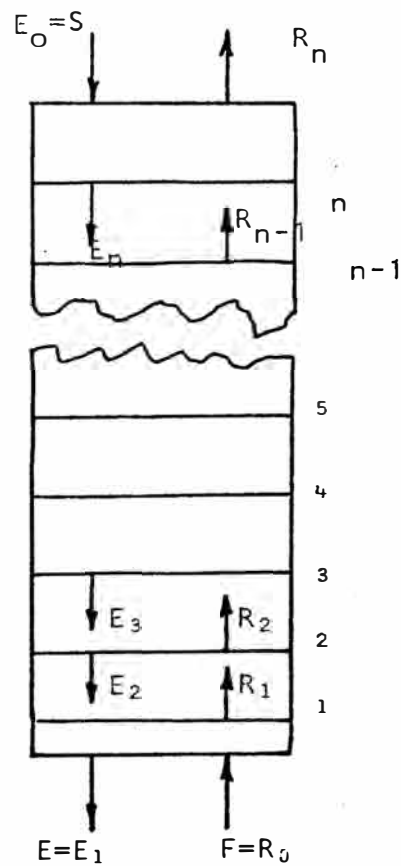
3.2.2. CONSTRUCCION DE LA LINEA DE OPERACION.-

La construcción de la línea de operación puede lograrse conociendo todos los puntos que la integran, es decir conociendo la variación de las composiciones a través de todas las etapas. Sin embargo, para soluciones diluídas se asume que está línea es una recta de pendiente constante, por lo que sólo es necesario conocer las composiciones iniciales y finales del soluto a las entradas y salidas de la columna. De este modo se logran líneas de ope

ración como la mostrada en la Figura 21.
Las líneas de operación para los datos ex
perimentales obtenidos se muestran en los
Gráficos 3 a 17. del Anexo 4.

3.2.3. BALANCES DE MATERIA.-

Para la extracción en contracorriente se
puede esquematizar de acuerdo al diagrama
de flujo de la Figura 22. (21).



BALANCE DE MATERIA

F I G U R A 22

BALANCE TOTAL

$$\text{Etapa 1} : R_0 + E_2 = R_1 + E_1$$

$$\text{Etapa 2} : R_1 + E_3 = R_2 + E_2$$

$$\text{Etapa n} : R_{n-1} + E_0 = R_n + E_n$$

$$\text{Total} : R_0 + E_0 = R_n + E_1 \quad (3.9)$$

BALANCE DE SOLUTO

$$\text{Etapa 1} : R_0 X_0 + E_2 Y_2 = R_1 X_1 + E_1 Y_1$$

$$\text{Etapa 2} : R_1 X_1 + E_3 Y_3 = R_2 X_2 + E_2 Y_2$$

$$\text{Etapa n} : R_{n-1} X_{n-1} + E_0 Y_0 = R_n X_n + E_n Y_n$$

$$\text{Total} : R_0 X_0 + E_0 Y_0 = R_n X_n + E_1 Y_1 \quad (3.10)$$

Pero, para el caso experimental tenemos que:

$E_0 = S$ (solvente) $Y_1 = Y_E$ (fracción en peso de soluto en el extracto)

$R_0 = F$ (Alimentación) $Y_0 = Y_S$ (fracción en peso de soluto en el solvente)

$R_n = R$ (refinado) $X_n = X_R$ (fracción en peso de soluto en el refinado)

$E_1 = E$ (extracto) $X_0 = X_F$ (fracción en peso de soluto en la alimentación).

Con lo que las ecuaciones 3.9 y 3.10 pueden escribirse

$$F + S = R + E \quad (3.11)$$

$$FX_F + SY_S = RX_R + EY_E \quad (3.12)$$

Cuando el solvente S alimentado es puro, entonces $Y_s = 0$ y la ecuación 3.12 se reduce a:

$$FX_F = RX_R + EY_E \quad (3.13)$$

Además, cuando las fases que salen de cada etapa están en equilibrio, las ecuaciones anteriores pueden resolverse a partir de las relaciones de solubilidad, donde:

$$Y_n = f(X_n).$$

3.3. APLICACION ESPECIFICA EN LA INDUSTRIA NUCLEAR (9)

Las columnas de platos perforados han encontrado por sus características de operación y rendimiento excelente. "Una considerable aplic. en la Ind.nuclear" De esta manera, se tiene en muchos países que cuentan con la tecnología nuclear avanzada, este tipo de dispositivos que permiten lograr el tratamiento de material radiactivo altamente peligroso con un margen adecuado de seguridad.

Esta parte del estudio, tocará lo referente a una aplicación específica de las columnas pulsantes en la refinación de pasta amarilla de uranio (yellow cake), mediante extracción con solvente.

Refinación de la Pasta Amarilla de Uranio.-

(Yellow cake).

Se tiene publicaciones relacionadas con los estudios hechos a nivel de planta piloto en el Instituto de Tecnología y Ciencia Nuclear de Pakistán acerca de la refinación del "yellow cake", utilizando una columna de platos perforados. Mediante este método se obtuvo un producto de pureza química satisfactorio, tal como se confirmó mediante el análisis espectroquímico.

El arreglo que sirvió a tal propósito es mostrado en la Figura 23. Se puso un gran énfasis en

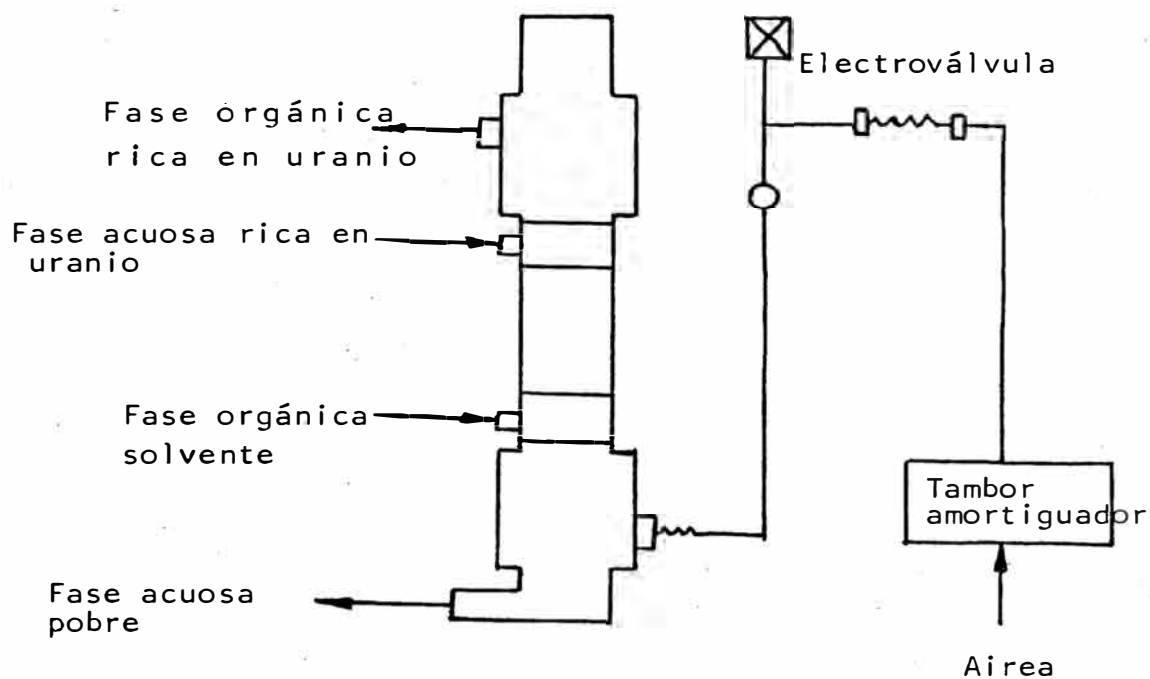
los estudios a fin de establecer los parámetros que gobiernan la purificación de la pasta amarilla usando TBP (tributil fosfato como solvente). Las pruebas se llevaron a cabo con 22.5% de TBP en dodecano por volumen, como solvente.

La fase acuosa portando el uranio, se alimenta por la parte superior de la columna y la fase orgánica desde la parte inferior para efectuar un sistema de flujo en contra-corriente.

La fase orgánica rica en uranio deja la parte superior y es retenida en un tanque. La fase acuosa empobrecida que sale del fondo es chequeada constantemente en su contenido de uranio. Si este es menor que 0.5 gr/lt, la solución es enviada al área de almacenaje de residuos, en caso contrario se recupera el uranio por precipitación con hidróxido de sodio, de la solución residual.

Con el empeño de alcanzar la máxima eficiencia de extracción en el refinamiento, se puso gran énfasis en los siguientes parámetros que podían posiblemente afectar el proceso de extracción:

- Acidez libre en término de NO_3^- .
- Índice af (af = amplitud (cm) x frecuencia (c/seg))



ARREGLO PARA LA EXTRACCION DE URANIO .

F I G U R A 23

TABLA I

EFFECTO INDICE af EN LA EFICIENCIA DE EXTRACCION DE SOLUCION DE URANIO (U O) CON TBP.

FRECUENCIA (cuentas/minuto)	AMPLITUD (cm)	EFICIENCIA PROMEDIO (%)
30	30	99.1
35	30	99.4
40	30	99.9
45	30	99.6
50	30	Emulsificación
55	30	Emulsificación
45	25	99.8
50	25	99.5
55	25	Emulsificación
60	25	Emulsificación

El efecto de la variación del índice α_f en la extracción muestra que, con un incremento de este índice α_f en forma constante, la eficiencia de extracción también se incrementa. Sin embargo, este efecto se ve limitado en índices α_f más altos, por cuanto empieza la emulsificación.

De este modo se encontró que las condiciones óptimas resultaron ser:

- Tasa de flujo (solución acuosa): 2.2 lt/h ,
(3N HNO₃, 300 grU/lt).
- Tasa de flujo (solución-orgánica) : 6lt/h(22.5%)
- Frecuencia de pulso : 40c/min.
- Amplitud de pulso : 30 cm.

En estas condiciones, la eficiencia de extracción fue de 99.9%.

Los resultados expuestos, han planteado la necesidad de continuar los estudios teóricos para adaptar este tipo de plantas piloto para la extracción y refinación de zirconio y otros materiales nu-cleares. (*)

(*) Referencia 9, pp.347. "Production of Yellow Cake and Uranium Fluorides". Proceedings of an Advisory Group Meeting, Paris, 1979 I.A.E.A. Vienna 1980.

CAPITULO IV

CARACTERISTICAS DE DISEÑO DEL EQUIPO

4.1. DESCRIPCION GENERAL DEL SISTEMA.-

El equipo utilizado para el presente estudio se encuentra ubicado en la Universidad Nacional de Ingeniería, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química y Manufacturera.

El sistema en general consta de:

- La columna de platos perforados.
- La zona de alimentación.
- El generador de pulsos.
- Accesorios Auxiliares.

El equipo se soporta sobre una estructura metálica fijada mediante pernos a la pared del laboratorio. El plano 1 muestra el dibujo isométrico de la disposición que presente el sistema.

La descripción detallada de los componentes es efectuada en las siguientes secciones.

4.2. DESCRIPCION DE LA COLUMNA.-

Es el componente más importante del sistema, por lo que su descripción detallada es necesaria para conocer como es que fué diseñada.

Se trata de una columna de vidrio de 162 cm. de altura total, con una altura neta donde se realiza la transferencia de 118 cm. y un diámetro de 5.08 cm. (2 pulg.). Es una columna desmontable -

ya que la parte superior, encima del último plato, y la parte inferior, debajo del primer plato, se pueden separar para poner y quitar los platos. Estas partes se unen al cuerpo de la columna mediante bridas de resina con empaquetaduras de cartón y jebe. Ver plano 2.

La columna así descrita posee cinco conductos destinados del siguiente modo:

- Entrada del solvente (agua) ubicado sobre el último plato.
- Entrada de la alimentación (HOA c-tolueno) ubicado debajo del primer plato.
- Entrada del pulso, ubicado en la parte inferior izquierda de la columna.
- Salida del extracto en la parte inferior de la columna, a 20 cm. por debajo del primer plato.
- Salida del refinado en la parte superior de la columna, a 25 cm. por encima del último plato.

Asímismo la columna cuenta con 10 platos perforados de plomo de un espesor promedio de 2mm cada uno y cuyas dimensiones y características son:

Diámetro = 5.08 cm (2 pulg.)

N° promedio de agujeros por plato	= 226
Diámetro del agujero	= 1.59 m m - (1/16 pulg.)
Area libre	= 22%
Espaciamiento entre platos	= 10 cm.

De otra parte, el orificio de entrada del pulso está conectado mediante una manguera de PVC a una pierna de vidrio de 6.3 m m (1/4 pulg.) de diámetro y de 163 cm. de altura. Esta pierna posee un bulbo de 5.08 cm. (2 pulg.) de diámetro y 20 cms. de longitud a 45 cm. del tope cuya finalidad es mantener la interfase aire-agua dentro del bulbo y de este modo se permita obtener un "colchón" de fase orgánica adecuado en la parte superior de la columna, así como también evitar desplazamientos lineales demasiado largos de líquido en la columna, que podrían desestabilizar el sistema.

La salida del extracto se logra a través de una manguera de PVC de 9.5 mm (3/8 pulg.) de diámetro conectada a una "Y" de vidrio cuya finalidad es regular también el nivel del "colchón" de fase orgánica subiendo o bajando su ubicación. Esta "Y" tiene una de sus entradas conectada con una válvula HOFFMAN que dá al ambiente,

la misma que deberá permanecer abierta cuando se opera la columna.

La salida del refinado es también lograda mediante una manguera de PVC conectada a una "T" de vidrio con el fin de purgar el aire en la línea, ya que una de sus ramas está libre, y permitir la salida del refinado logrado en la columna.

4.3. ACCESORIOS AUXILIARES.-

4.3.1. ZONA DE ALIMENTACION.-

Está constituida por dos tanques, uno para el solvente y otro para la alimentación orgánica.

El tanque para el solvente es de fierro y tiene una capacidad de 27 lt. (7.11 gal.). Sus dimensiones son de 47 cm. de altura y 27.5 cm. de diámetro.

El tanque para la alimentación orgánica es de acero inoxidable 304, con una capacidad de 33.2 lt. (8.8 gal.), sus dimensiones son de 47 cm. de altura por 30 cm. de diámetro.

Ambos tanques poseen dos entradas y una salida, cada uno: Una entrada es utilizada para el llenado del tanque con la alimentación orgánica o con el solvente, se

gún corresponda. La otra entrada es utilizada para presurizar el tanque y compensar la pérdida de carga hidrostática en el transcurso de la operación contrarrestando así el efecto de las pulsaciones sobre los medidores de flujo. La presurización es efectuada mediante una tubería de fierro galvanizado de 6.3 mm. (1/4 pulg.) de diámetro, procedente del compresor.

La salida es utilizada para alimentar la fase acuosa o la fase orgánica, a la columna. Cabe mencionar que los niples de alimentación ingresan al tanque hasta una altura de 2 cm. sobre la base del tanque. Ver plano 2.

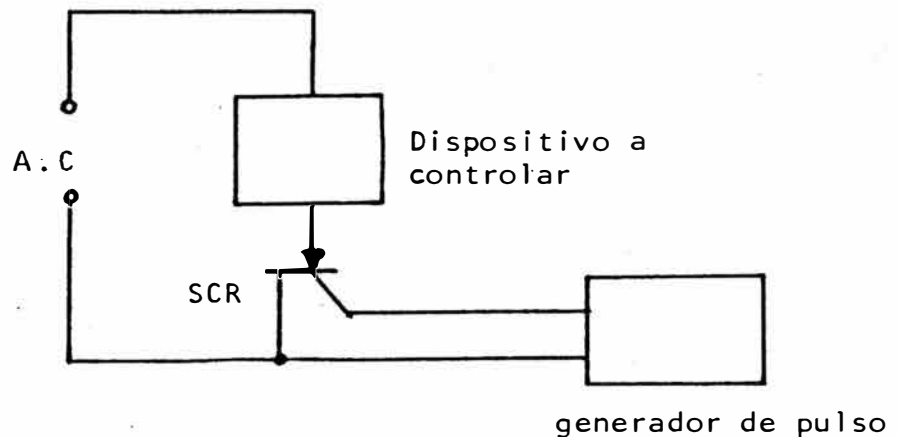
4.3.2. GENERADOR DE PULSOS.-

Siendo un dispositivo auxiliar, es uno de los más importantes entre los otros accesorios.

En general, este es un circuito electrónico de estado sólido que tiene por función hacer trabajar dispositivos de corriente alterna en régimen pulsante, cuya frecuencia y ciclo de trabajo son seleccionables por el operador.

El componente fundamental de este dispositivo es un multivibrador astable, el cual genera una forma de onda de voltaje cuadrada, cuya frecuencia y ciclo de trabajo son controlables por separado. Esta onda cuadrada es aplicada a un "rectificador controlado de silicio" (SCR). El dispositivo de corriente alterna está conectado en serie con el SCR, de tal modo que la energía eléctrica lo activará cuando la onda cuadrada de voltaje sea tal que el SCR conduzca. Ver Figura 24.

F I G U R A 24



PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

El circuito está dividido en 3 partes fundamentales:

- La fuente de alimentación, que recibe la corriente alterna de 220V, 50/60 H_z, la reduce a un voltaje menor mediante un transformador secundario y, a través de un rectificador de media onda con filtro capacitivo, se obtiene un voltaje D.C. de 12V que es el que se alimenta al multivibrador estable.
- Multivibrador Astable, el cual es un oscilador que produce ondas cuadradas y que emplea un circuito integrado conocido como "temporizador de estado sólido" LM555.
- Rectificador controlado, es un SCR llamado también "tiristor" que efectúa la conexión o desconexión del dispositivo a controlar de acuerdo a la onda de voltaje producida por el multivibrador as-
table.

En el Plano 3, se muestra el circuito general completo del generador de pulsos así como las características del diseño. Asimismo, se muestra el modo de generación de las ondas y su forma.

4.3.3. OTROS ACCESORIOS.-

a) Válvula Solenoide: Es una válvula de tres vías conectada eléctricamente al generador de pulsos, recibe el aire proveniente del compresor y lo aplica a la columna de acuerdo a la frecuencia prefijada en el tablero del generador. Cuenta asimismo con un manómetro que mide la presión que se aplica a la columna (aproximadamente entre 4 y 6 lb/pulg²).

b) Rotámetros: Son dispositivos colocados en las líneas de alimentación que miden los flujos que ingresan a la columna. Los flotadores están contruídos de aluminio y sus detalles son mostrados en el Plano 2. Por el hecho de tratarse de un dispositivo adaptado en forma especial al experimento, hubo necesidad de efectuar una calibración del mismo, tal como se especifica en el anexo 2. Cada rotámetro cuenta con una válvula tipo globo de bronce, de 3.9mm. (1/4 pulg.) de diámetro con la finalidad de regular y controlar el flujo con el que se va a trabajar.

CAPITULO V

ESTUDIO PRELIMINAR DEL SISTEMA Y PROCEDIMIENTO
OPERATIVO.

5.1. DESCRIPCION DEL SISTEMA TERNARIO ELEGIDO

El sistema ternario que se eligió para llevar a cabo el experimento está constituido por una solución de Tolueno-Acido Acético, como alimentación F, y por otra parte de agua como solvente S.

5.1.1. PROPIEDADES DE LOS COMPONENTES.

A continuación se describen las características físico-químicas más importantes de estos tres componentes "puros".

a. Acido Acético (HOAc ó soluto).

Fórmula Química	: CH ₃ COOH
Forma y Color	: líquido incoloro
Peso molecular	: 60.05 gr/molgr.
Densidad	: 1.049 gr/cm ³
Punto de Fusión	: - 73°C.
Punto de Ebullición	: 139.6°C.
Solubilidad en agua	: ∞ (infinita)

b. Tolueno (metilbenceno).

Fórmula Química	: C ₆ H ₅ CH ₃
Forma y Color	: líquido incoloro
Peso molecular	: 92.13gr/mol-gr.
Densidad	: 0.8557±0.005 gr/cm ³
Punto de Fusión	: -95°C.
Punto Ebullición	: 110.8°C.

Solubilidad en 100 gr
de agua : 0.05 gr a
16°C.

c. Agua (solvente).

Fórmula química : H₂O
Forma y color : líquido incoloro
Peso Molecular : 18.016 gr/mol- gr.
Densidad : 1 gr/cm³ a 4°C.
Punto de Fusión : 0°C.
Punto de Ebullición : 100°C.

Estos componentes al mezclarse forman un sistema ternario del Tipo 1 descrito en el ítem 2.1.2. Puesto que el ácido acético es soluble en agua en todas las proporciones, se considera que el solvente tiene una alta selectividad por el soluto y cumple con uno de los requisitos para seleccionar un buen solvente. De acuerdo a varias referencias se tienen los datos de distribución para este sistema ternario, que se muestran en la Tabla II.

La representación del sistema ternario elegido se ve mostrado en la Figura N° 25, del mismo, se observa que las líneas de reparto se inclinan hacia la fase refinado, siendo esto un indicador más de la selectividad que ofrece el solvente (H₂O).

TABLA II

DISTRIBUCION DE HOAc ENTRE AGUA
Y TOLUENO (7,16,17)

gr. de HOAc por 100cm	
CAPA ACUOSA	CAPA DE TOLUENO
5	0.119
10	0.328
20	1.132
30	2.265
40	3.725
50	5.841
60	8.344

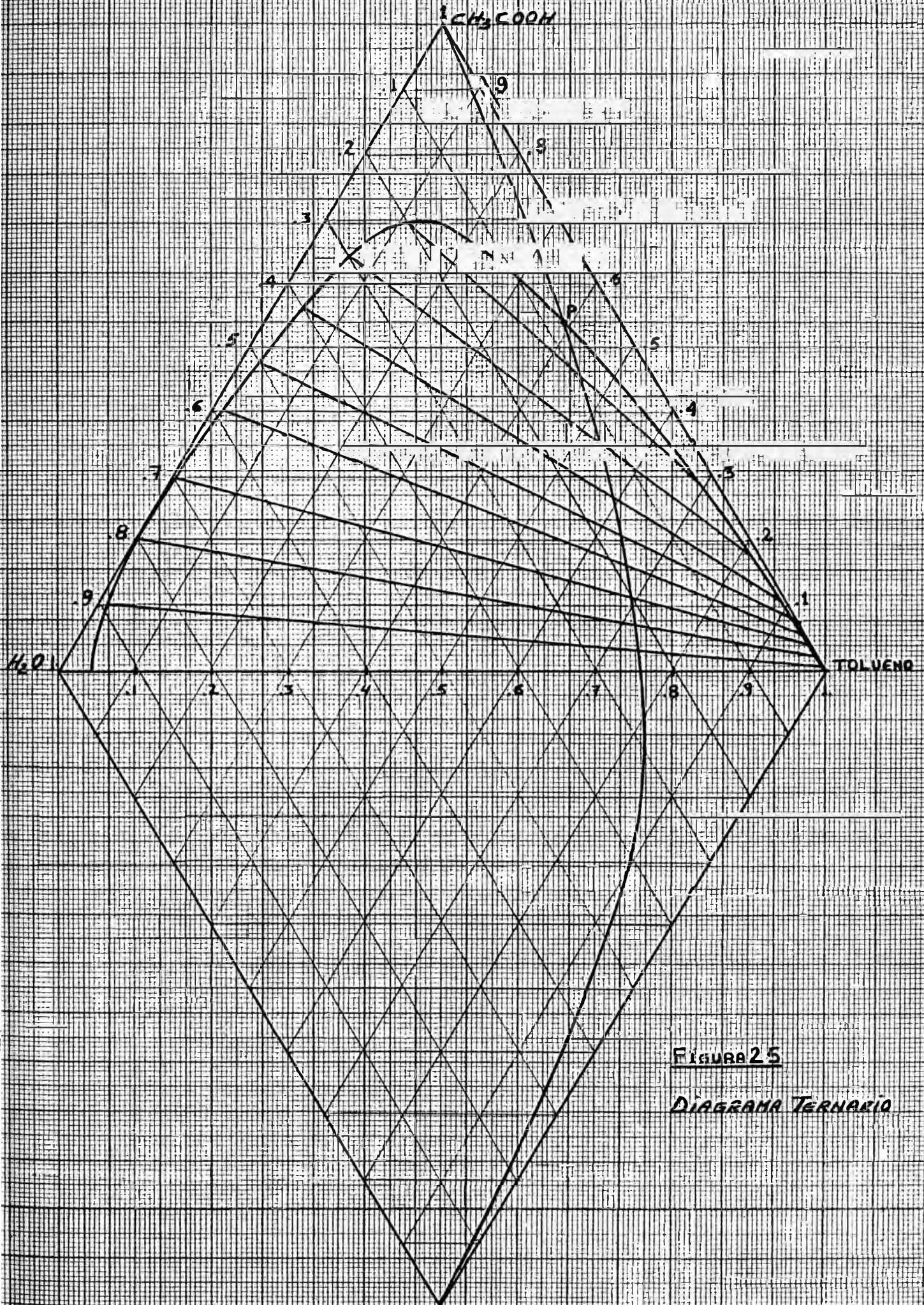


FIGURA 25

DIAGRAMA TERNARIO

Por otra parte, aún cuando el tolueno presenta cierta solubilidad en el agua, para el caso del experimento se considera que ambos son inmiscibles completamente.

Bajo estas consideraciones se llevaron a cabo los experimentos y el estudio.

5.2 ENFOQUE PRELIMINAR DE LAS PRUEBAS EXPERIMENTALES.

Antes de describir el procedimiento experimental efectuado, es necesario detallar ciertas particularidades del sistema y los problemas que sirvieron para conocer adecuadamente las características del equipo y su operación. También es úti porque servirá a aquellas personas que deseen continuar con el estudio aquí iniciado, como una guía de solución de posibles contratiempos.

Todo este enfoque preliminar está dedicado a describir los problemas presentados antes del experimento, así como también la solución que se dió a cada uno de ellos.

5.2.1. VACIADO INVOLUNTARIO DE LA COLUMNA.-

Ocurría que luego de llenada la columna con agua, esta se vaciaba al cabo de unos 5 minutos. Al revisar el sistema se descubrió que la válvula Hoffman en la "Y", del extracto estaba cerrada, lo que origini

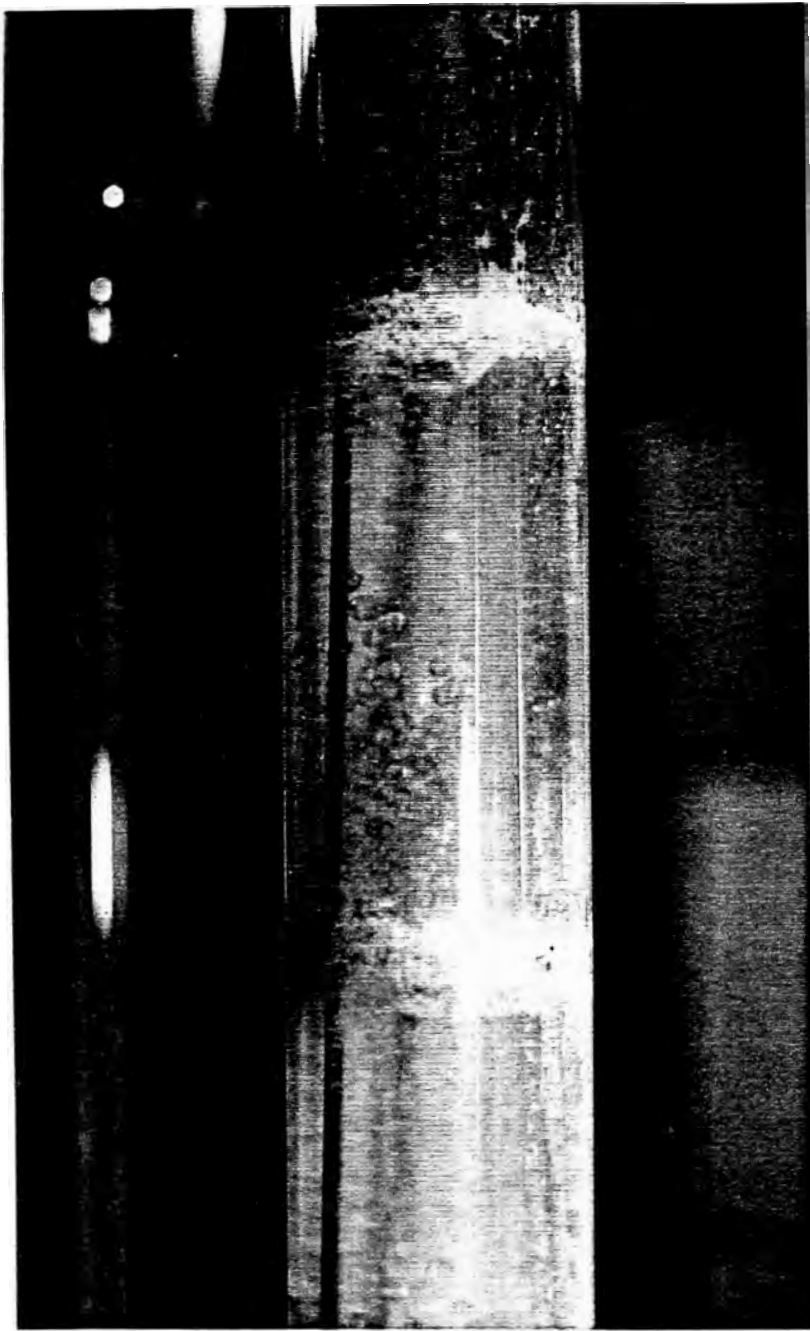
naba que ocurra un sifón y se vaciara la columna. Esto nos llevó a trabajar con la válvula abierta cuando se operaba la columna, solucionándose así este problema.

5.2.2. VACIADO NO PREVISTO DE LA MANGUERA DE ALIMENTACION.-

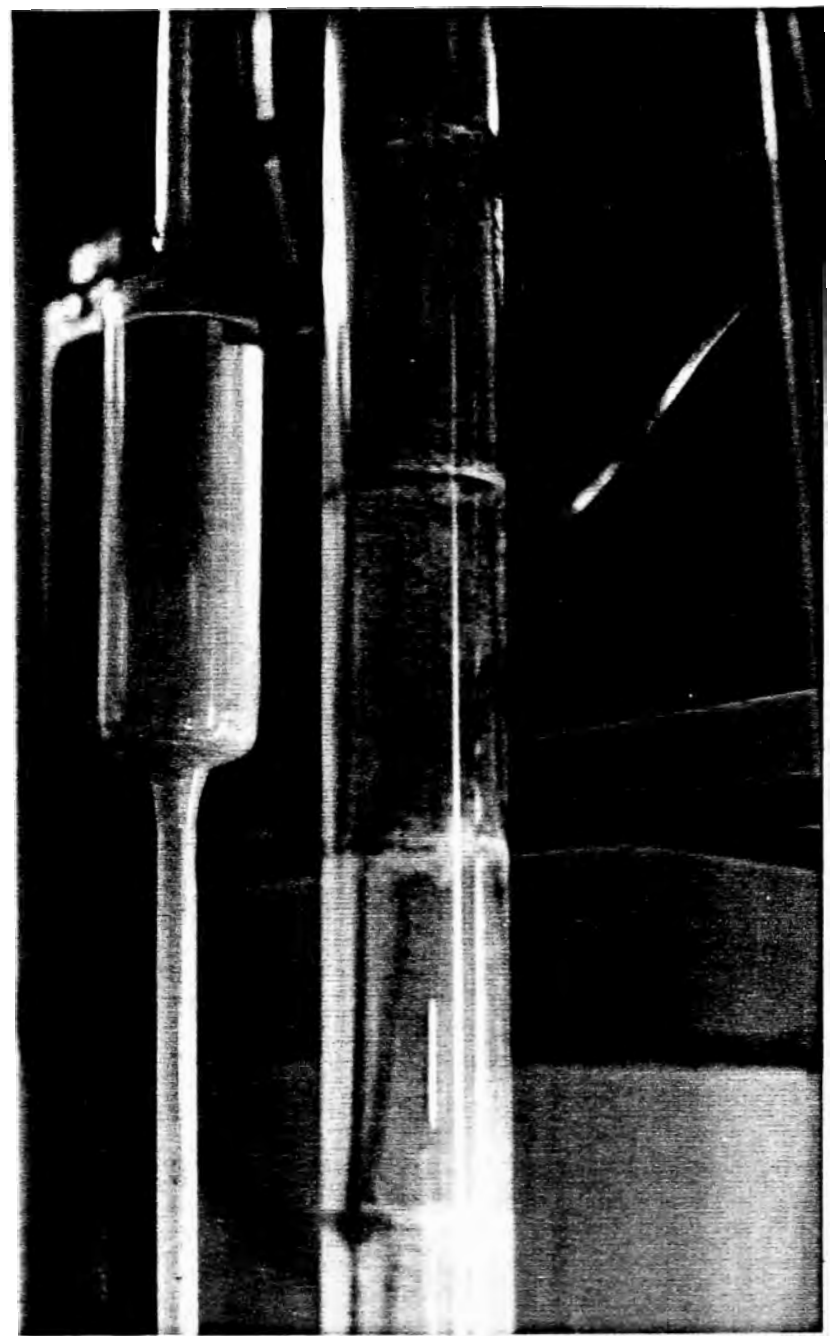
Luego de llenada la columna y la manguera de alimentación, esta se vaciaba al cabo de unos 10 minutos, aún estando presurizado el tanque de tolueno. Las causas de este incidente eran la no existencia de un venteo en la salida del tanque y la existencia de conexiones mal selladas lo que permitía que la manguera se llenara de aire. Se solucionó el problema instalando una válvula de venteo en la línea de alimentación y asegurando todas las conexiones.

5.2.3. ALIMENTACION DISCONTINUA E INTERRUMPIDA.-

Originalmente el sistema no contaba con una "T" de vidrio entre el rotámetro de alimentación y la columna, sino con un codo de vidrio. Esto hacía que la alimentación orgánica fuera discontinua y a veces interrumpida, ya que, al no haber venteo, no se podía purgar el aire atrapado en la línea. La solución fue cambiar el codo por



FORMACION DE GOTAS DE FASE DISPERSA



VISTA DE UNA SECCION DE LA COLUMNA
NOTESE LA INTERFASE AIRE-AGUA EN EL BULBO

una "T" de vidrio. Esto sirve también para tomar muestras de la alimentación orgánica y poder chequear su concentración.

5.2.4. MALA FORMACION DE LAS BURBUJAS.-

En la primera instalación del equipo, el bulbo de vidrio en la pierna de pulsación estuvo ubicado casi al nivel del tope de la columna. Entonces cuando se operaba la columna la presión del pulso era muy baja lo que ocasionaba una mala transferencia al no formarse bien las burbujas. Ante esto se optó por bajar la ubicación del bulbo a la posición actual, con lo que se solucionó el problema.

Debe tenerse presente que la interfase aire-agua debe permanecer siempre dentro del bulbo.

5.2.5. CONEXIONES MAL SELLADAS.

Lo que ocasionaba fugas de líquido y por consiguiente problemas en la operación de la columna. Se deben tener bien selladas las conexiones del sistema.

5.2.6. FALTA DE DESCARGA DEL REFINADO.-

En la línea de descarga del refinado originalmente no se tenía una "T" de vidrio,

sino un codo lo cual hacía que el refinado no se descargara. Se solucionó el problema, colocando el dispositivo de venteo, de tal manera que el refinado no retornara a la columna y por el contrario cayera al tanque de almacenamiento.

5.2.7. MALA PULSACION DE LA COLUMNA.-

El diseño original del sistema contaba con una flexopulso utilizado para destilación batch, pero a causa de una ligera descalibración en este dispositivo y la no permisión de frecuencias de pulso altas, hacía que se originara un problema operativo considerable para la columna. Para mejorar se optó por utilizar el diseño descrito ya en el punto 4.3.2. del anterior capítulo.

5.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Una vez determinados los problemas que surgen por la operación y solucionados adecuadamente se procedió en sí al experimento mismo.

5.3.1. DESCRIPCION.

Los pasos especificados a continuación son los que deberán seguirse para operar de una manera adecuada el equipo de extracción.

- a. Llenado de los tanques del solvente (S) y de la alimentación (F)
- b. Se procede enseguida al llenado de la columna con el solvente (H_2O) a un flujo bajo (20-40 p.p.h. equivalente a $78-138 \text{ cm}^3/\text{min}$). Esto con el fin de evitar la formación de burbújas de aire dentro de la columna. Es necesario notar que antes se deberá dar un impulso (presión) inicial al tanque de agua, el mismo que desaparecerá una vez que el flujo de solvente sea uniforme.
- c. Se enciende el generador de pulso se fija la frecuencia de pulsación en la caja de pulsos.
- d. Se sitúa la "Y" de vidrio del extracto en la parte media entre el último plato y la descarga del refinado, y se prefiija el flujo de solvente (S).
- e. Se abre completamente la válvula del rotámetro de alimentación (F).
- f. Enseguida se procede a presurizar los tanques en forma paulatina hasta que empiece a fluir la alimentación (F). En ese momento se detiene la presurización manteniendo el reductor de presión en

tal posición . En forma simultánea se abre la válvula de venteo del tanque de alimentación para expulsar todo el aire de la línea y llenarla del líquido de alimentación. Esta válvula se cierra luego que la línea este completamente llena del líquido.

- g. Se prefija el flujo de alimentación (F) al valor deseado y se procede a eliminar el aire existente entre el rotámetro y la entrada de la alimentación en la columna, mediante la válvula de venteo ubicada sobre esta porción de la línea.
- h. Luego se trata de bajar la presión en los tanques hasta donde sea posible operar y, paralelamente, se van ajustando los flujos a los valores deseados.
- i. A continuación se incrementa o se reduce la presión del pulso de acuerdo a lo requerido por la operación, es decir, se debe mantener la interfase agua-aire siempre dentro del bulbo, paralelamente se va variando la altura o nivel de

la "Y" de vidrios del extracto, de manera que exista un "colchón. apropiado de refinado (tolueno) en el tope de la columna.

Observación- Conforme transcurra la operación, la altura hidrostática de los tanques disminuirá, por tanto los flujos también disminuirán. Esto hace necesario que se ajuste la presión en los tanques en forma periódica.

- j. Se deja el sistema así fijado durante 30 minutos antes de tomar la primera muestra de extracto. Cabe notar que en este punto el sistema ya se encuentra en verdadera operación. Como ilustración veáse el diagrama de flujo que se muestra en el Plano 4 del anexo 4.
- k. Luego de tomada la muestra de extracto, esta se titula con NaOH de 0.1N ó 1N, dependiendo de la supuesta composición del extracto. Como indicador del punto final de titulación se utiliza la fenoltaleína.
- l. Se obtienen muestras cada 10 minutos aproximadamente hasta que se alcance el estado estable de transferencia de masa indicado por la titulación, es

- decir, cuando la relación $\Delta m_{NaOH}/\Delta$ tiempo tiende a cero o aproximadamente cero.
- m. Se procede enseguida a tomar las medidas del hold-up.
 - n. A continuación se cambia el flujo de solvente para otra corrida y se ejecuta nuevamente el procedimiento desde (j) hasta (m).

Para otras frecuencias se deberá repetir el procedimiento completo desde (a) hasta (n.)

Como observación adicional se menciona que cuando ocurre un agotamiento de solvente o de alimentación, es posible detener la operación del sistema cerrando las válvulas de alimentación y de solvente, despresurizando los tanques y apagando el generador de pulsos. Si no se hiciera este procedimiento entonces ingresaría aire en la columna y consecuentemente podría remover los platos y deteriorar el equipo.

Para continuar la operación, se llenan los tanques con la alimentación y el solvente. Enseguida se procede a presurizar los tanques, a abrir las válvulas hasta el flujo de operación, y a encender el generador de pulsos.

En general, lo antes descrito es el procedimiento estandar que se siguió para ejecutar las corridas experimentales. Los detalles-pequeños que aquí pudieran escaparse a ser-descritos no presentan mayor relevancia ni problema y podrán ser resueltos con buen criterio y en forma fácil por el operador u operadores del sistema.

CAPITULO VI

RESULTADOS.

6.1. DESCRIPCION DE LOS PARAMETROS.-

Durante el procedimiento operativo se han recogido una serie de datos experimentales que luego fueron evaluados adecuadamente.

Se han investigado tres frecuencias 48, 30 y 20 pulsos/min., y cinco relaciones de flujo; considerando constante a la amplitud. En relación a los flujos, el de la fase orgánica se mantuvo constante durante todo el experimento, variándose solamente el flujo de solvente acuoso.

Se efectuaron en total 15 corridas, es decir, 5 corridas por cada frecuencia, para 5 relaciones de flujo distintas.

Los datos experimentales que se lograron se muestran en la Tabla III.

En seguida se hace una descripción de los parámetros calculados.

6.1.1. COMPOSICION DEL REFINADO (X_R)

Se determinaron los valores de X_R , para cada corrida, mediante el balance de materia correspondiente, que se especifica en el Anexo 3.1. Estos valores así calculados mostrados en la Tabla IV., y de ellos puede notarse que la menor fracción de X_R es

T A B L A III
DATOS EXPERIMENTALES

NUMERO DE CORRIDA	FRECUENCIA (pulsos/min.)	FLUJOS (g r/min)		FRACCIONES g rHCAc/g r.solución			Hold up (cm ³)	
		ALIMENTAC. (F)	SOLVENTE (S) (1)	X _F	Y _s	Y _E	REFINADO (tolueno)	EXTRACTO (agua)
1	48	79	78.75 (20)	0.06	0.0	0.0558	263.48	2087.63
2		79	138.17 (40)	0.06	0.0	0.0318	364.82	1986.29
3		79	201.07 (60)	0.06	0.0	0.0148	364.82	2026.82
4		79	254.57 (80)	0.06	0.0	0.0121	283.75	2310.58
5		79	313.80 (100)	0.06	0.0	0.0061	344.56	2128.17
6	30	79	78.75	0.06	0.0	0.0228	243.21	2330.85
7		79	138.17	0.06	0.0	0.0186	275.24	2214.37
8		79	201.07	0.06	0.0	0.0142	304.02	2107.90
9		79	254.57	0.06	0.0	0.0108	304.02	2026.82
10		79	313.80	0.06	0.0	0.0083	273.62	2118.03
11	20	79	78.75	0.06	0.0	0.0039	113.99	2472.23
12		79	138.17	0.06	0.0	0.0033	159.06	2432.19
13		79	201.17	0.06	0.0	0.0027	202.68	2391.65
14		79	254.37	0.06	0.0	0.0021	244.51	2351.11
15		79	313.80	0.06	0.0	0.0014	283.75	2310.88

(1) Los valores entre paréntesis corresponden a la medida que da el rotámetro en p. p. h.
(2) Valores hallados por titulación.

T A B L A IV

NUMERO DE CORRIDA	FLUJO (gr / min.)		FRECUENCIA (puls./min) f	COMPOSICION EN PESO (gr.HOAc/gr.solución)				NUMERO DE ETAPAS	
	ALIMENTAC. (F)	SOLVENTE (S)		X F	Y S	Y E	X R (1)	N p (2)	N toR (3)
1	79	78.75	48	0.06	0.0	0.0558	0.0044	1.21	2.8534
2	79	138.17		0.06	0.0	0.0318	0.0044	1.00	2.7439
3	79	201.07		0.06	0.0	0.0148	0.0223	0.42	1.0084
4	79	254.57		0.06	0.0	0.0121	0.0210	0.50	1.0610
5	79	313.80		0.06	0.0	0.0061	0.0358	0.16	0.5201
6	79	78.75	30	0.06	0.0	0.0228	0.0373	0.16	0.4883
7	79	138.17		0.06	0.0	0.0186	0.0275	0.33	0.7982
8	79	201.07		0.06	0.0	0.0142	0.0239	0.39	0.9369
9	79	254.57		0.06	0.0	0.0108	0.0252	0.35	0.8792
10	79	313.80		0.06	0.0	0.0083	0.0270	0.32	0.8067
11	79	78.75	20	0.06	0.0	0.0039	0.0561	0.0046	0.0675
12	79	138.17		0.06	0.0	0.0033	0.0542	0.0108	0.1020
13	79	201.07		0.06	0.0	0.0027	0.0531	0.0138	0.1225
14	79	254.57		0.06	0.0	0.0021	0.0532	0.0146	0.1206
15	79	313.80		0.06	0.0	0.0014	0.0544	0.0085	0.0981

T A B L A V

NÚMERO DE CORRIDA	FLUJO (gr/ min.)		FRECUENCIA f (puls/min.)	EFICIENCIA (%)		(6)	(7)	(8)	(9)
	F	S		E ₁ (4)	E ₂ (5)	HETS (cm.)	HTU _{OR}	HTU _{OE}	HTU (cm.)
1	79	78.75	48	12.1	28.53	97.52	136.35	17.59	153.94
2	79	138.17		10.0	27.44	118.00	207.62	15.26	222.88
3	79	201.07		4.2	10.08	280.95	727.45	37.40	764.85
4	79	254.57		5.0	10.61	236.00	831.57	33.13	864.70
5	79	313.80		1.6	5.20	737.50	1976.04	64.01	2040.05
6	79	78.75	30	1.6	4.88	737.5	796.52	102.79	899.31
7	79	138.17		3.3	7.98	357.58	713.71	52.47	766.18
8	79	201.07		3.9	9.369	302.56	792.95	40.06	833.01
9	79	254.57		3.5	8.792	377.14	1003.52	39.99	1043.51
10	79	313.80		3.2	8.067	368.75	1277.77	41.22	1318.99
11	79	78.75	20	0.046	0.675	25652.17	5777.29	742.58	6519.87
12	79	138.17		0.108	1.02	10925.93	5612.47	409.75	6022.22
13	79	201.07		0.138	1.225	8550.72	6086.90	305.91	6392.81
14	79	254.57		0.146	1.206	8082.19	7315.91	291.51	7607.42
15	79	313.80		0.085	0.981	13882.35	10538.55	338.64	10877.19

1) Cálculos en el Anexo 3.1

2) Ver Gráficos

3) Ver Anexo 3.2

4) Ver Anexo 3.3

5) Ver Anexo 3.3

6) Ver Anexo 3.4

7) Ver Anexo 3.5

8) Ver Anexo 3.5

9) Ver Anexo 3.5

T A B L A VI

NUM ER Ø E CORRID A	FLUJ O (gr/min.)		FRE CUENC IA' (pulso/min)	a (1)	a/m (*)	REL AC ION	REL AC ION
	F	S				DE FLUJ OS (F/S)	DE (2) OLDUP r (tot/ agua)
1	79	78.75		1.0035	0.1298	1.00	0.1262
2	79	138.17		0.572	0.0735	0.57	0.1837
3	79	201.07	48	0.40	0.0514	0.39	0.1800
4	79	254.57		0.31	0.0398	0.31	0.1228
5	79	313.80		0.252	0.0323	0.25	0.1619
6	79	78.75		1.004	0.1290	1.00	0.1043
7	79	138.17		0.572	0.0735	0.57	0.1243
8	79	201.07	30	0.393	0.0505	0.39	0.1442
9	79	254.57		0.31	0.0398	0.31	0.1500
10	79	313.80		0.251	0.0323	0.25	0.1292
11	79	78.75		1.00	0.1285	1.00	0.0461
12	79	138.17		0.568	0.0730	0.57	0.0654
13	79	201.07	20	0.391	0.0500	0.39	0.0847
14	79	254.57		0.31	0.0398	0.31	0.1040
15	79	313.80		0.25	0.0321	0.25	0.1228

(*) En la relación, m es la pendiente de la línea de equilibrio igual a 7.78

(1) Pendiente de la línea de operación obtenida de los Gráficos.

(2) Es la relación entre el holdup del tolueno y el holdup del agua.

T A B L A V I I

NUMERO DE CORRIDA	FLUJO (gr / min)			F/S	HTU (cm.)	E ₂ (%)	a/m (*)	f Pulsos/min.
	F	S	F+S					
1	79	78.75	157.75	1.00	153.94	28.53	0.1298	
2	79	138.17	217.17	0.57	222.88	27.44	0.0735	
3	79	280.07	280.07	0.39	764.85	10.08	0.0514	48
4	79	254.57	333.57	0.31	864.70	10.61	0.0398	
5	79	313.80	392.80	0.25	2040.05	5.20	0.0323	
6	79	78.75	157.75	1.00	899.31	4.88	0.1290	
7	79	138.17	217.17	0.57	766.18	7.98	0.0735	
8	79	280.07	280.07	0.39	833.01	9.369	0.0505	30
9	79	254.57	333.57	0.31	1043.51	8.792	0.0398	
10	79	313.80	392.80	0.25	1318.99	8.067	0.0323	
11	79	78.75	157.75	1.00	6519.87	0.675	0.1285	
12	79	138.17	217.17	0.57	6022.22	1.02	0.0730	
13	79	201.07	280.07	0.39	6392.81	1.225	0.0500	20
14	79	254.57	333.57	0.31	7607.42	1.206	0.0398	
15	79	313.80	392.80	0.25	10877.19	0.981	0.0321	

(*) a: pendiente de la línea de operación

m: pendiente de la línea de equilibrio = 7.78.

obtenida en las primeras corridas correspondientes a la frecuencia mayor, 48 pulsos/ - min.

6.1.2. NUMERO DE ETAPAS

Se ha logrado determinar los valores para - el número de etapas, prácticas (N_p) y teóri - cas (N_{toR}) en base a la fase refinado.

Para la determinación del N_p se utiliza el método gráfico para cada corrida, como se - puede observar en los Gráficos 3 al 17 del - Anexo 4. En todos ellos se observa que la línea de operación está por debajo de la lí - nea de equilibrio, debido a que la pendien - te de la Recta de Equilibrio es mayor que - la de la Recta de operación.

Para la determinación del N_{toR} , se utiliza - el método analítico según los cálculos efec - tuados en el Anexo 3.2.

Se notará que tanto para N_p como para N_{toR} , la mayor cantidad de etapas ocurre a la fre - cuencia mayor, ésto es, a 48 pulsos/min. - tal como se observa en la Tabla IV. Asi pa - ra una frecuencia de 20 pulsos/min., se tie - nen valores de 0.0046 para N_p y 0.0675 para N_{toR} , en tanto que para la frecuencia de

48 pulsos/min, los valores son de 1.21 para N_p y de 2.8534 para N_{toR} , esto para misma relación de flujos.

6.1.3. EFICIENCIAS.

Se ha preferido calcular dos eficiencias diferentes con fines comparativos. La eficiencia E_1 en base a valores de N_p y la eficiencia E_2 en base al N_{toR} , (Ver Anexo - 3.3). Los valores calculados se muestran en la Tabla V, de la misma que puede observarse que para ambos casos se tendrán mayores eficiencias a frecuencias mayores y - flujos de solventes mayores. Por ejemplo, para un flujo de solvente de 78.75 gr/min. y frecuencia de 48 pulsos/min., los valores de E_1 y de E_2 son más grandes, que - cuando se tiene un flujo de solvente de - 201.07 gr/min., y frecuencia de 30 pulsos/min., punto de máxima eficiencia para esta frecuencia.

6.1.4. ALTURA EQUIVALENTE DE UNA ETAPA TEORICA.

(HETS).- De manera referencial se tienen - calculados, de acuerdo a lo especificado - en el Anexo 3.4., los valores de H.E.T.S., basados en el N_p . y que pueden observarse-

en la Tabla V. Se nota que estos valores van incrementándose conforme va disminuyendo la frecuencia de trabajo y para un mismo flujo de solvente S. Por otro lado, para una misma frecuencia, la curva de HETS vs. S. tiene un valor mínimo (Ver Gráfico 2.2.).

6.1.5. ALTURA DE UNA UNIDAD DE TRANSFERENCIA (HTU)

Con el objeto de conocer la eficiencia de la columna en base al HTU, se calcularon estos valores a partir de la Altura de una Unidad de Transferencia en base a la fase-refinado (HTU_{OR}) y a la fase-extracto (HTU_{OE}). Los valores calculados se muestran en la Tabla V. Como se observa, el valor que corresponde al menor HTU está en relación a la mayor frecuencia. Así vemos que para un mismo flujo de solvente, para una frecuencia de 48 pulsos/min. corresponde un valor de HTU de 153.94 cm. mientras que, para una frecuencia de 20 pulsos/min., el valor de HTU es 6519.87cm. Los cálculos están indicados en el Anexo-3.5. (Ver Gráfico 23).

6.1.6. OTROS.

Respecto a los valores de relación de flujos (F/S), relación de hold-up (r), frecuencias, flujos de alimentación y de solvente, estos pertenecen a los datos recogidos del experimento y el cálculo de algunos de ellos es deducido fácilmente.

Para la relación de flujos, se emplean los datos de entrada, con lo que se determina mediante:

$$\text{Relación de flujos} = \frac{F(\text{alimentación gr/min})}{S(\text{Solvente en gr/min})}$$

Para la relación de hold-up se emplea la relación:

$$r = \frac{T(\text{Holdup de tolueno en gr.})}{A(\text{Holdup de agua en gr.})}$$

El hold up, en gramos, del tolueno y del agua es calculado, multiplicando el hold up, en cm³, por la densidad de cada uno de ellos. Ver Tabla VI.

6.2. CURVAS Y DIAGRAMAS OBTENIDOS.

En base a los datos experimentales y los resultados obtenidos a partir de ellos se han elaborado los respectivos diagramas a fin de analizar las variaciones que presentan los parámetros de operación.

6.2.1. LINEAS DE OPERACION.

En los Gráficos del 3 al 17 se han trazado las líneas de operación para cada corrida del experimento, con fines de determinación gráfica del número de platos práctico, por cada corrida. El ploteo utiliza los valores de composición en peso de soluto en la fase extracto (Y_E) versus la composición en la fase refinado (X_R), a partir de la Tabla IV. Como se observará, las líneas de operación tienen pendientes, que tienden a más conforme, disminuye el flujo de solvente. Asimismo, se nota que la línea de equilibrio en todos los casos es igual, es decir, tiene la misma pendiente (7.78). El número de platos (N_p) en los gráficos es determinado entre las composiciones iniciales y finales del soluto (X_F , Y_S y X_R , Y_E). Los resultados están anotados también en la Tabla IV.

6.2.2. EFICIENCIAS.

En los gráficos 18 y 19 del Anexo 4, se han trazado las curvas que corresponden al ploteo de las eficiencias E_1 y E_2 versus flujo de solvente (S), tomando los valores mostrados en la Tabla V. Estos valores

son graficados para tres frecuencias (48, 30, y 20 pulsos/min.), manteniendo constantes el flujo de alimentación (F) y la amplitud (a'). Se han obtenido tres curvas correspondientes a las tres frecuencias, en estas se observa en general, que a menor flujo de solventes y a menor frecuencia, la eficiencia es menor. Por otro lado para las mismas condiciones de flujo de solvente (S) y de frecuencia, la eficiencia E_2 es mayor que la eficiencia E_1 .

De otra parte en el Gráfico 20 se muestran las curvas obtenidas de plotear, los valores de eficiencia E_2 contra los de relación de flujos (F/S), para las tres frecuencias (48, 30 y 20 pulsos/min.). En dichas curvas se observa que para una frecuencia de 48 pulsos/min., la eficiencia es mayor a relaciones de flujos mayores, pero con frecuencias de 30 pulsos/min. ocurre lo contrario.

Para la frecuencia de 20 pulsos/min. se nota que no hay una variación sustancial en la eficiencia, que dicho de paso es muy baja, aún con el incremento de la relación de flujos; siendo la menos eficiente de las tres curvas. Los datos para la

construcción de estas curvas son tomados de la Tabla VII.

6.2.3. ALTURA EQUIVALENTE DE UNA ETAPA TEORICA

(H.E.T.S.).- Se ha graficado la variación del H.E.T.S. con el flujo de solvente (S) para las tres frecuencias estudiadas (48, 30 y 20 pulsos/min). Los valores son tomados de la Tabla V y se obtienen tres curvas, según se puede observar en el Gráfico 22. La variación del HETS con el flujo de solvente (S) tiene la misma tendencia para las dos frecuencias menores (30 y 20 pulsos/min), ya que los mayores HETS se obtienen a flujos menores mientras que con el incremento del flujo del solvente (s) ambos alcanzan un mínimo, diferente para cada uno, y nuevamente se elevan al seguirse incrementando el flujo de S. Para la frecuencia de 48 pulsos/min., la tendencia es constante, es decir, a mayor flujo de S los valores de HETS tienden a crecer.

6.2.4. ALTURA DE UNA UNIDAD DE TRANSFERENCIA.(HTU)

A fin de observar adecuadamente las variaciones de HTU con respecto a los parámetros del proceso, se han elaborado las

curvas correspondientes. En el gráfico 23 se muestra la variación que presenta HTU con respecto al flujo de solvente (S) para las tres frecuencias estudiadas. El ploteo se hizo, tomando los datos de la Tabla VII. La variación de HTU en función de S muestra una tendencia muy similar a la curva de HETS vs. flujo de solvente. Para las frecuencias de 30 y 20 pulsos/min. se nota que para flujos bajos de S, los valores de HTU son grandes, al incrementarse S, el valor de HTU decrece ligeramente a un valor mínimo, y luego crece nuevamente conforme siga incrementándose el valor de S. Por el contrario, para la frecuencia de 48 pulsos/min., la tendencia es uniforme, ya que a mayor flujo S, se tiene un mayor valor de HTU, Es decir se tiene un crecimiento permanente.

Asimismo, el Gráfico 24 muestra el comportamiento que presenta HTU con respecto a la relación de flujos (F/S) para tres frecuencias. Los datos son tomados de la Tabla VII para la elaboración de las curvas. Las tres curvas muestran la misma tendencia, es decir, los valores de HTU son menores a mayor relación de flujos y a mayor

frecuencia. El mismo comportamiento es observada en el Gráfico 28 que plotea HTU contra F/S y contra la relación de pendiente (a/m).

De otro lado, en el Gráfico 29 se observa como varía HTU con el flujo total ($F+S$) para las frecuencias estudiadas. Para la construcción de la curva se utilizan los valores de la Tabla VII. La tendencia observada para $f = 30$ y $f = 20$ pulsos/min. es para valores bajos de ($F+S$), HTU toma ciertos valores. Con el incremento del flujo ($F + S$) los valores de HTU decrecen a un mínimo, diferente para cada frecuencia, y si continua el incremento nuevamente crecerán los valores de HTU. Para $f = 48$ pulsos/min. la tendencia es constante, es decir, HTU se incrementará siempre, con el incremento de flujo ($F + S$).

En el Gráfico 25, se ha mostrado como es que varía HTU con relación a la frecuencia, para cinco flujos distintos de S . Los datos son tomados de la Tabla VII, y se obtienen cinco curvas. Se nota claramente que a mayor frecuencia el valor de HTU disminuye hasta un mínimo, a partir del cual

crece nuevamente.

Por otra parte se vé que para una frecuencia dada, el HTU es mayor cuando mayor es el flujo de solvente S.

6.2.5. RELACIONES DE HOLDUP.-

Se han elaborado también los Gráficos 26- y 27 para mostrar la variación de las relaciones de holdup con el flujo de solvente S y con la frecuencia f. empleando los datos de la Tabla VI, se han elaborado las curvas respectivas. Para el caso de la relación de holdup r con respecto al flujo de solventes S se obtienen tres curvas para las tres frecuencias del estudio (Gráfico 26). Se notará que la tendencia presentada por la curva en la frecuencia $f=20$ pulsos/min. es que la mayor relación de holdup se tendrá a mayor flujo de solvente. En tanto que para las otras dos frecuencias (48 y 30 pulsos/min) el comportamiento es diferente. Ciertamente es aconsejable observar el mencionado gráfico para una mayor información.

El Gráfico 27 muestra el ploteo de la relación de holdup contra la frecuencia para 5 flujos diferentes de solvente S, en

base a los datos de la Tabla VI. La tendencia general es que la relación de holdup se incrementa conforme aumenta la frecuencia de trabajo.

6.3 DISCUSION DE RESULTADOS.

Sobre la base de los resultados obtenidos de la operación del sistema, puede efectuarse el análisis de como influyen los parámetros prefijados, en el rendimiento y eficiencia de la columna pulsada. Por cuanto el estudio ha involucrado la variación de solamente las frecuencias y los flujos de solventes (por ende la relación de flujos) considerando constantes los otros parámetros como flujo de alimentación (F) y amplitud (a'), el análisis puede circunscribirse a estos dos factores.

6.3.1. EFFECTO DE LA FRECUENCIA DEL PULSO.

Principalmente el Gráfico 25 de HTU vs f muestra el efecto favorable que ofrece una mayor pulsación sobre la eficiencia del equipo. Observando el gráfico mencionado veremos que cuando menor es la frecuencia, las eficiencias en términos de HTU son menores y viceversa, lo que va a influir directamente sobre las tasas de transferencia de masa. Esto indi

ca que si la frecuencia es incrementada , entonces crecerá el producto ($a \cdot f$), aún siendo constante la amplitud, por lo tanto, también se incrementará el área interfacial y la turbulencia, lo que tenderá a incrementar la eficiencia de extracción de la columna pulsada. Como se ve, para una frecuencia de 48 pulsos/min. y un flujo de S igual a 78.75 gr/min., la composición obtenida en extracto es la más alta de todas las corridas. Posiblemente si se incrementa aún más la frecuencia esta tasa de extracción será todavía mayor. De otra parte, en este estudio no se consideraron los factores que tienden a aminorar la eficiencia de extracción, como el hecho de coalescencia y redispersión de las fases entre pulsos. Esta es la razón de la baja eficiencia a niveles de pulsación bajos, ya que las dos fases coalescen entre pulsos y luego son redispersadas. Si las dos fases coalescen entre pulsos, se crea entonces una superficie fresca para la transferencia de masa cuando las fases son resispersadas. Sin embargo, conforme se incrementa la frecuencia, por tanto el producto ($a \cdot f$), hay menor coalescencia de fases en la columna.

Por otro lado, la facilidad de dispersión de los líquidos debido a sus propiedades físicas y a las propiedades de humedecimiento del plato que influyen en la formación de la gota en la columna pulsada, pueden causar efectos que tienden a incrementar la eficiencia de extracción. Los líquidos con una baja tensión interfacial son fácilmente dispersados. En este caso la eficiencia de extracción se incrementará con el incremento de la pulsación.

En total, estos factores hacen que la eficiencia del equipo en términos de HTU sea mayor cuanto mayor es la frecuencia del pulso aplicado.

6.3.2. EFFECTO DE LA VARIACION DE FLUJO DE SOLVENTE.-

Los resultados obtenidos en los Gráficos 18,19,20,21,22,23, muestran claramente la influencia del flujo de solvente (S) en la eficiencia del equipo, así mismo, se observa la variación con respecto a la relación de flujos. La razón de tasas de (F/S) flujo es un factor importante en el experimento efectuado. Así, las magnitudes relativas de los efectos que tienden

a incrementar o bajar la eficiencia de extracción conforme se incrementa la frecuencia, son diferentes para tasas de flujo diferentes. Esto puede observarse en el Gráfico (HTU vs. F/S) donde, para una frecuencia de 20 pulsos/min, el valor de HTU se inicia en un valor bajo (153.94 cm) para una relación (F/s) de 1.00, y luego empieza crecer conforme disminuye la relación de flujos, es decir, cuando se incrementa el flujo de solvente (S). Este comportamiento es observado para las tres frecuencias que se han investigado.

Del mismo modo, la variación del flujo de solvente (S) tiene un efecto irregular sobre la relación de holdup, para las tres frecuencias estudiadas, mientras que, en las frecuencias de 20 y 30 pulsos/min, las relaciones de holdup se incrementan con el incremento de S en forma casi constante, para la frecuencia de 48 pulsos/min, la curva es irregular, pues para un valor de $S=78.75$ gr/min., la relación de holdup es menor que a $S=138$ gr/min y $S=201$ gr/min sin embargo, luego empieza a decrecer hasta un mínimo, a un flujo de $S = 254$ gr/min,

para incrementarse nuevamente a un flujo de $S=313$ gr/min. Habida cuenta de que es este factor es el cociente entre el holdup de la fase dispersa (tolueno) y el de la fase continua (agua), significa que un incremento en esta relación indica una mayor cantidad de fase dispersa moviéndose a través de la columna y que por consiguiente entra en la operaciones de transferencia de masa influenciando la eficiencia de la extracción.

6.3.3. EFEECTO DE OTROS FACTORES.-

A pesar de no haber sido estudiados, es importante enumerar otros efectos, aparte de los ya nombrados, que tienen influencia sobre el rendimiento de la columna y la eficiencia de la extracción.

Entre los principales tenemos:

- a. Amplitud del pulso, que conjuntamente con la frecuencia afectan las tasas de transferencia de masa.
- b. Variación del flujo de alimentación (F), que afecta las tasas de extracción.
- c. Efectos de Factores Geométricos, como el espaciamiento de platos, diámetro -

de las perforaciones, porcentaje de área libre.

6.3.4. COMPARACION CON OTRO METODOS.-

En general se tiene que el equipamiento de contacto continuo o diferencial, es el más eficiente que otro tipo de equipos, por emplear etapas múltiples en contracorriente. Sin embargo, entre ellos, existan tipos de equipos (Ver item 2.3.1.b y c) cuya eficiencia depende del tipo de agitación proporcionada. Las referencias de estudios realizados sobre columnas pulsadas, certifican que la eficiencia de estos equipos es mayor que para las columnas convencionales por el hecho de que, la pulsación en platos perforados crea áreas de transferencia de masa mayores y continuas que van a mejorar las tasas de extracción. Así para un mismo sistema de componentes se ha demostrado que la eficiencia de extracción de una columna de platos perforados se incrementa al menos tres veces por la pulsación que se le aplica. Un factor importante es que precisamente para valores de F/S altos el rendimiento

miento en columnas convencionales es más bien pobre. De otra parte, la utilización de pulsaciones para proporcionar una agitación adecuada ofrece la ventaja adicional de una manipulación no directa de los líquidos, a causa del mantenimiento que pudiera efectuarse en los agitadores mecánicos; esto lo hace ser útil preferentemente en los procesos que emplean material radiactivo, por cuanto se adiciona un término de seguridad a la operación de extracción requerida.

CAPITULO VII

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

7.1. CONCLUSIONES.

Desde el punto de vista del estudio se pueden arribar a las siguientes conclusiones:

1. El uso del compresor ocasiona un desequilibrio en el sistema, ya que es ciclico y cada que se enciende afecta la altura del 'colchón' de refinado en el tope, y de la interfase aire-agua en el bulbo. Sin embargo, el equipo tiende a estabilizarse por sí solo.
2. Las líneas de equilibrio y de operación son rectas. Lo cual está en concordancia con las soluciones diluidas de trabajo y es correcto utilizar ecuaciones simplificadas.
3. El ácido acético se distribuye fácilmente en el agua, entendiéndose que la mayor resistencia a la transferencia de masa es ofrecida por la fase refinado (tolueno), por lo que las evaluaciones son efectuadas en base a está, puesto que los efectos de la otra fase son muy pequeños por no decir despreciables.
4. Los valores calculados de E , y H.E.T.S. en base a N_p , deben tomarse como referenciales ya que no es recomendable utilizarlos para expresar eficiencias de columnas de platos perforados si no para columnas empacadas.

5. La concentración en el extracto (Y_E) disminuye con el incremento del flujo de solvente (S), cuando se mantienen constantes la frecuencia del pulso (f) y el flujo de la alimentación (F).
6. La pendiente de la línea de operación decrece a medida que se incrementa el flujo de solvente (S), para el caso de frecuencia (f) y flujo de alimentación (F) constantes.
7. Para frecuencias mayores, los valores de H.E.T.S. y H.T.U. son menores en el rango de flujo de solvente (S) comprendido entre 0 y 285 gr/min. y para frecuencias de 48 y 30 pulsos/min., ocurre el caso inverso. (Gráficos 22-23).
8. Se cumple que, para las tres frecuencias estudiadas, los valores de H.T.U. decrecen hasta un valor mínimo, antes de aumentar nuevamente, a medida que se incrementa la relación de flujos (F/S). (Ver Gráfico 24).
9. Para cualquier valor de relación de flujos (F/S), los valores de H.T.U. son menores cuanto mayor es la frecuencia. (Ver Gráfico 24).
10. A diferentes flujos de solvente (S), con el flujo de alimentación (F) constante, el HTU disminuye a medida que aumenta la frecuencia, hasta un valor mínimo, luego del cual asciende nuevamente (Ver Gráfico 25).

11. En la frecuencia mínima (20 pulsos/min.), los valores de la relación de hold up (r) se incrementa conforme aumenta el flujo de solvente (S), a flujos de alimentación (F) constantes. Para la frecuencia de (30 pulsos/min.), la relación de hold up aumenta hasta un máximo y luego disminuye. Mientras que para 48 pulsos/min. la relación de hold up crece hasta un máximo, luego decrece hasta un valor mínimo, para enseguida crecer nuevamente (Ver Gráfico - 26).
12. La relación de hold up (r) aumenta a medida que aumenta la frecuencia, para flujos de solvente (S) y de alimentación (F) constantes. (Ver Gráfico 27).
13. La eficiencia (E_2) es mayor a menor flujo de solvente (S), cuando la frecuencia es 48 pulsos/min., y el flujo de alimentación (F) es constante. Para las otras dos frecuencias, la eficiencia asciende con el incremento del flujo de solvente (S) hasta un valor máximo y luego decrece. Además para un valor de flujo de solvente (S) igual a 278 gr/min., las eficiencias se igualan en 8.6% para las frecuencias de 48 y 30 pulsos/min. (Ver Gráficos 18-19).

En general, el estudio nos permite afirmar que la pulsación incrementa la eficiencia de extracción en una columna de platos perforados, y que esta eficiencia crece cuando mayor es la frecuencia de pulsación aplicada a la columna y menor el flujo de solvente.

De otra parte, es necesario mencionar que se ha asumido que los líquidos son inmiscibles y que no ocurren cambios de volumen a través de la columna. Además la forma de onda del pulso aplicado es cuadrada.

No se estudiaron los efectos que causan los factores geométricos, ni las variaciones de amplitud y flujo de alimentación, y como afectan la eficiencia de extracción.

7.2. RECOMENDACIONES.

En el final del presente trabajo se ven necesarias efectuar algunas recomendaciones y sugerencias, como resultado de la investigación realizada, y que puedan servir para trabajos posteriores.

1. Para el buen funcionamiento del equipo se hace necesario que tanto los platos perforados como sus soportes sean de acero inoxidable, por su mayor resistencia al sistema utilizado.

2. Se deberán implementar dispositivos que permitan estudiar la geometría del equipo.
3. Se deberá efectuar el estudio con diferentes flujos de fase dispersa, para observar su efecto sobre la eficiencia de extracción.
4. Es necesario investigar el efecto del diámetro de perforación sobre la eficiencia de extracción, en diferentes niveles.
5. Puede estudiarse así mismo, el efecto que causa el espaciamiento entre platos sobre la eficiencia de extracción.
6. Puede estudiarse del mismo modo, como afecta la eficiencia, una variación del área libre. Esto podría efectuarse una vez que se hayan determinado los efectos de otros factores más importantes.
7. Se deberán investigar asimismo, los efectos individuales de la amplitud del pulso y la frecuencia de pulso, en la tasa de extracción.
8. Se sugiere que los estudios posteriores se efectúen a partir de 40 pulsos /min. y hasta 70 pulsos/min., que es la máxima capacidad que tiene el generador de pulsos.

Como una sugerencia adicional, podrían efectuarse o planearse la extensión de los estudios al comportamiento de solventes y diluyentes para la refinación del uranio y/o Refinación de metales no ferreos.

Finalmente, puede enfatizarse que, el conocimiento de las características de este tipo de Equipo está aún bajo desarrollo. Como se ha visto, el número de factores que influyen la tasa de extracción es grande, y muchos de ellos no están bien comprendidos. La mayoría de datos disponibles se toman de dispositivos pequeños de laboratorio, frecuentemente de pocos cm. de diámetro y pocos cm. de altura, como la columna del presente estudio. Por estas razones las generalizaciones dadas aquí, deberán ser usadas cuidadosamente y sólo para estimados muy toscos, donde se permitan factores de seguridad generosos.

A N E X O S

A N E X O 1

NOMENCLATURA UTILIZADA

1 - INDICES. -

- A : disolvente en la alimentación.
- Aa : actividad del soluto en el disolvente a.
- As : actividad del soluto en el disolvente S.
- a : pendiente de la línea de operación.
- a' : amplitud (cm./pulso).
- B : soluto
- b : actividad
- b_{AA} : actividad de A en la fase rica en A.
- b_{AS} : actividad de A en la fase rica en S.
- b_{BS} : actividad de B en la fase rica en S.
- b_{BA} : actividad de B en la fase rica en A.
- b_{SA} : actividad de S en la fase rica en A.
- b_{SS} : actividad de S en la fase rica en S.
- E : extracto (gr./min.)
- E₁, E₂ : eficiencias (%).
- F : alimentación (gr./min.).
- f : frecuencia (pulsos/min.)
- H.E.T.S : altura equivalente de una etapa teórica (cm.).
- H.T.U. : altura de una unidad de transferencia (cm.).
- K : coeficiente de distribución.
- K' : coeficiente de distribución basado en el coeficiente de actividad.

m : pendiente de la línea de equilibrio.
 N_p : número de etapas práctica.
 N_t : número de etapas teóricas.
 N_{real} : número de etapas reales en la columna.
 R : refinado (gr/min.)
 r : relación de hold up (adimensional).
 S : solvente (gr/min.)
 u : constante
 v : constante
 X : composición en peso de soluto en el refi
nado (gr.solute/gr. refinado)
 \bar{X} : fracción molar, fase refinado
 Y : composición en peso de soluto en el ex -
tracto. (gr.solute/gr. de extracto).
 \bar{Y} : fracción molar fase extracto.
 Z : altura neta de la columna (cm.).
 β : selectividad
 γ : coeficiente de actividad.

2.- SUB-INDICES.

E : extracto.
 F : alimentación.
 OE : fase extracto (usado con HTU).
 OR : fase refinado (usado con HTU).
 R : refinado
 S : solvente.

A N E X O 2

1.- CURVAS DE CALIBRACION DE ROTAMETROS.

R-1 Rotámetro de alimentación.

R-2 Rotámetro de Solvente.

2.- TABLA DEL % EN PESO DE ACIDO ACETICO EN LA
ALIMENTACION EN FUNCION DE SU DENSIDAD.

GRAFICO 1

CALIBRACION DE
ROTAMETRO DE
ALIMENTACION-R1

$$Y = 2.65X + 32.39$$

400

300

200

100

Gr./min.

20

40

60

80

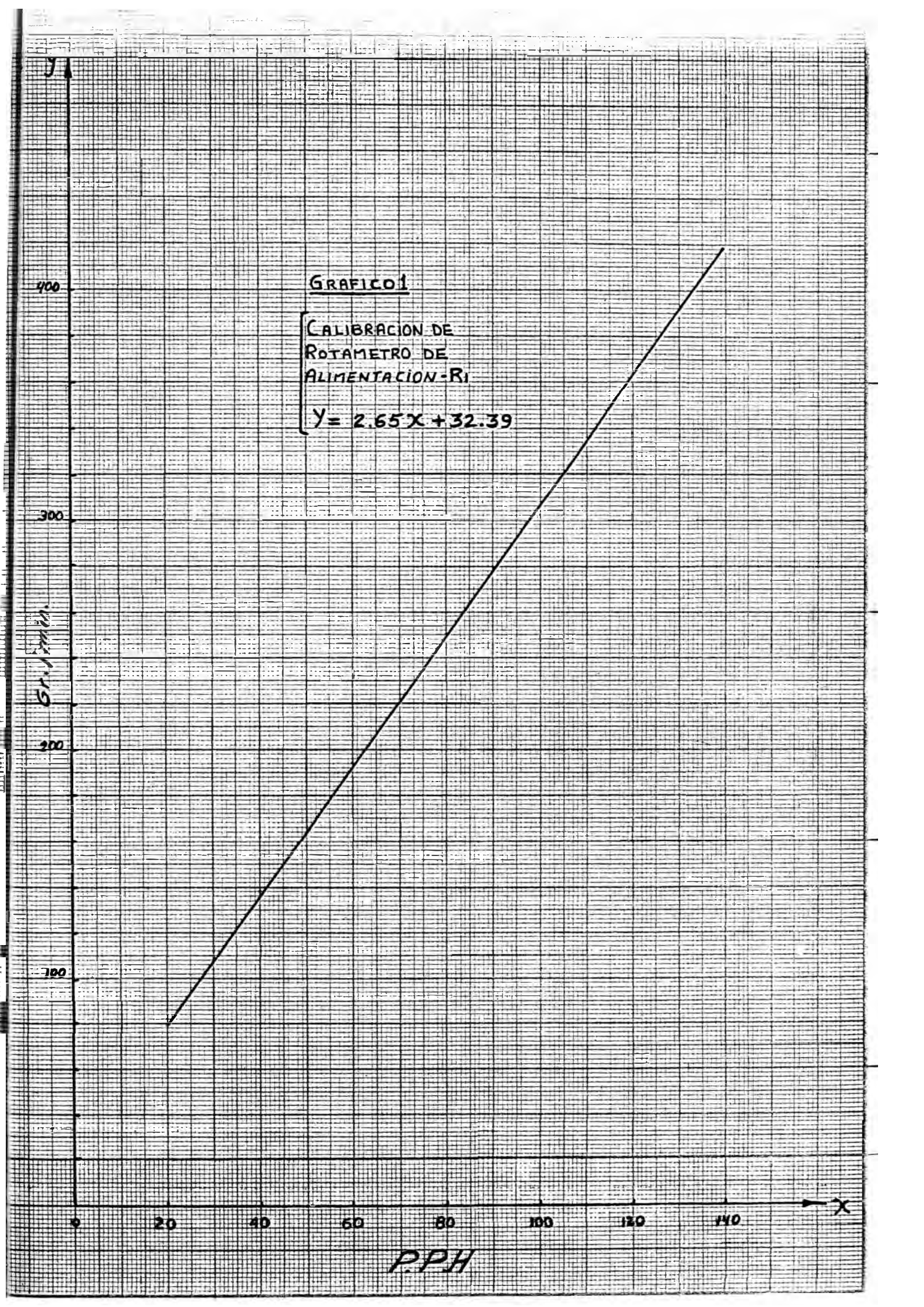
100

120

140

X

P.P.H



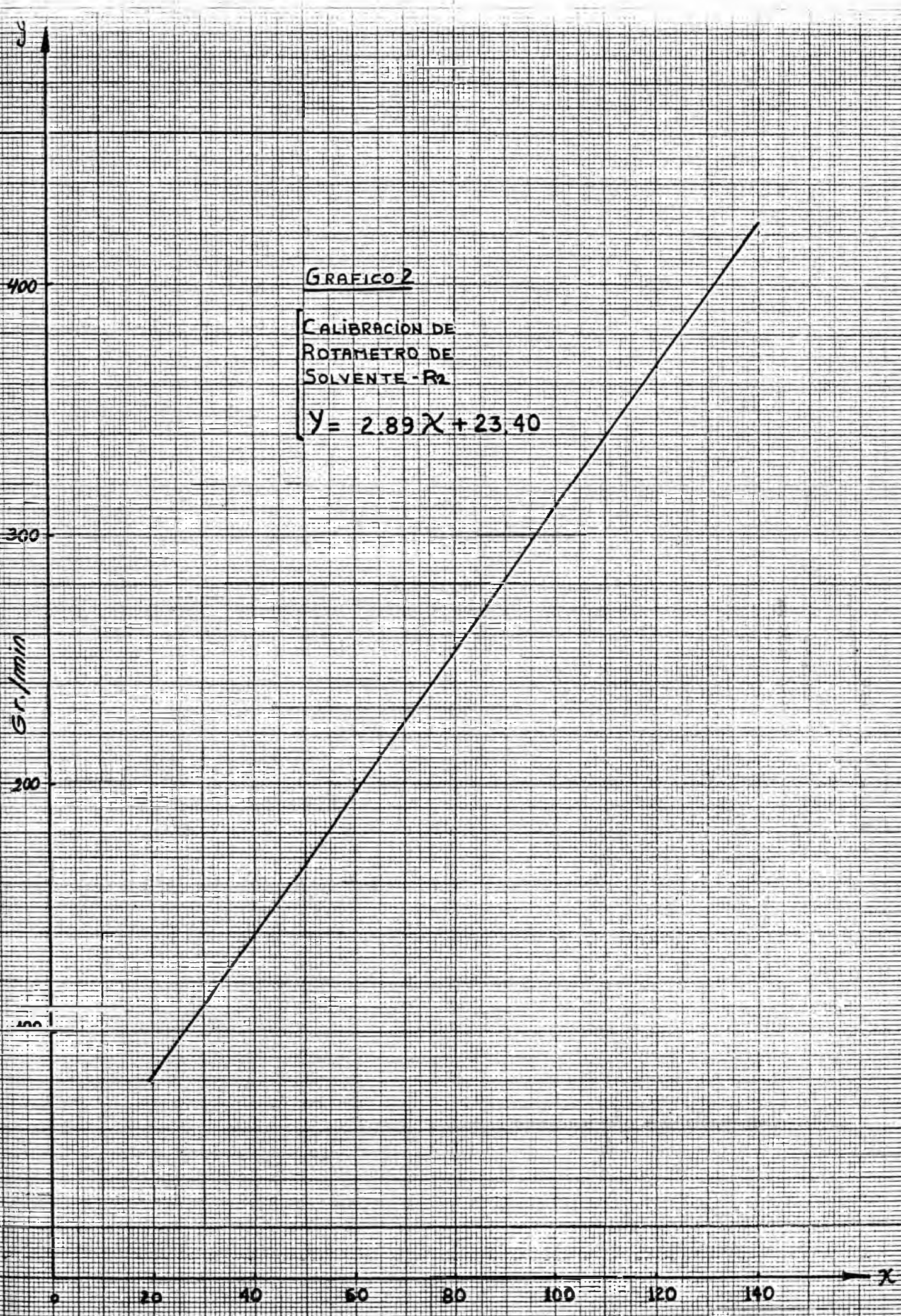


GRAFICO 2

CALIBRACION DE
ROTAMETRO DE
SOLVENTE - R2

$$Y = 2.89X + 23.40$$

P.P.H

TABLA VIII.

% en peso de CH_3COOH en la alimentación (Tolueno + Acido Acético) en función de la densidad de la misma.

La densidad debe determinarse cuidadosamente empleando un Picnómetro de 25.cc.

d(gr/cc)	% peso
0.8557	0.0000
0.8561	0.2465
0.8565	0.4959
0.8567	1.0319
0.8594	2.0124
0.8605	4.0037
0.8618	5.9796
0.8682	8.0460

Ver Gráfico 30.

A N E X O 3

PROCESAMIENTO DE DATOS EXPERIMENTALES

3.1. CALCULO DE X_R

Empleamos la ecuación (III.13) del capítulo III.

$$FX_F = RX_R + EY_E$$

de donde:

$$X_R = \frac{FX_F - EY_E}{R}$$

pero $R = F$ y $E = S$ (se asume que no hay cambio de volumen en la columna), quedando la relación:

$$X_R = \frac{FX_F - SY_E}{F}$$

los valores de F , X_F , S , y Y_E son tomados de la Tabla III (Cap. VI), para cada corrida.

Ejemplo:

Corrida N° 1

$$X_R = \frac{79(0.06) - 78.75(0.0558)}{79}$$

$$X_R = 0.0044 \text{ gr HAc/gr refinado.}$$

- Para el resto de las corridas se repite el mismo procedimiento empleando en cada una los datos correspondientes de F , S , X_F y Y_E .

Los resultados se ven en la Tabla IV.

3.2. CALCULO DEL N_{toR}:

De acuerdo a la ecuación (III.3) del Cap. III.

$$N_{toR} = \frac{\ln \frac{X_F - Y_s/m}{X_R - Y_s/m} \cdot \frac{1-R}{mE} + \frac{R}{mE}}{(1 - R/mE)}$$

pero:

$$Y_s = 0$$

$$R = F$$

$$E = S$$

$$m = \text{pendiente de la línea de equilibrio} = 7.78$$

luego la ecuación se reduce a:

$$N_{\text{toR}} = \frac{\ln \frac{X_F}{X_R} \cdot \frac{1-F}{mS} + \frac{F}{mS}}{(1 - F/mS)}$$

Para resolver la ecuación empleamos los valores calculados de X_R , y los de F , S , y X_F de la Tabla III para cada corrida.

Ejemplo:

Corrida N° 1

$$N_{\text{toR}} = \frac{\ln \frac{0.06}{0.0044} \cdot \frac{1 - \frac{79}{7.78 \times 78.75}}{7.78} + \frac{79}{7.78 \times 78.75}}{1 - 79 / (7.78)(78.75)}$$

$$N_{\text{toR}} = 2.8534$$

- Para las otras corridas se sigue el mismo procedimiento empleando los valores correspondientes de X_R , X_F , F y S .

En la Tabla IV se muestran los resultados de los cálculos para cada corrida.

3.3. CALCULO DE E_1 y E_2

Las dos eficiencias se relacionan al número de platos de la columna.

- Así para E_1 tenemos que:

$$E_1 = \frac{N_p}{N_{\text{reales}}} \times 100 \text{ donde: } N_p : \text{Número de platos ,}$$

determinando gráficamente.

N_{real} : Número de platos ,
de la columna = 10 -
(Ver descripción -
de la columna item
IV.2).

Los valores de N_p se toman de la tabla IV para cada corrida.

Ejemplo:

Corrida N° 1

$$E_1 = \frac{1.21}{10} \times 100 = 12.1 \%$$

El mismo procedimiento se sigue con todas las corridas.

- Para E_2 se utiliza,

$$E_2 = \frac{N_{\text{toR}}}{N_{\text{reales}}} \times 100$$

DONDE N_{toR} : número teórico de platos.

N_{reales} : Número de platos reales en la-
columna = 10.

Los valores N_{toR} son tomados de la tabla IV para cada corrida, así para:

Corrida N° 1

$$E_2 = \frac{2.8534}{10} \times 100 = 28.534 \%$$

igual se procede con las otras corridas.

Los resultados para ambas eficiencias se anotan en la Tabla V.

3.4. CALCULO DE HETS.

Se utiliza la relación (3.8) del Capitulo III.

$$HETS = \frac{Z}{N_p}$$

donde: Z : altura neta de la columna = 118 cm. (Ver Capitulo IV, item 4.2)

N_p : número de platos prácticos, determinados gráficamente.

tomando los valores de la Tabla IV para N_p , se efectúan los cálculos respectivos. Así para la corrida N° 1 se tiene:

$$HETS = \frac{118}{1.21} = 97.52 \text{ cm.}$$

del mismo modo se opera para las otras corridas y los resultados se observan en la Tabla V.

3.5. CALCULO DE HTU.

Se utilizan la relación siguiente:

$$HTU = HTU_{OR} + HTU_{OE} \text{ (Ecuación 3.7) del Capitulo III}$$

pero:

$$HTU_{OR} = \frac{(m/a - 1) (Z/N_{toR})}{\ln (m/a)} \quad (\text{Ecuación 3.5) del Cap. III.}$$

y,

$$HTU_{OE} = (a/m) (HTU_{OR}) \quad (\text{Ecuación 3.6) del Cap. III.}$$

Los valores de a y N_{toR} son tomados de las Tablas IV y VI, para cada corrida.

Los valores de Z y m son constantes para todas las corridas y son:

$$Z = 118 \text{ cm.}$$

$$m = 7.78 \quad (\text{pendiente de la línea de equilibrio}).$$

Resolvamos para la corrida N° 1

$$a.- HTU_{OR} = \frac{\frac{7.78}{1.0035} - 1 (118/2.8534)}{\ln(7.78/1.0035)} = 136.35 \text{ cm.}$$

$$b.- HTU_{OE} = \frac{1.0035}{7.78} (136.35) = 17.59 \text{ cm.}$$

c.- luego:

$$HTU = HTU_{OR} + HTU_{OE} = 136.35 + 17.59$$

$$HTU = 153.94 \text{ cm.}$$

Del mismo modo se procede para cada corrida. Los valores calculados se muestran luego en la Tabla V.

A N E X O 4

GRAFICOS Y PLANOS.

CORRIDA 2

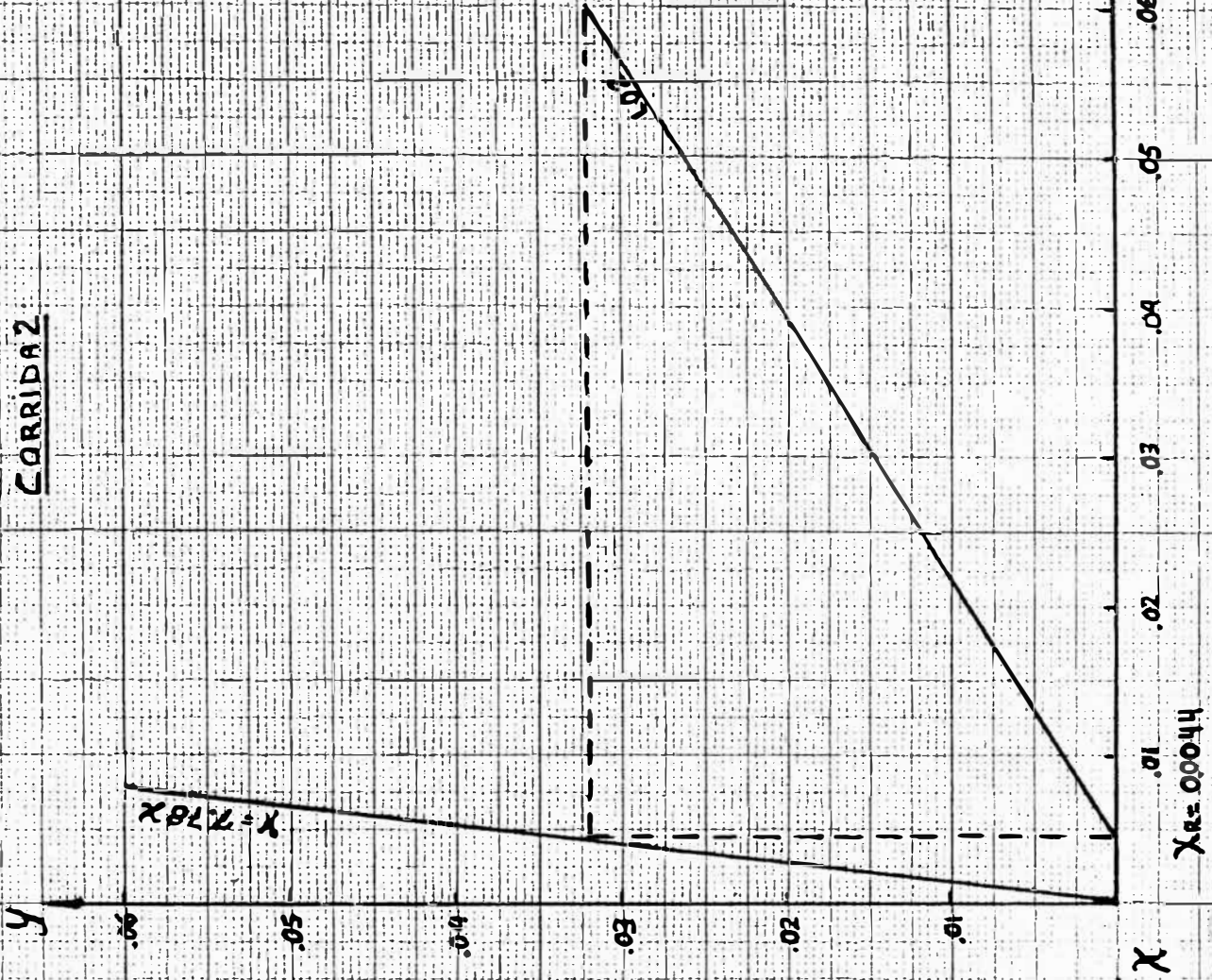


GRAFICO 4

CORRIDA 1

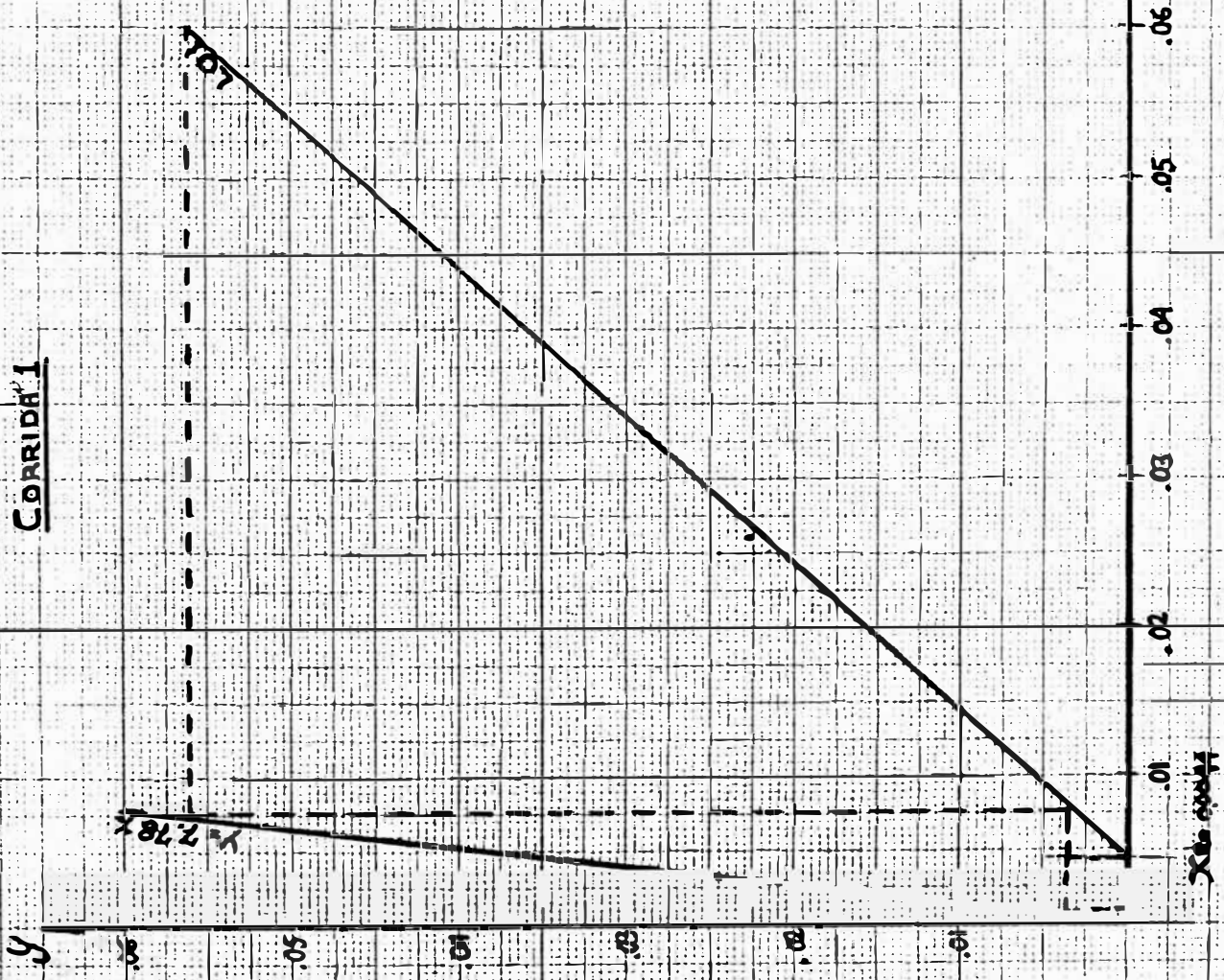


GRAFICO 3

CORRIDA 3

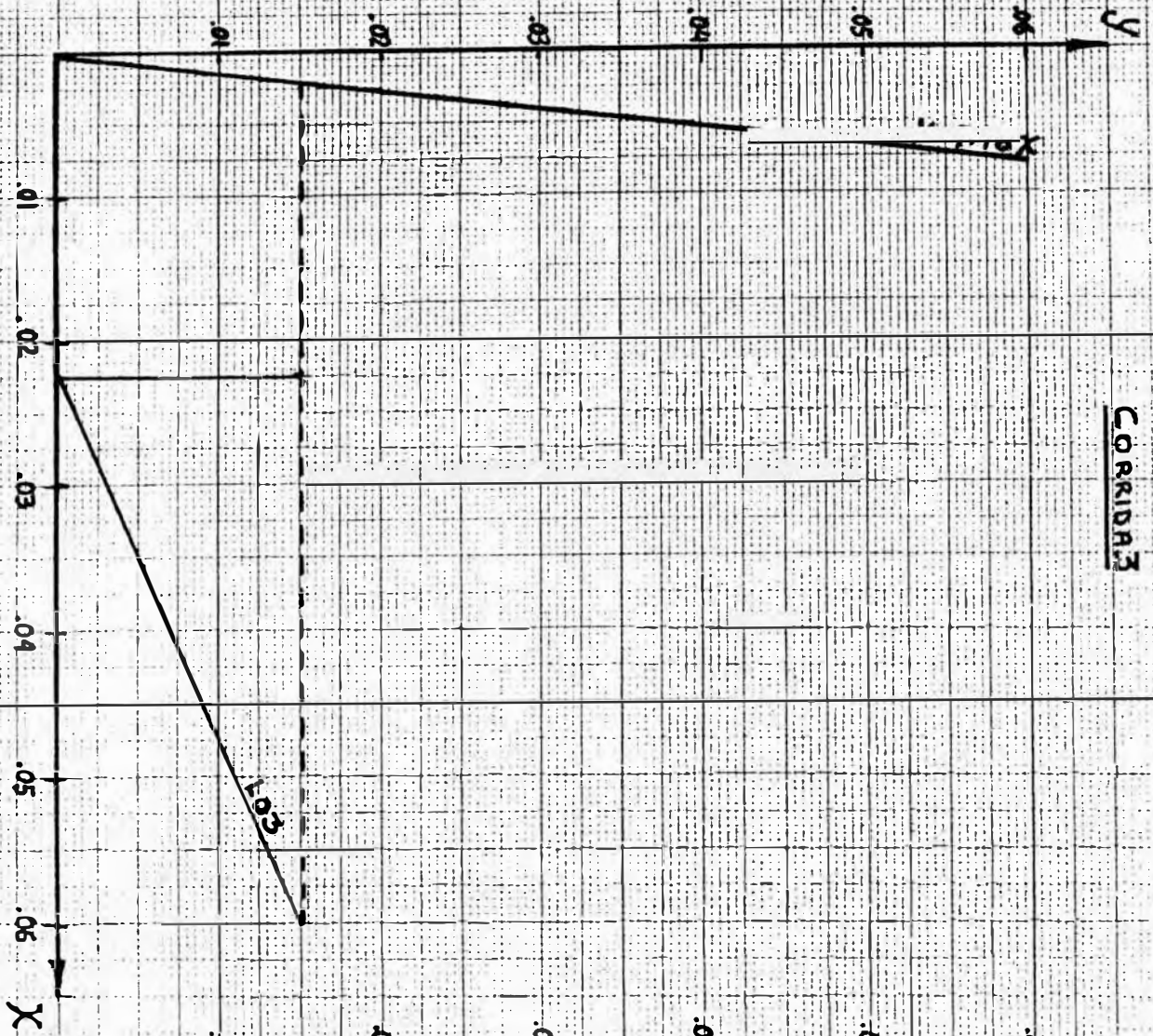


GRAFICO 5

CORRIDA 4

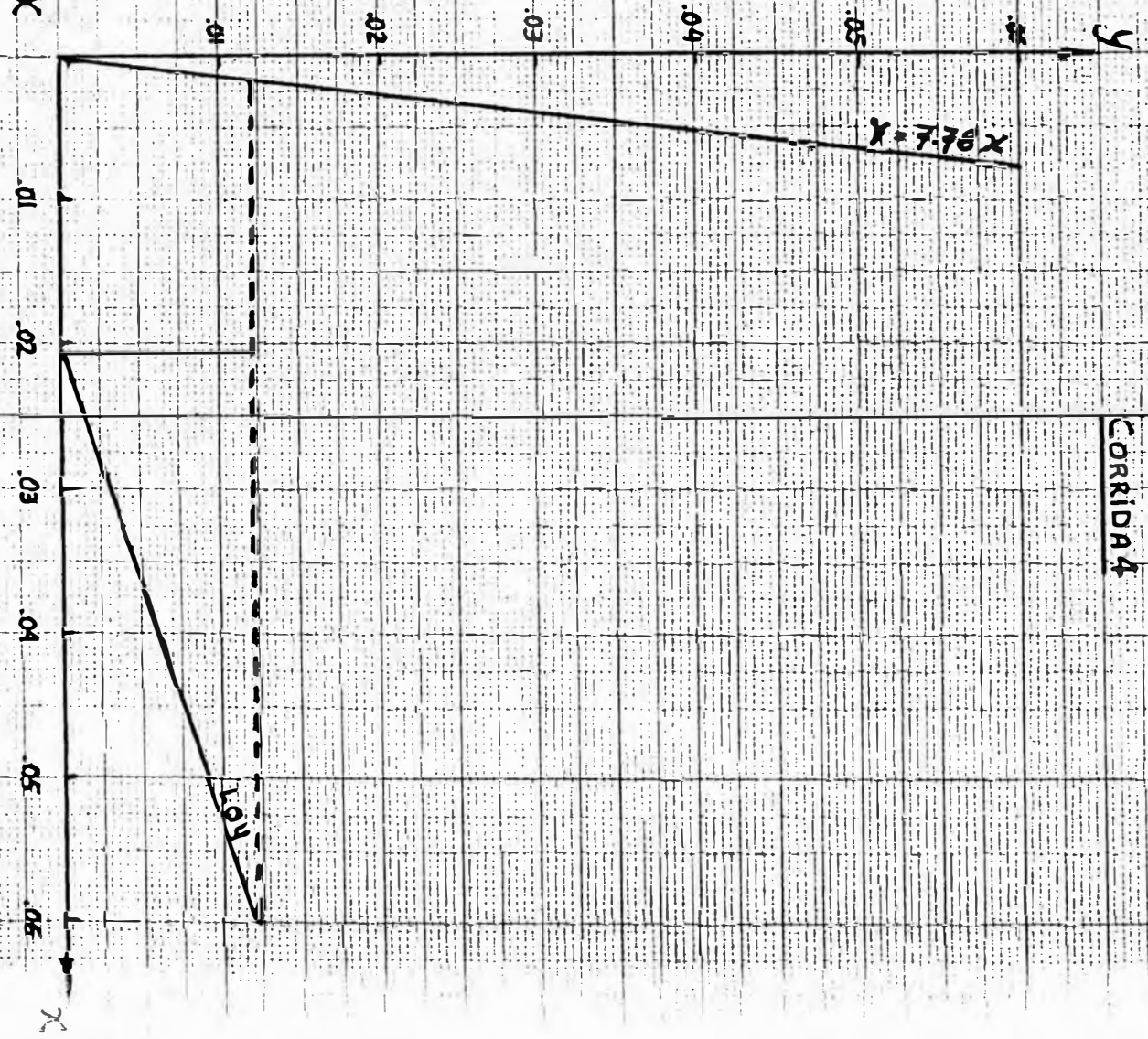


GRAFICO 5

CORRIDA 5

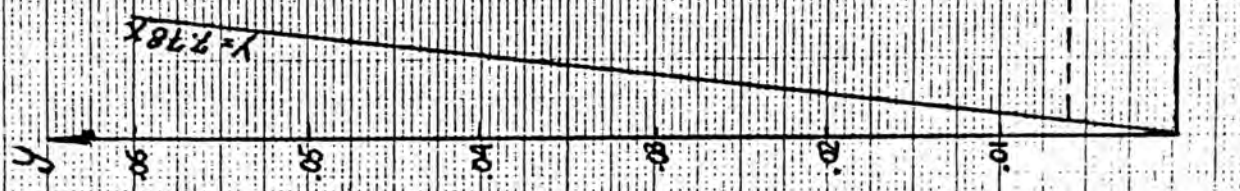


GRAFICO 7

CORRIDA 6

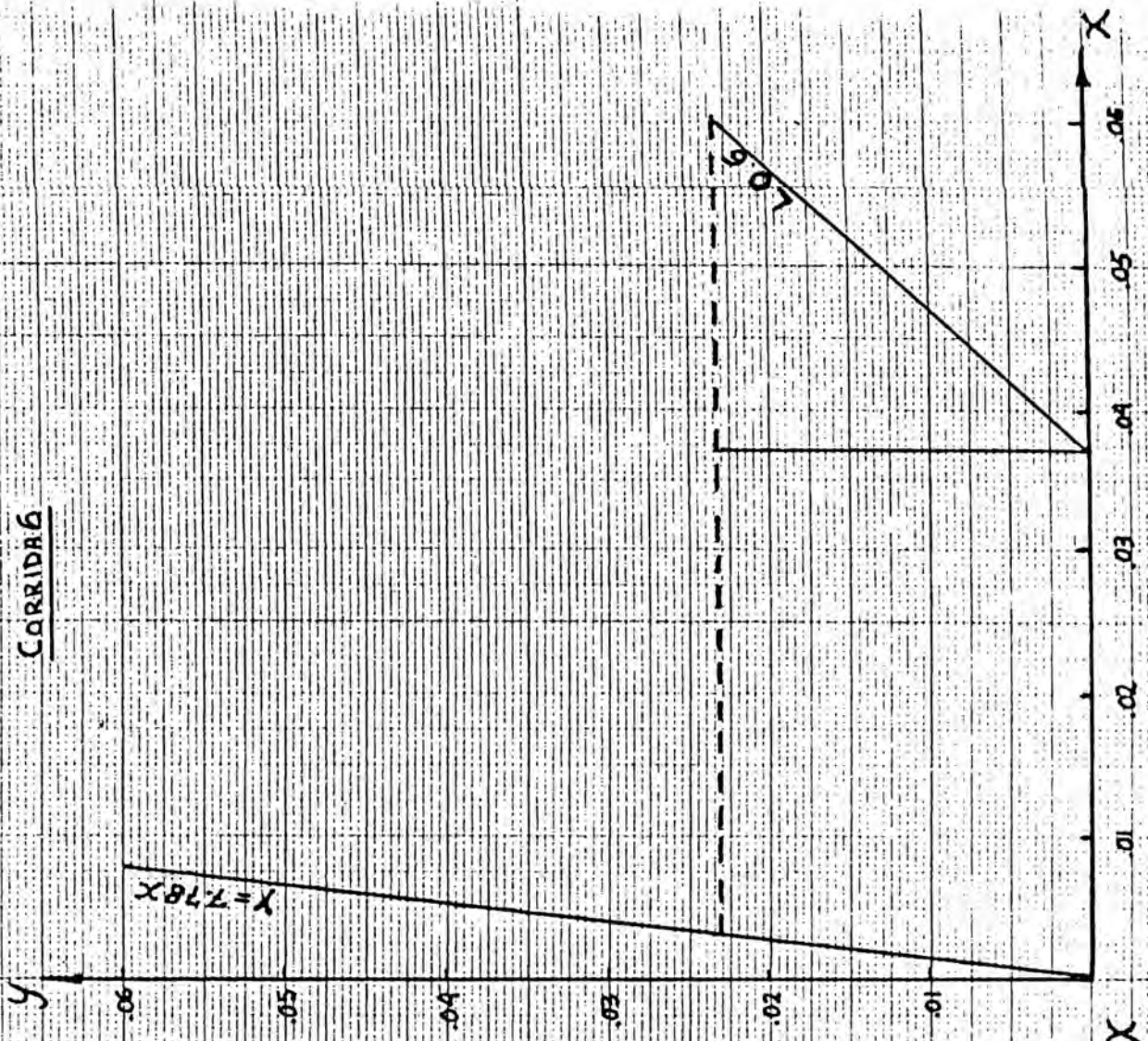


GRAFICO 8

CORRIDA 8

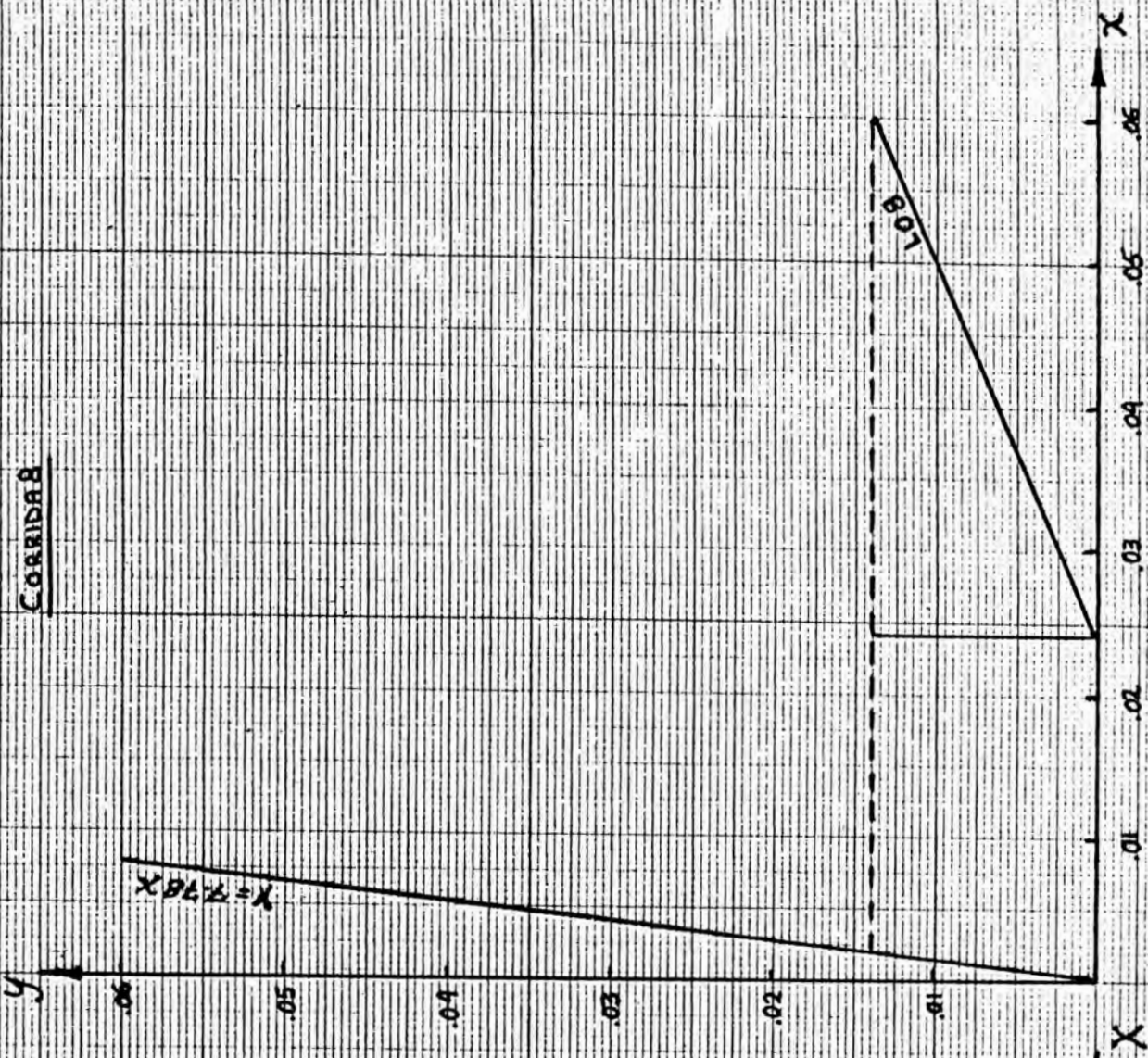


GRAFICO 10

CORRIDA 7

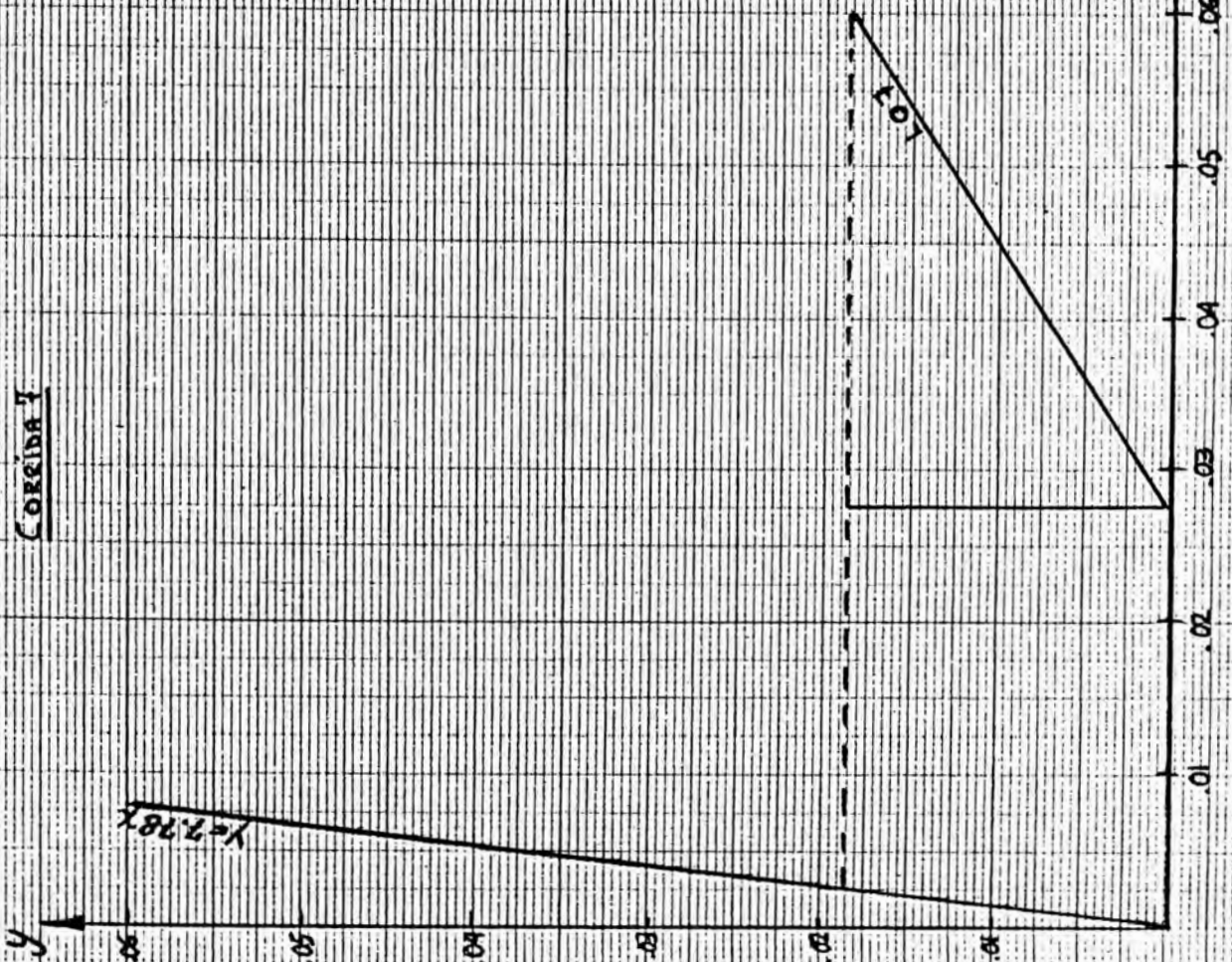


GRAFICO 9

CORRIDA 10

y

$$y = 7.28x$$



x

CORRIDA 9

y

$$y = 9.28x$$



x

GRAFICO 12

GRAFICO 11

COORDADA 12

y

$$y = 7.78x$$

.06
.05
.04
.03
.02
.01



GRAFICO 14

COORDADA 13

y

$$y = 7.78x$$

.06
.05
.04
.03
.02
.01

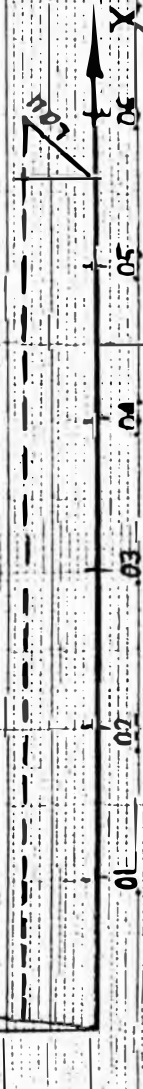
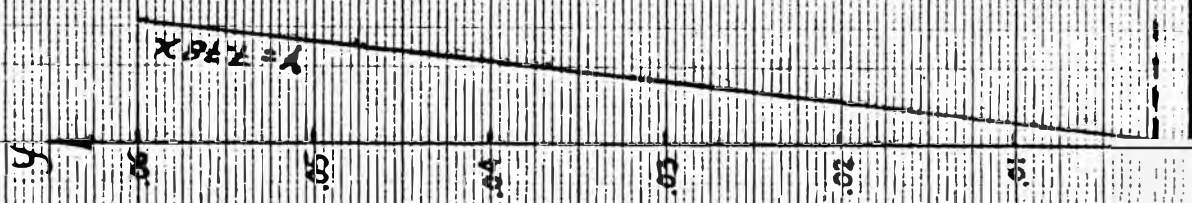


GRAFICO 13

CORRIDA 1



CORRIDA 2

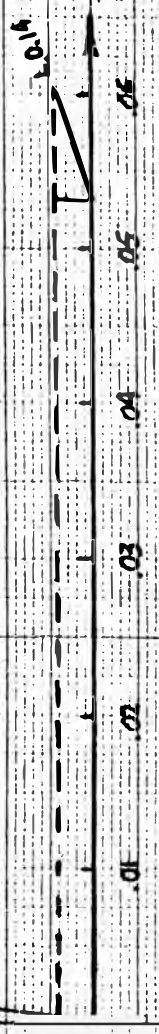


GRAFICO 16

GRAFICO 15

GRABIDA 15

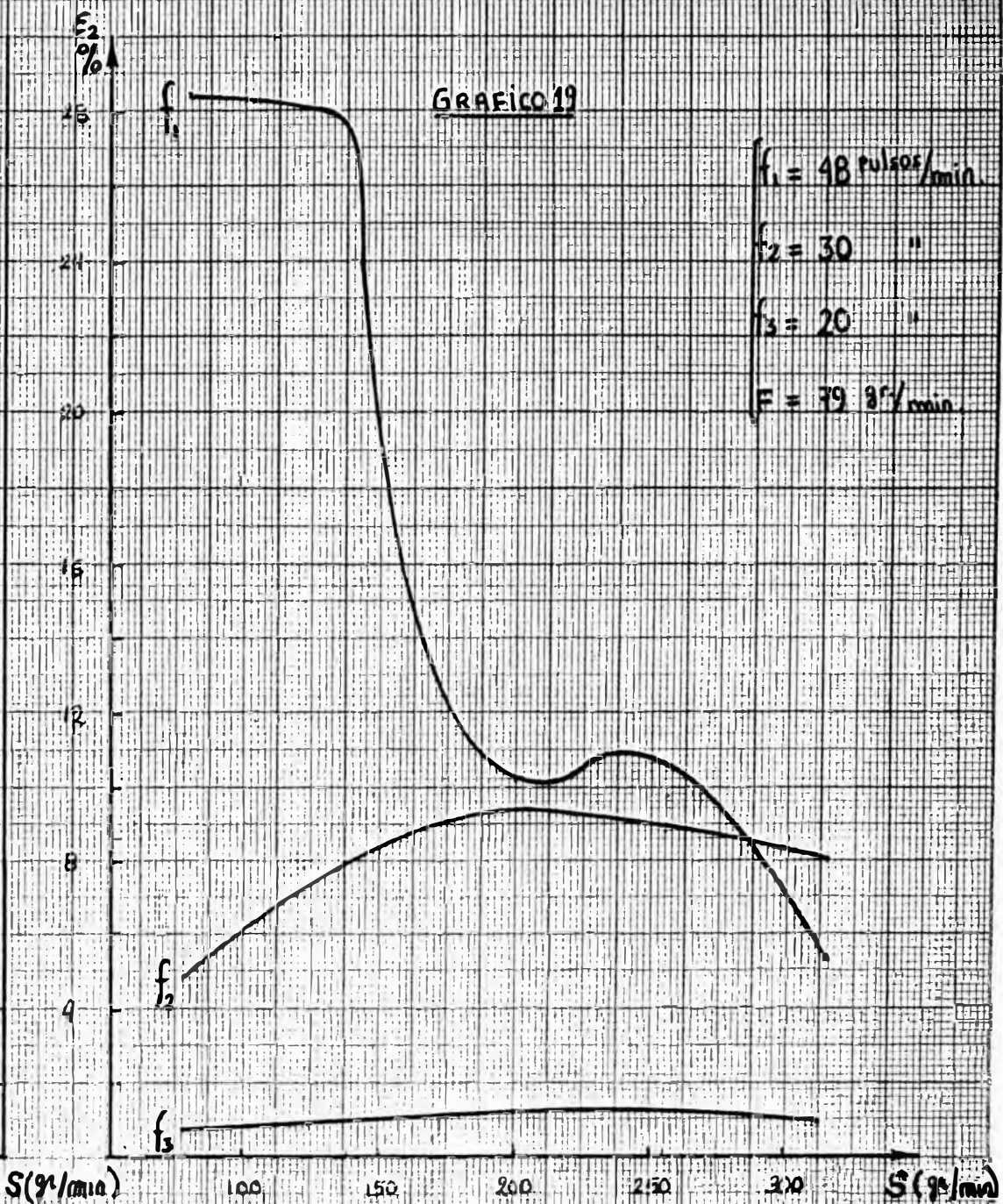
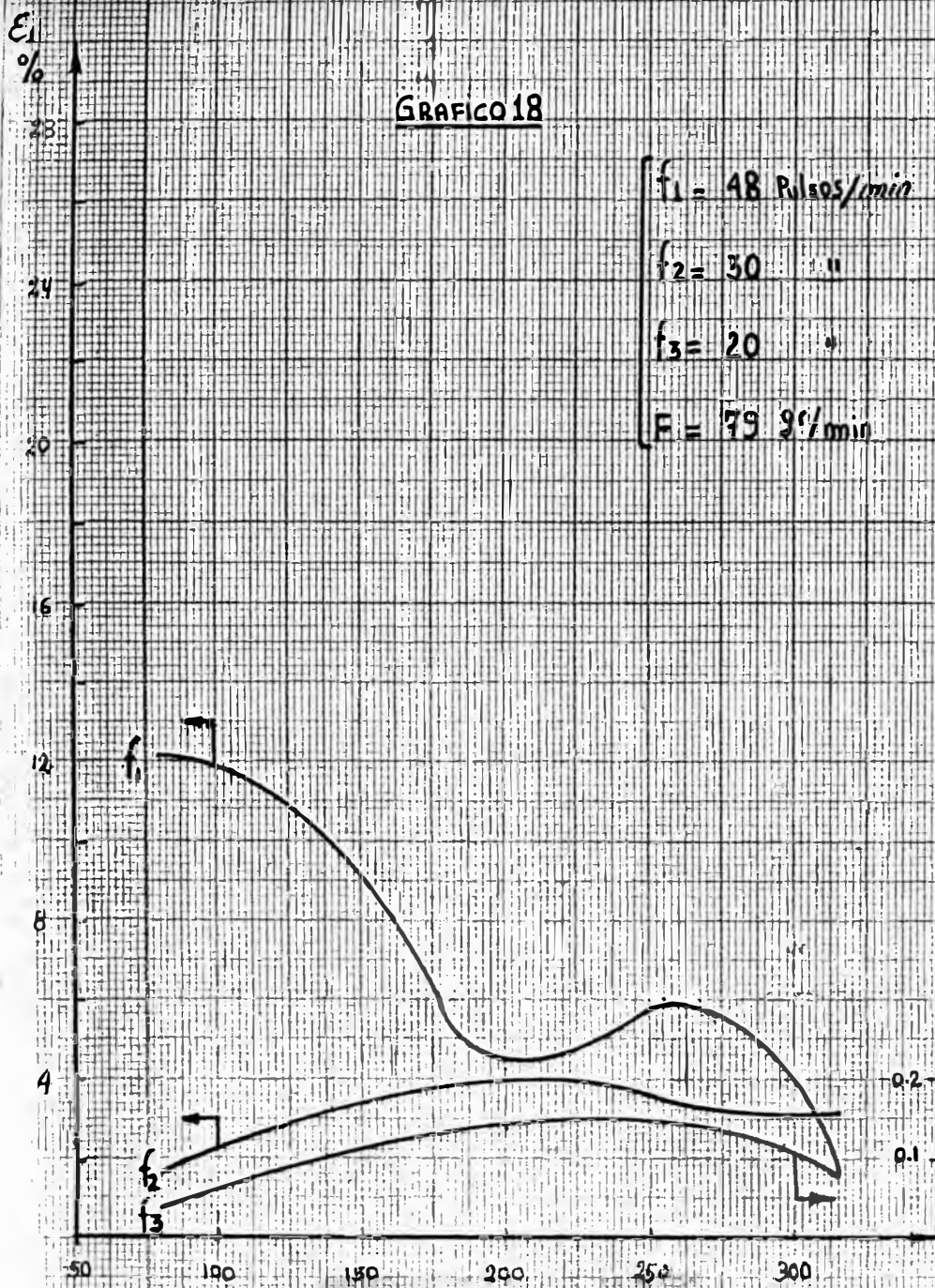


GRABIDA 16



GRABICO 17





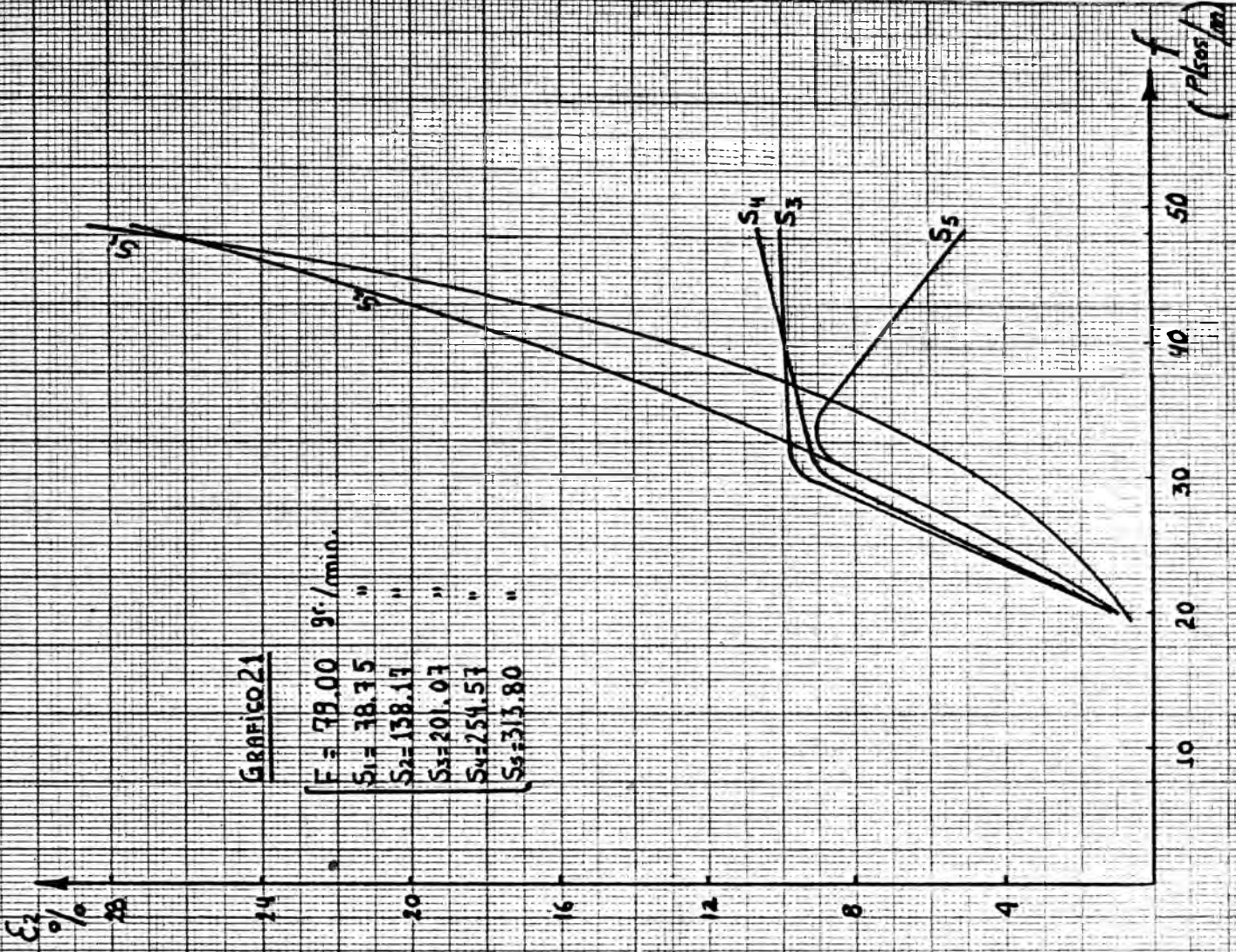
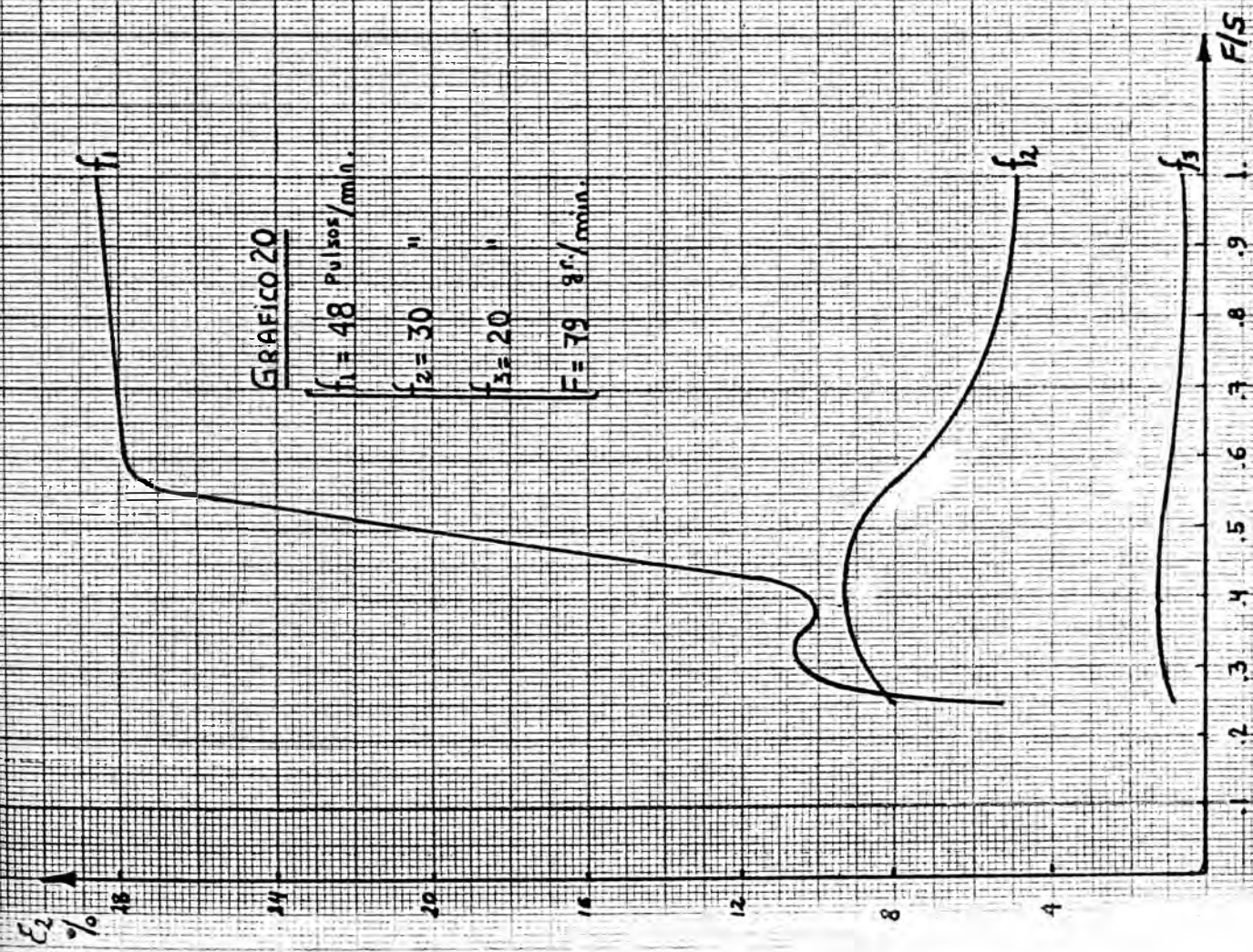


GRAFICO 22

$f_1 = 48$ Pulsos/min.
 $f_2 = 30$ "
 $f_3 = 20$ "
 $F = 79$ 80°/min

H.E.T.S. (cm)

1000

500

500

200

100

S (90°/min)

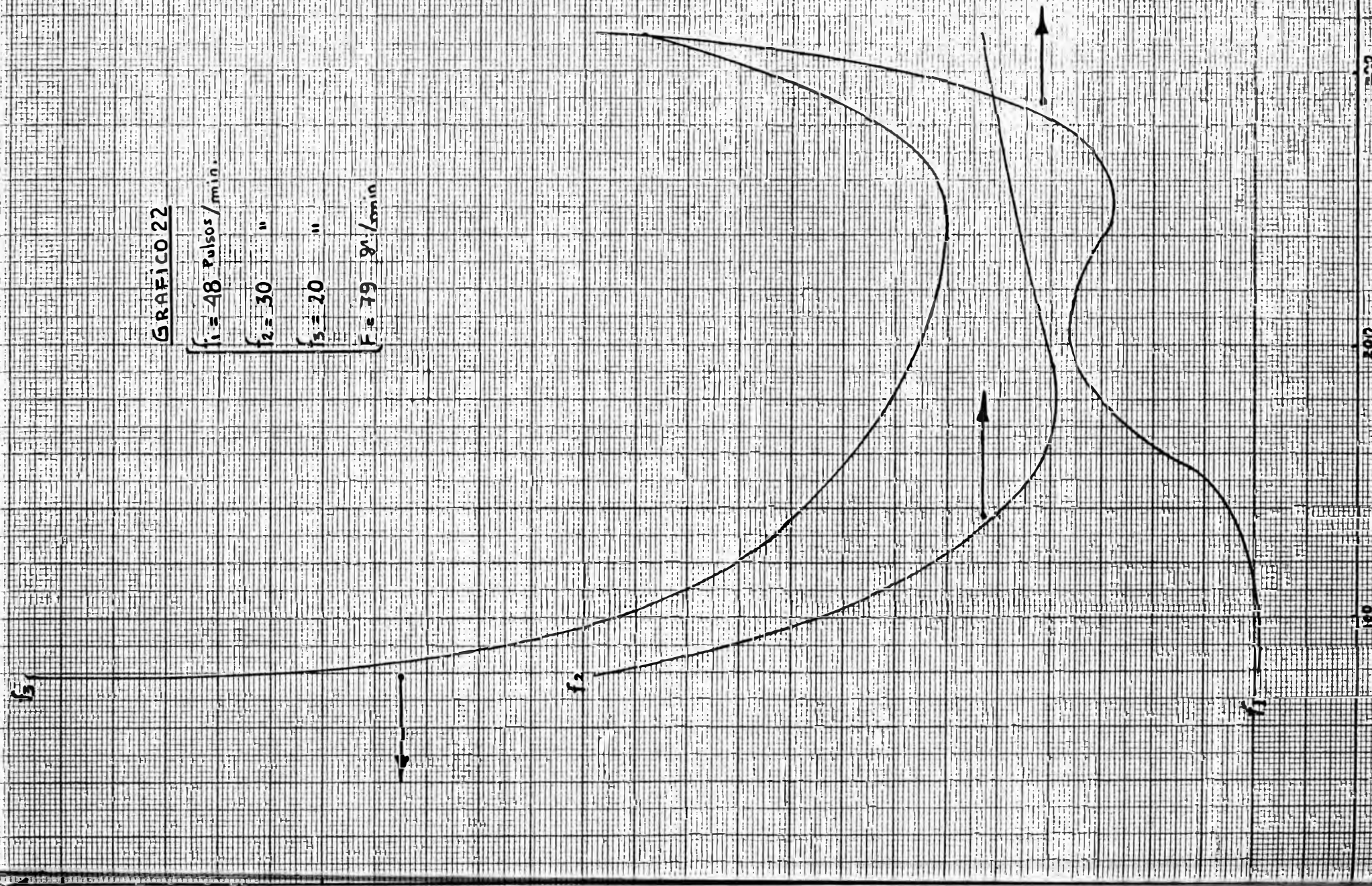


GRAFICO 23

$f_1 = 48$ pulsos/min
 $f_2 = 30$ " "
 $f_3 = 20$ " "
 $F = 79.9^\circ/\text{min}$

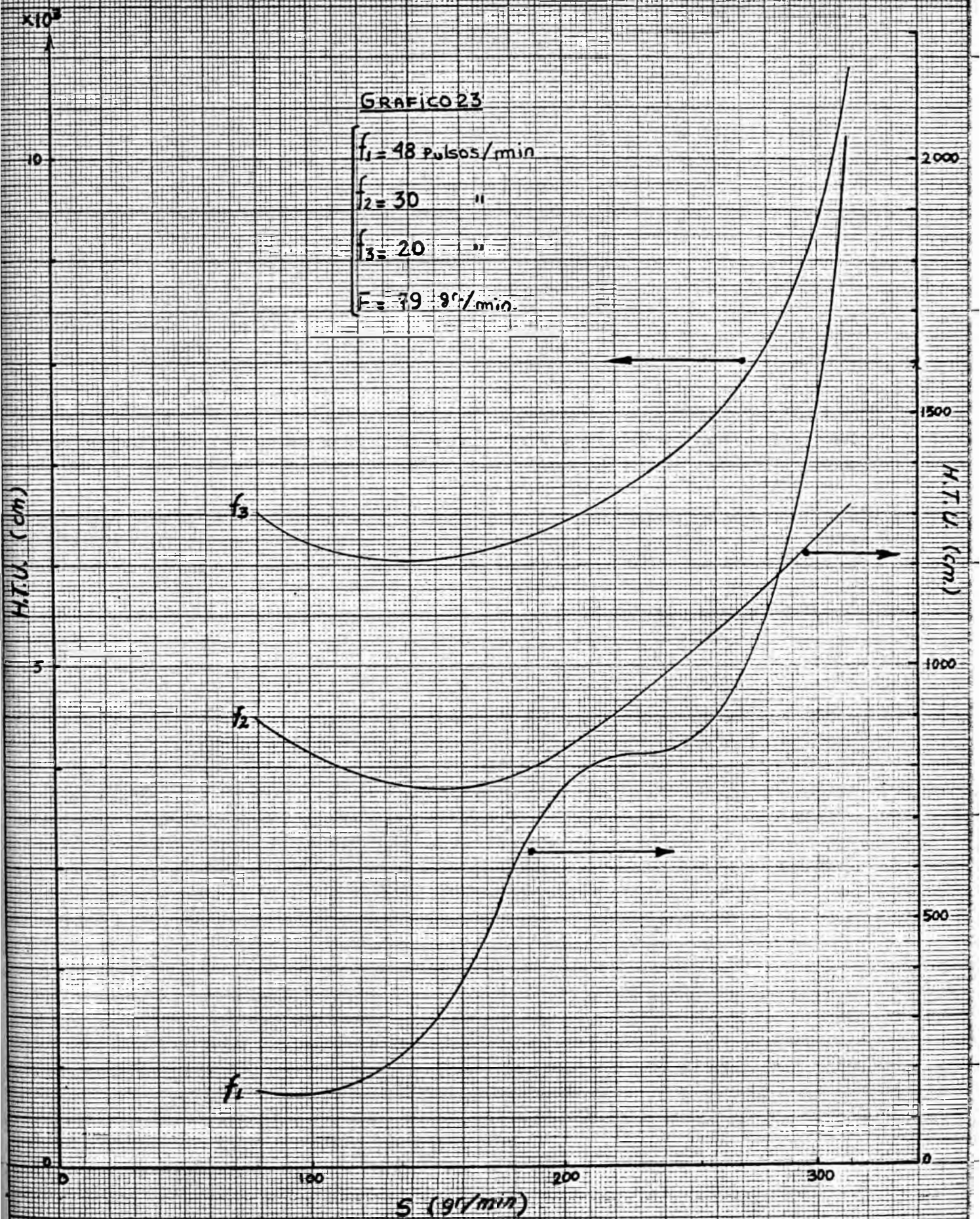


GRAFICO 24

$f_1 = 48$ Pulsos/min.
 $f_2 = 30$ " "
 $f_3 = 20$ " "
 $F = 79$ g.c./min.

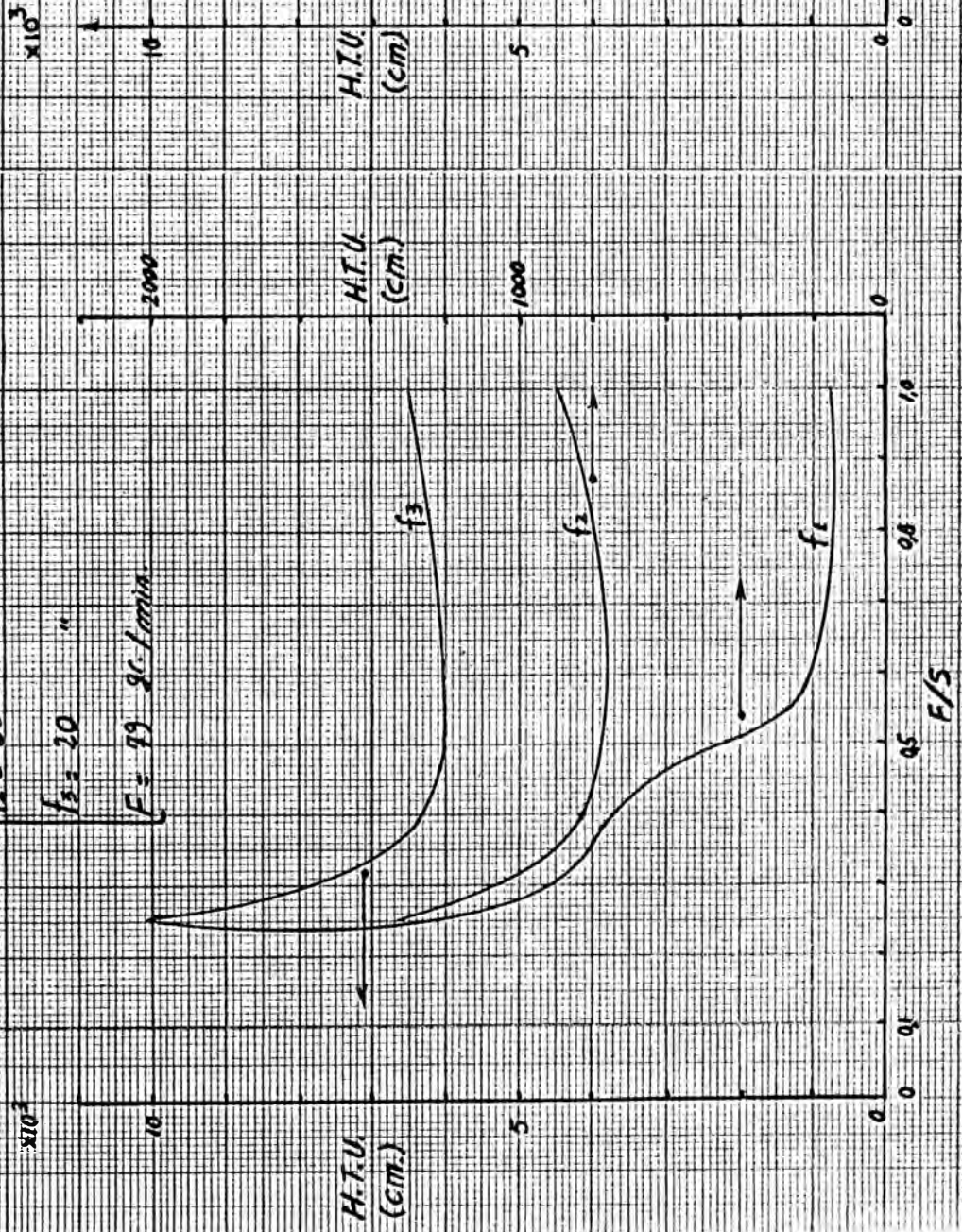
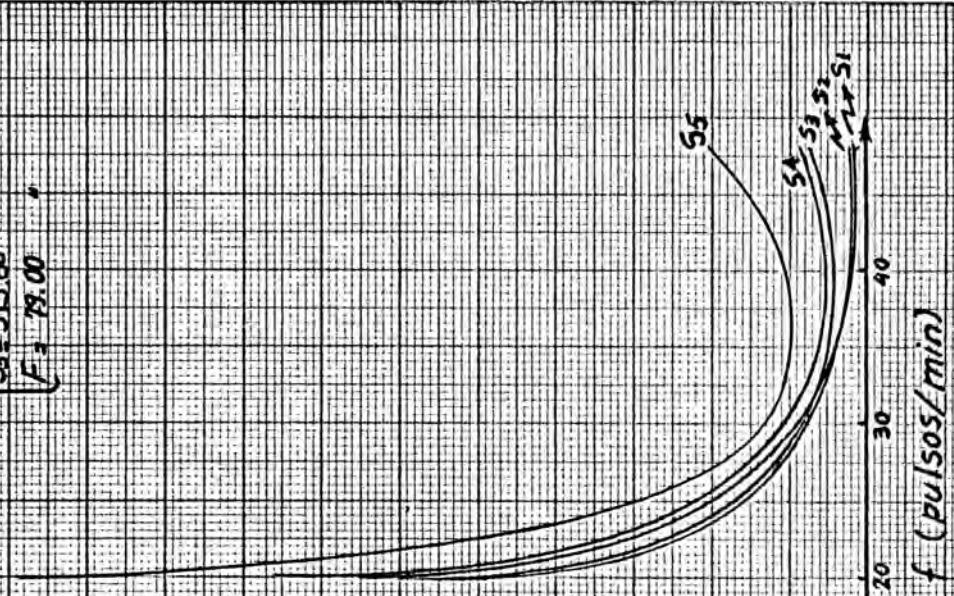


GRAFICO 25

$S_1 = 18.75$ g.c./min.
 $S_2 = 138.17$ "
 $S_3 = 201.07$ "
 $S_4 = 254.57$ "
 $S_5 = 313.80$ "
 $F = 79.00$ "



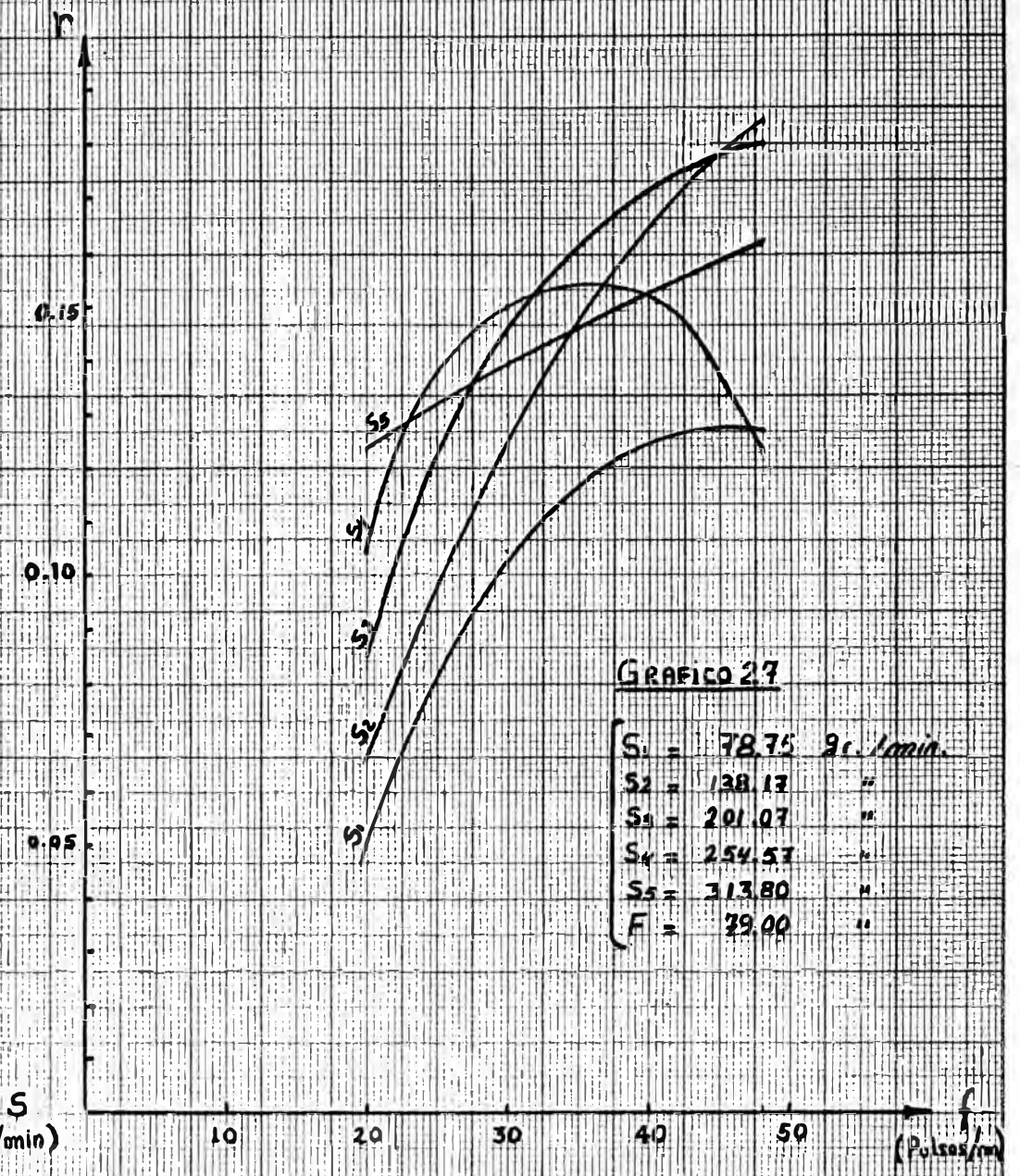
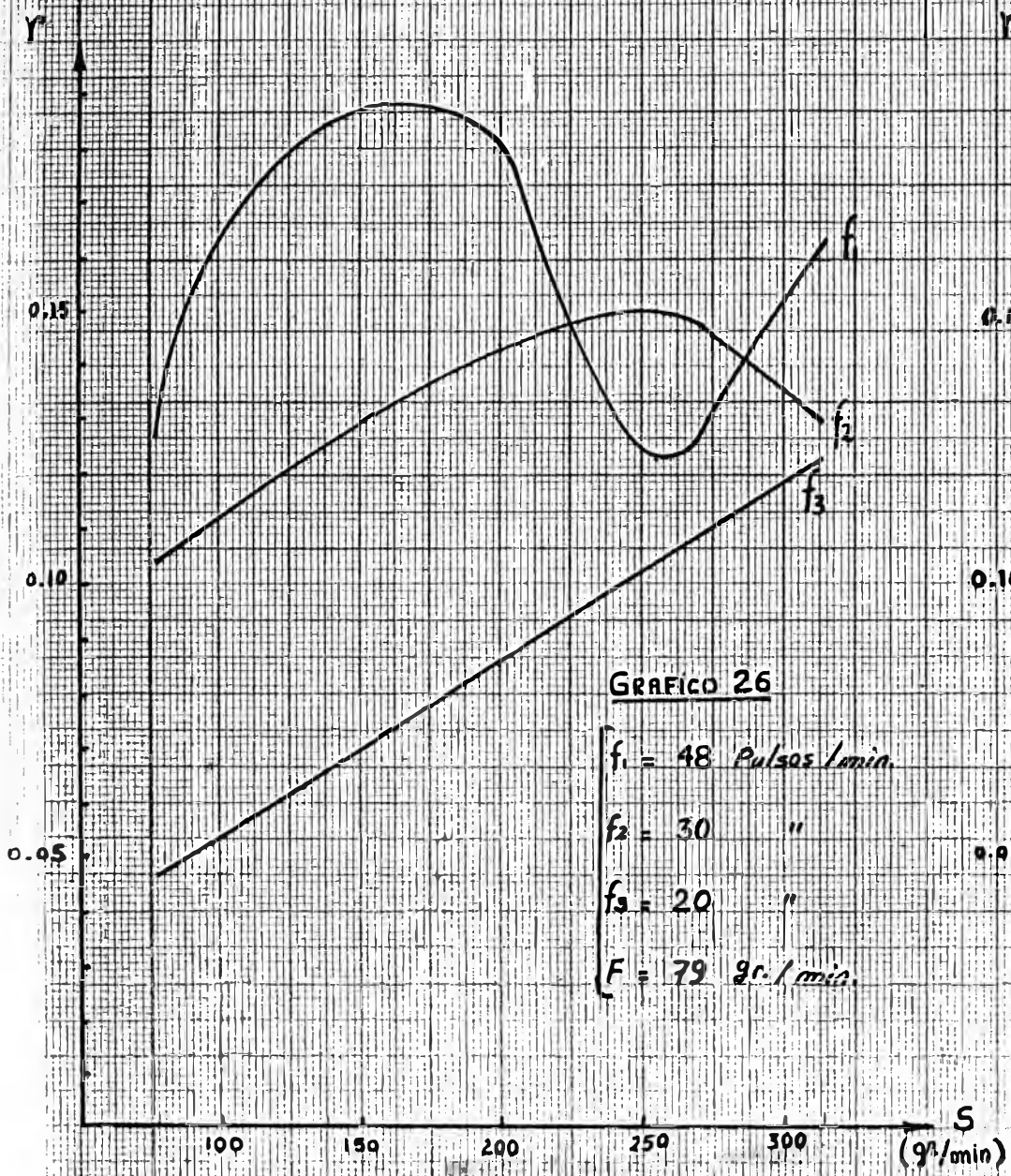


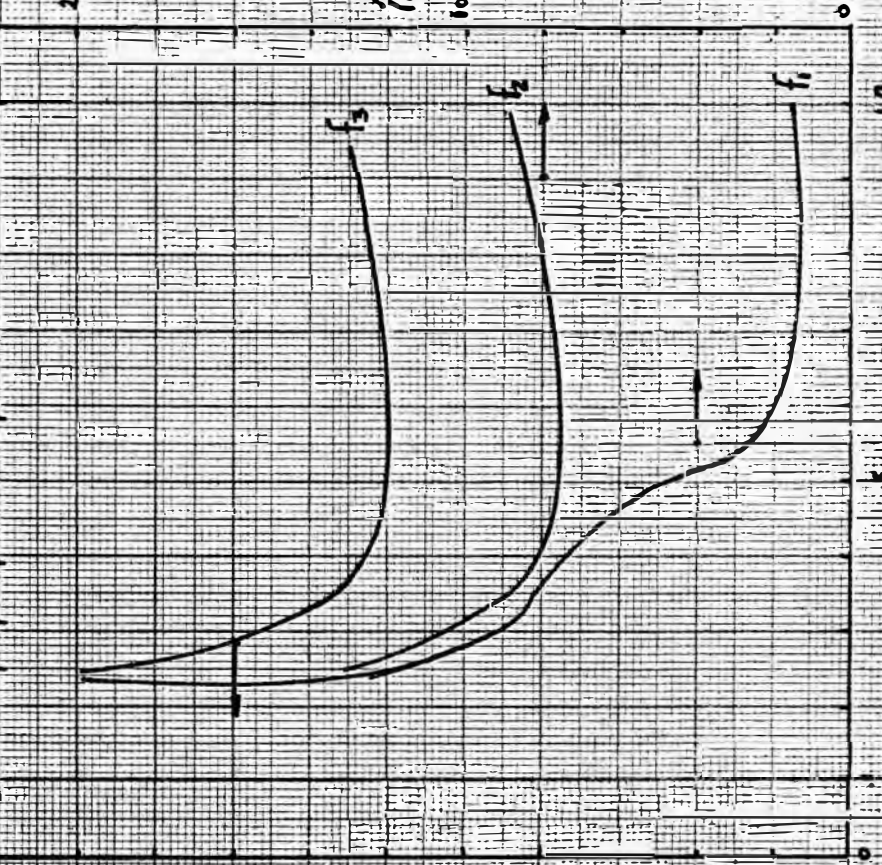
GRAFICO 28

$f_1 = 48$ Pulso/min.
 $f_2 = 30$ "
 $f_3 = 20$ "
 $F = 79$ gr./min.

a/m

0.013 0.036 0.054 0.0735

$\times 10^5$



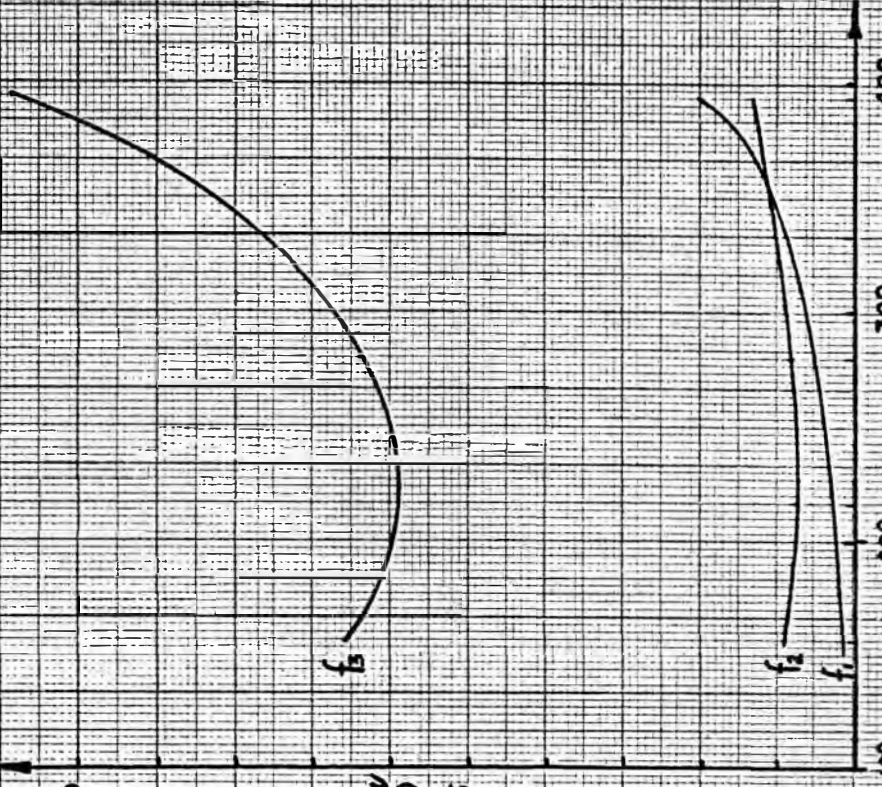
N.T.U.
(C.M.)

F/S

GRAFICO 29

$f_1 = 48$ Pulso/min.
 $f_2 = 30$ "
 $f_3 = 20$ "
 $F = 79$ gr./min.

$\times 10^3$

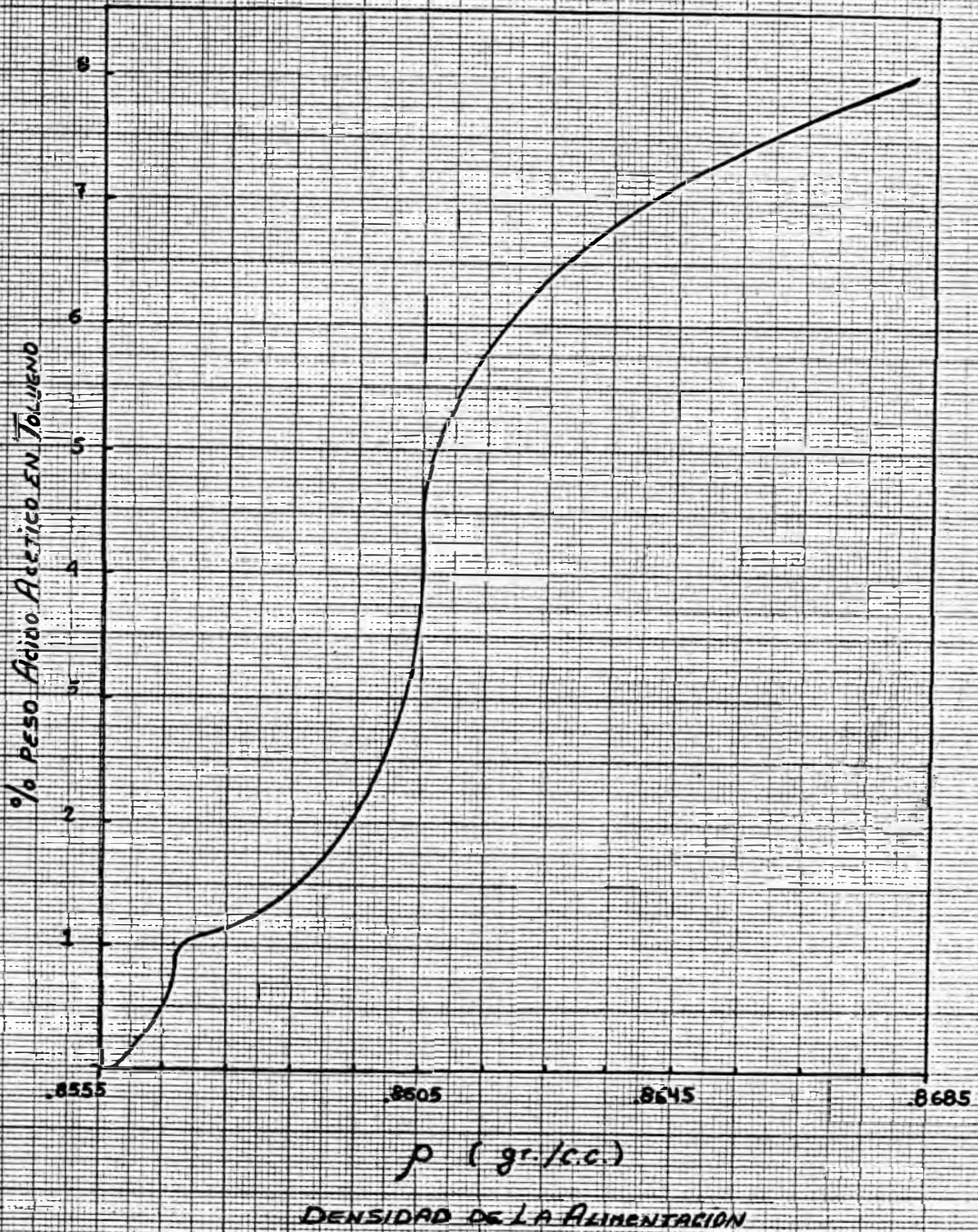


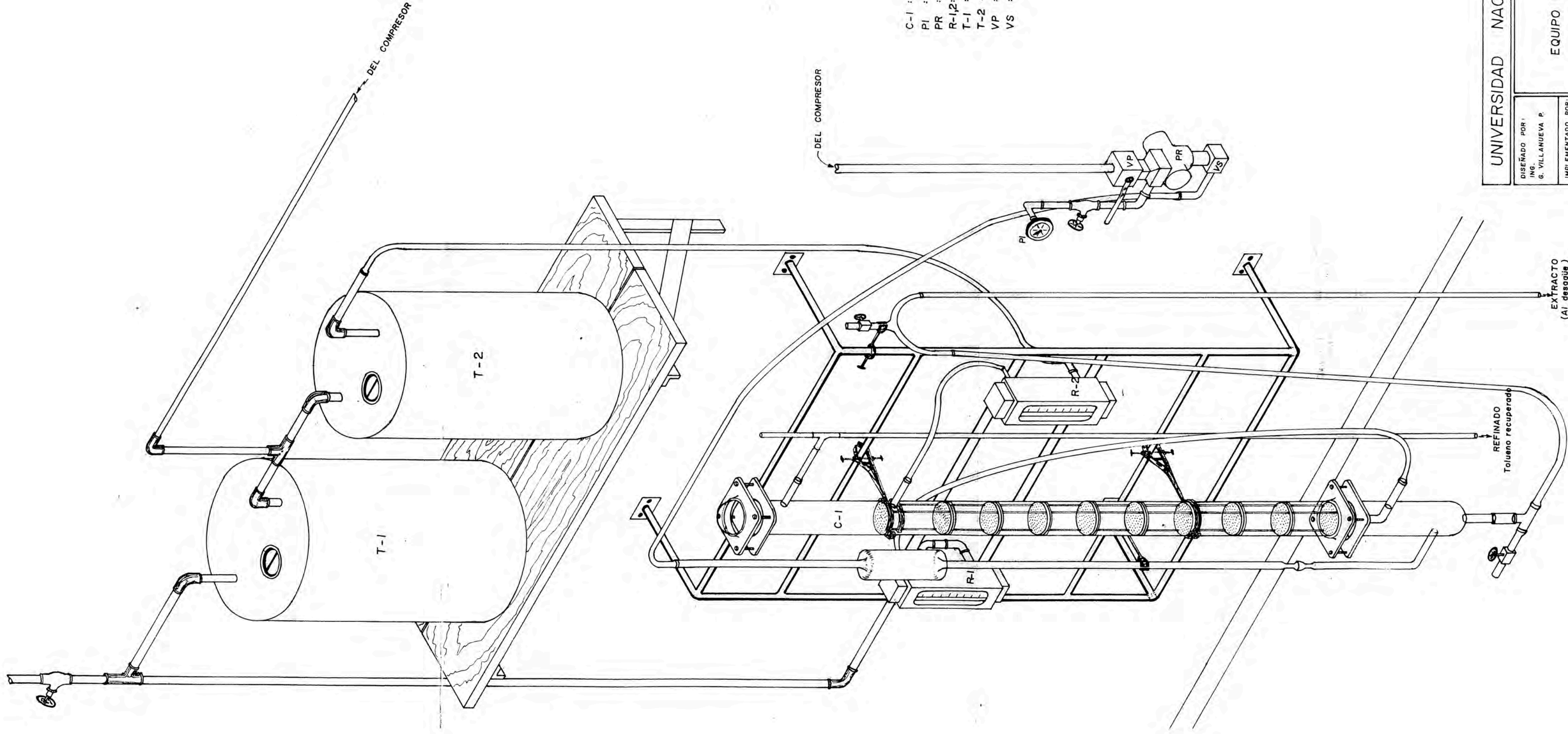
H.T.U.
(C.M.)

(F+S)
gr./min.

GRAFICO 30

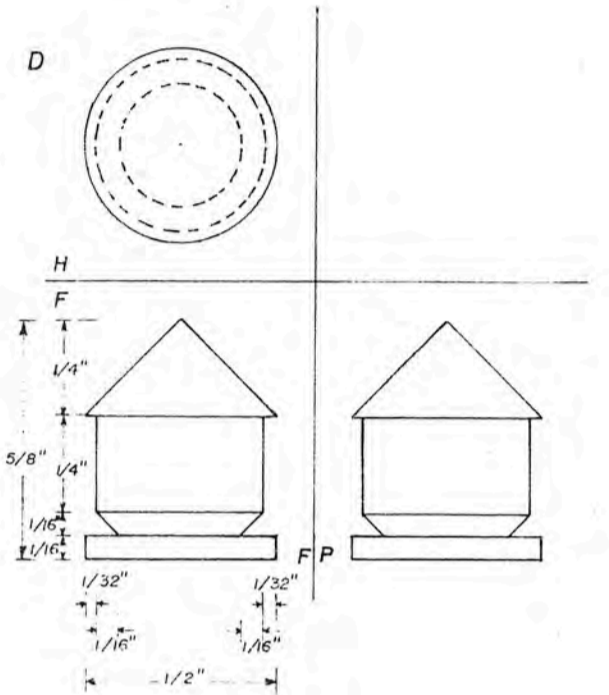
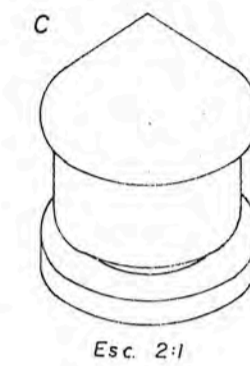
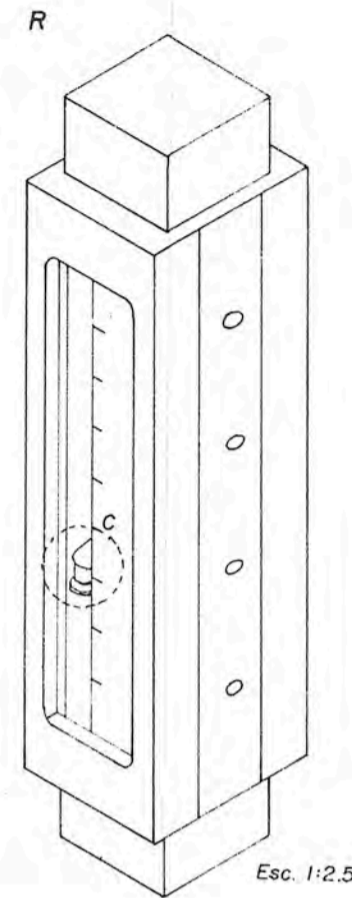
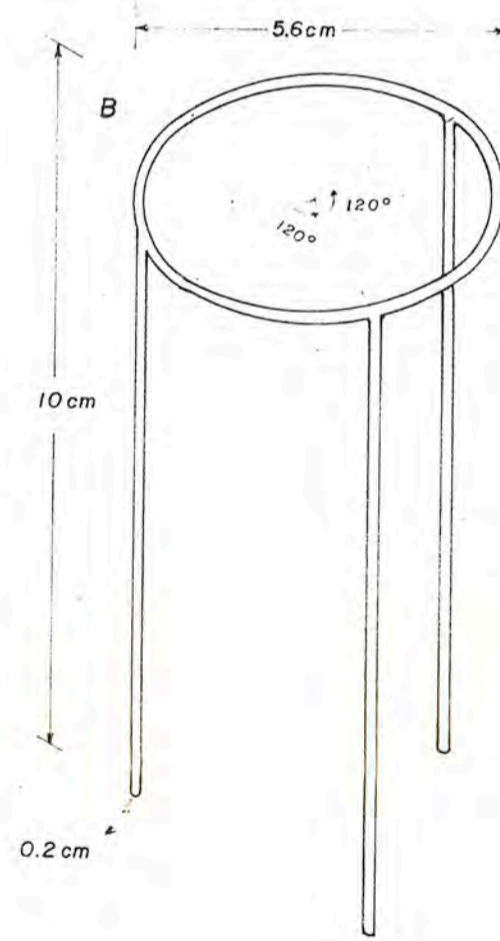
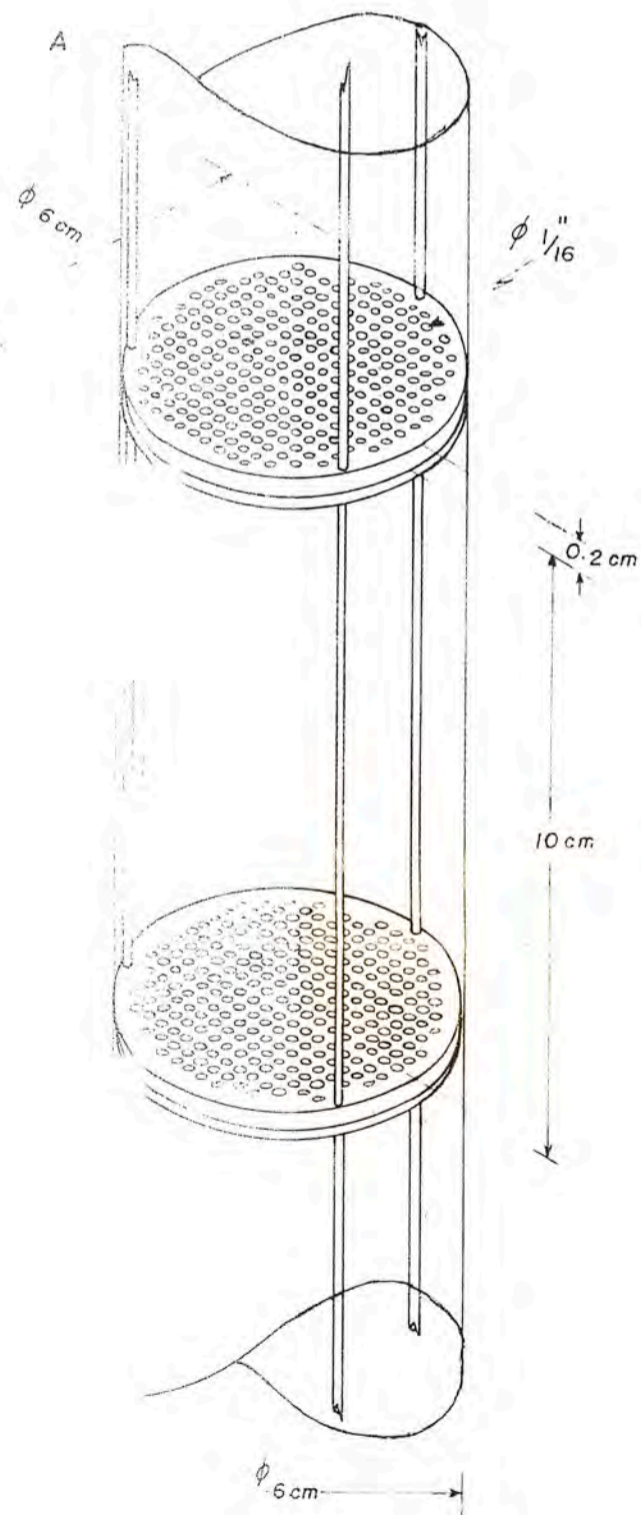
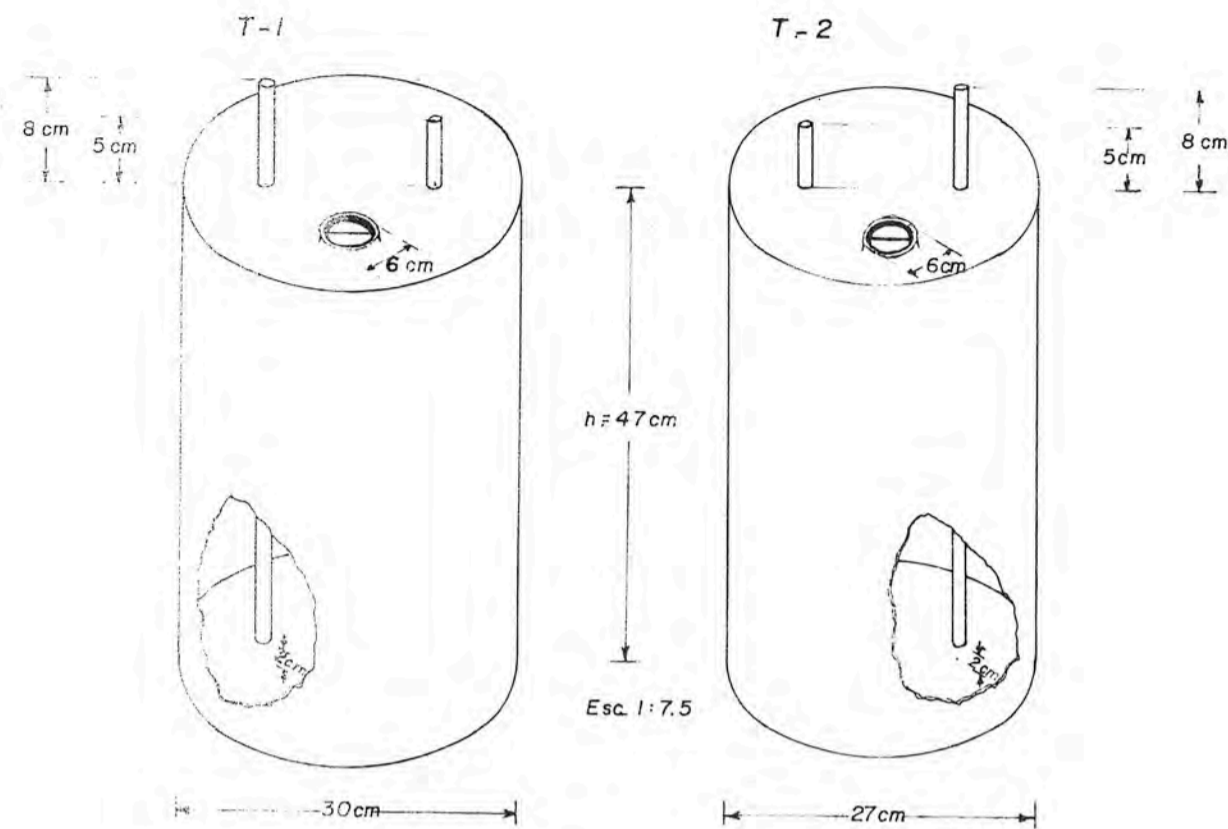
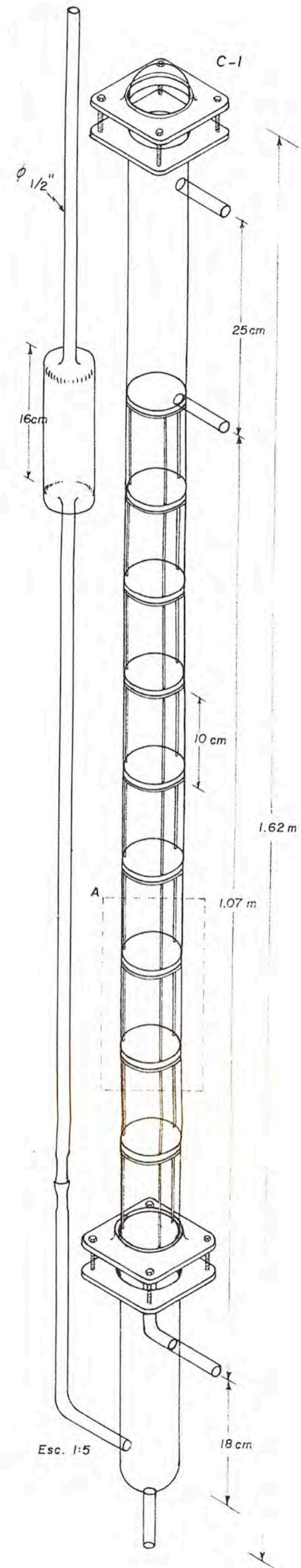
% ACIDO ACETICO EN LA ALIMENTACION





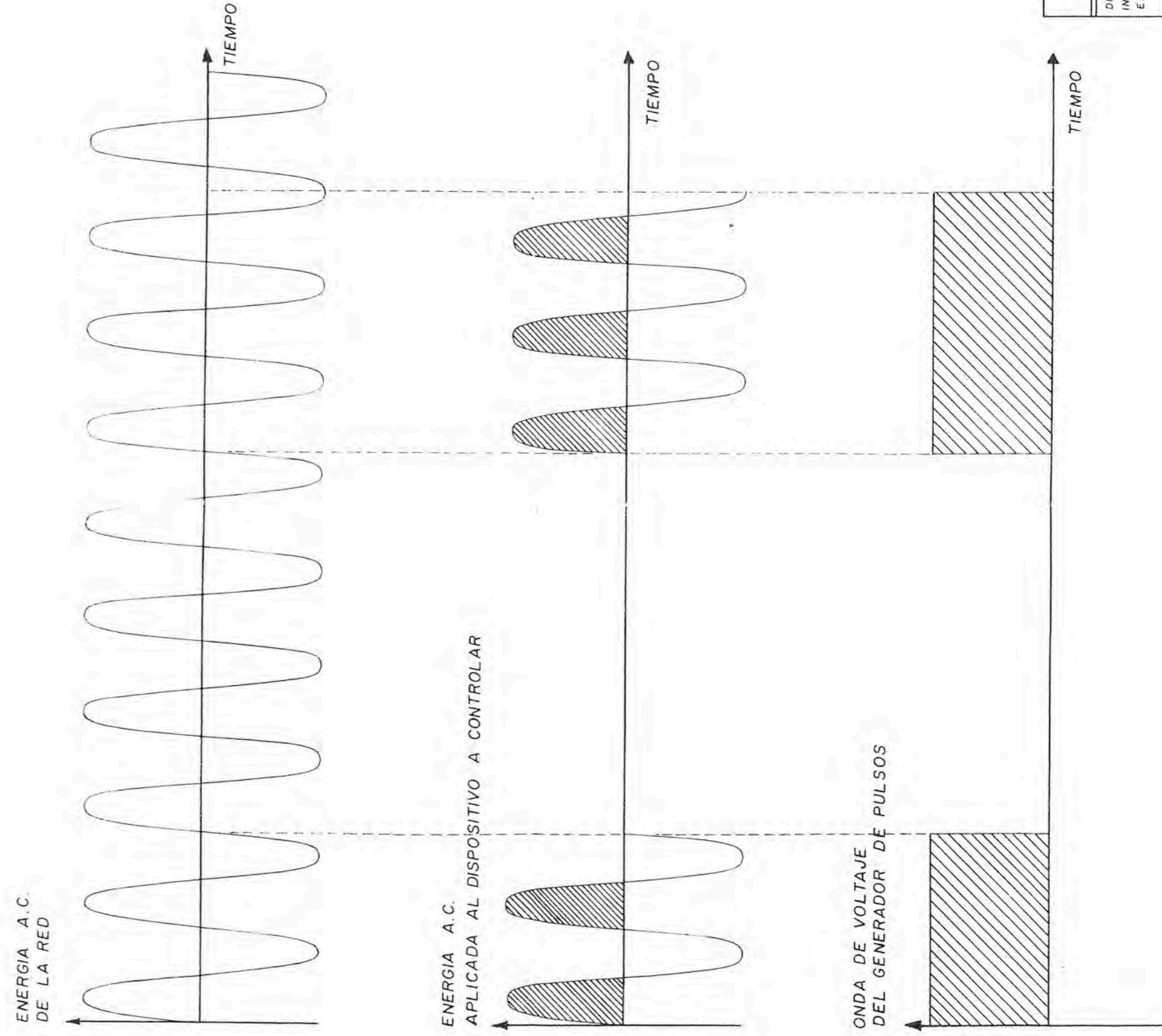
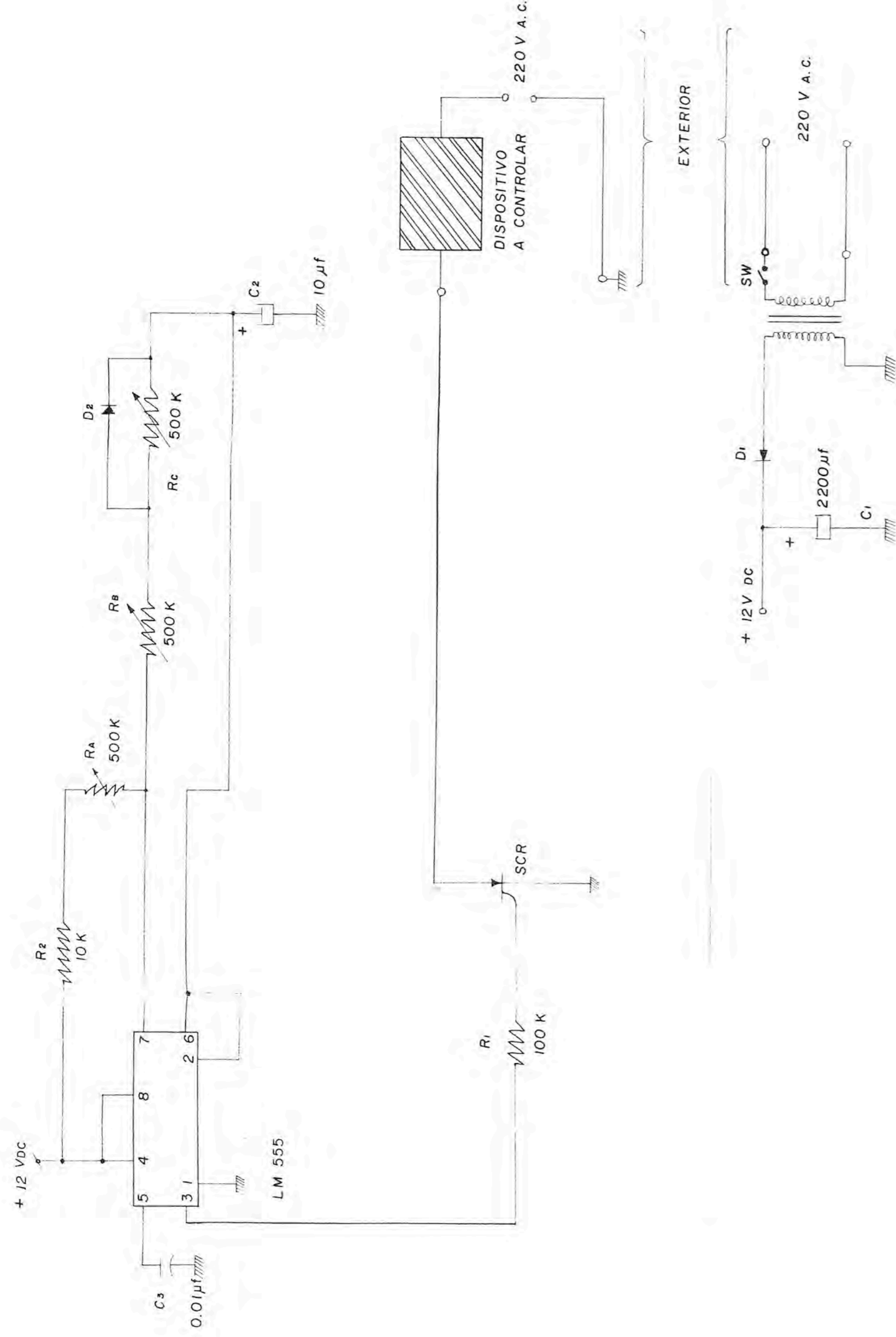
- C-1 : Columna de Extracción.
- PI : Indicador de Presión (Manómetro)
- PR : Reductor de Presión.
- R-1,2: Rotámetros.
- T-1 : Tanque de fase orgánica.
- T-2 : Tanque de fase acuosa.
- VP : Válvula de paso.
- VS : Válvula solenoide.

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA - LIMA	
DISEÑADO POR: ING. G. VILLANUEVA P.	FECHA: 26-03-85
IMPLEMENTADO POR: F. ANDRADE G. H. HOSHI E.	ESCALA: 1:6.25
DIBUJADO POR: E. PISFIL	PLANO Nº: 1 - 4
EQUIPO DE EXTRACCION (Dibujo Isométrico)	



- C-1 : COLUMNA DE EXTRACCION.
- R : ROTAMETRO.
- T-1 : TANQUE DE FASE ORGANICA.
- T-2 : TANQUE DE FASE ACUOSA.
- A : AMPLIACION DE UNA PARTE DE C-1.
- B : SOPORTE ENTRE PLATO Y PLATO. (AMPLIACION).
- C : FLOTADOR DEL ROTAMETRO. (AMPLIACION).
- D : VISTAS ISOMETRICAS DEL FLOTADOR.

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA - LIMA		
DISEÑADO POR: ING. G. VILLANUEVA P.	COMPONENTES DEL EQUIPO (Dibujos Isométricos)	FECHA: 26-03-85
IMPLEMENTADO POR: F. ANDRADE G. H. HOSHI E.		ESCALA: la que se indica
DIBUJADO POR: E. PISFIL		PLANO N°: 2-4



C₁ : CONDENSADOR DE FILTRO.

C₂ : CONDENSADOR.

C₃ : CONDENSADOR PARA FUNCIONAMIENTO INTERNO DE LM 555.

D₁ : DIODOS.

LM 555 : TEMPORIZADOR DE ESTADO SOLIDO.

R₁ : RESISTORES.

SCR: RECTIFICADOR CONTROLADO DE SILICIO "TIRISTOR".

SW : SWITCH.

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA - LIMA

DISEÑADO POR:
ING.
E. OLIVERA

IMPLEMENTADO POR:
F. ANDRADE S.
H. HOSHI E.

DIBUJADO POR:
E. PISFIL

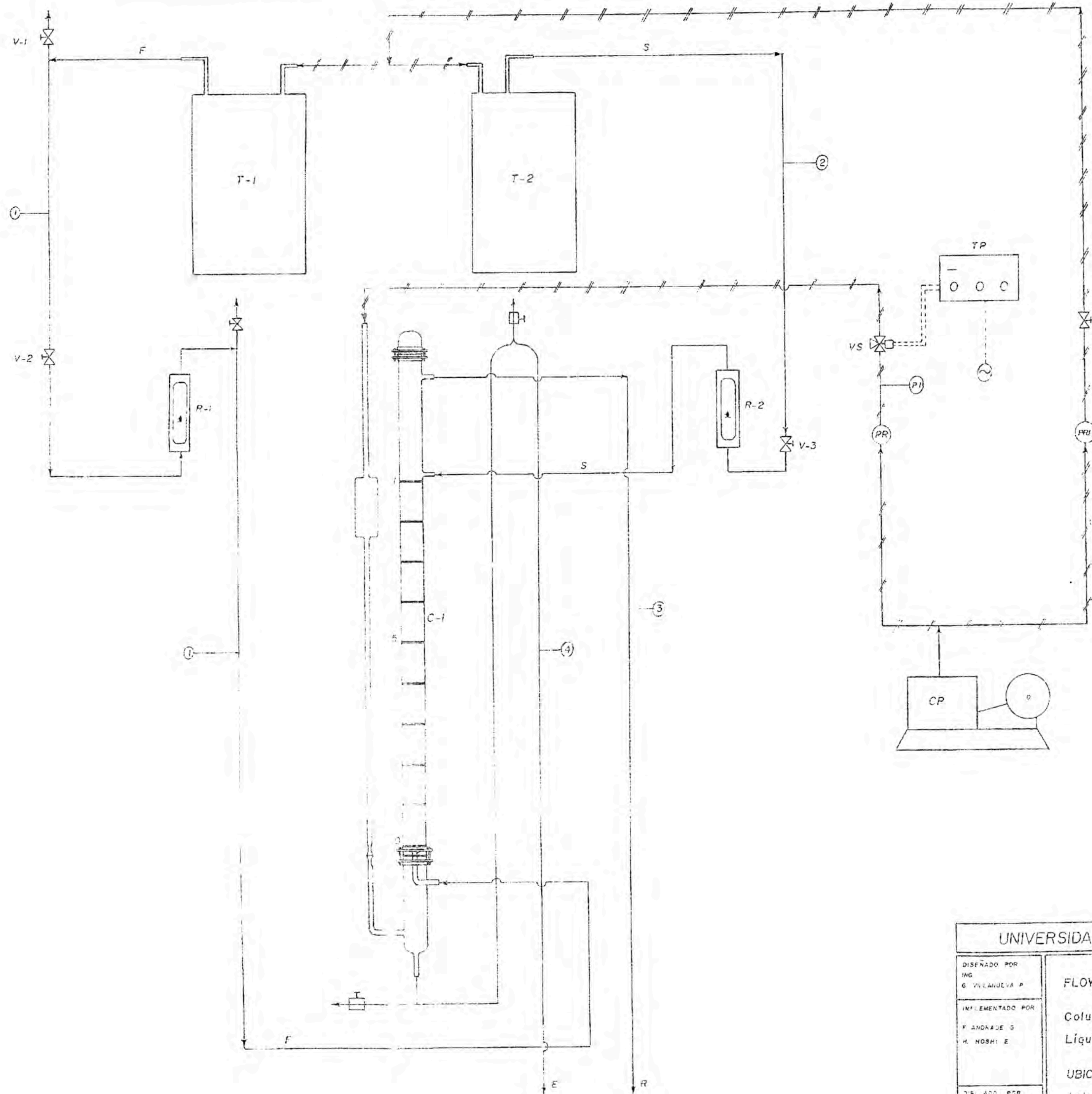
FECHA:
26 - 03 - 85

ESCALA:
No tiene

PLANO N°:

3 - 4

CIRCUITO ELECTICO DEL GENERADOR DE PULSOS



C-1 : COLUMNA DE EXTRACCION
 CP : COMPRESOR
 PI : INDICADOR DE PRESION (MANOMETRO)
 PR : REDUCTOR DE PRESION
 PRI : REDUCTOR DE PRESION CON INDICADOR
 R : ROTAMETROS
 T-1 : TANQUE DE FASE ORGANICA
 T-2 : TANQUE DE FASE ACUOSA
 TP : TEMPORIZADOR (GP: Generador de Pulsos)
 V : VALVULAS
 VS : VALVULA SOLENOIDE

① ALIMENTACION (F)
 ② DISOLVENTE (S)
 ③ REFINADO (R)
 ④ EXTRACTO (E)

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA - LIMA		
DISEÑADO POR ING. G. VILLANUEVA P.	FLOW SHEET : Columna Pulsante de Extracción Líquido - Líquido de Platos Perforados.	FECHA: 26-03-85
IMPLEMENTADO POR F. ANDRADE G. H. NOSHIZ E.		ESCALA: 1:7.5
DISEÑADO POR E. P. S. F. L.	UBICACION : Laboratorio de Operaciones Unitarias.	PLANO Nº 4 - 4

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

BIBLIOGRAFIA

- 1 .- AMER AMEZAGA S. "Refinación de los metales no Ferrosos por métodos de Extracción con Disolventes". Ingeniería Química
Octubre 1984 pp. 163-175
Noviembre 1984 pp. 109-123
- 2 .- BAILES, P.J. HANSON, HUGHES. "Líquido-Liquid Extraction, The Process the Equipment".
University of Bradford.
Chemical Engineering.
January, 1976.
- 3 .- BURKHART, LAWRENCE E; and FAMIEN R.W. "Extraction Efficiency of a Pulse Column of Varied Geometry"
Iowa State College, Ames, Iowa
June. 1956.
- 4 .- CHOFFE AND GLADEL. "Liquid-Liquid Extraction, Efficiency of a Perforated Plate pulsed Column.
J. Appl. Chem.; 8, Sep. 1958, pp. 580-586.
- 5 .- CLARK & HAMLEY. "Enciclopedia de Química"
Ed. Omega S.A. Barcelona 1961
pp. 454, 584, 990.
- 6 .- COHEN, R.M; BAYER E.H. "Performance of a Pulse Extraction Column"
Iowa State College, Ames, Iowa.
Chemical Engineering Progress.
vol. 49, N°6, Jun. 1953.
- 7 .- CRC PRESS. INC. "Handbook of Chemistry and Physics"
63rd. Edition - Florida U.S.A. 1983
pp. C-541, C-70, B-105.

- 8 .- HAND D.B J.Phys. Chem, 34,1961 (1930)
- 9 .- INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. " Production of Yellow Cake and Uranium Fluorides"
 Proceedings of an Advisory Group Meeting Paris 5-8 June 1979.
 Printed by the IAEA .
 Austria, Vienna November 1980 -
 pp 329-339
- 10 .- INTERNATIONAL NEWS "Chemical Engineering Extraction"
 Mc Graw Hill, Vol. 91, N° 19.
 Sep., 17,1984- pp.77,91.
- 11 .- LLILLMAN FRITZ. "Enciclopedia de Química Industrial Sección I.
 Edit. Gustavo Gili S.A. Barcelona
 1931. pp.321-323.
- 12 .- MAR B.W.,BABB A.L. "Pulsed Sieve Plate Extraction Column"
 Industrial and Engineering Chemistry.
 Vol.51, N° 9, Sep. 1959, pp.1011-1014.
- 13 .- MARON Y PRUTTON "Fundamentos de Física Química"
 Edit. Limusa Wiley S.A.
 México 1972. pp.383-389.
- 14 .- PERRY ROBERT; CECIL H. "Chemical Engineers' Handbook"
 Fifth Edition.
 Mc. Graw Hill. Koga Kueha Ltd. 1973.
 Cap. 14, Cap. 21.
- 15 .- SEGE G.; WOODFIELD F. "Pulse Column Variables"
 Chemical Engineering Progress.
 Vol.50, N° 8, Aug. 1954,pp.396-402
- 16 .- SEIDELL, ATHERTON "Solubilities of Organic Compounds"
 Vol. II VAN NOSTRAND. COMPANY.
 N.Y. 1941, pp. 106-111.

- 17 .- SEIDELL, LIMKE "Solubilities of Inorganic And Organic Compounds". Supplement to the third Edition. American Chemical Society U.S.A. 1952 pp. 897.
- 18 .- TOBIAS D.E.; OTHMER D.F. "Industrial Engineering Chemistry" 34,690,696 (1942).
- 19 .- TREYBAL R.E. "Liquid Extraction" Mc. Graw Hill Book Co. 1971.
- 20 .- TREYBAL R.E. "Operaciones de Transferencia de Masa" 2nd. Edición. Mc Graw Hill. México 1980 pp.589-597,611.
- 21 .- WATSON, HOUGEN. "Principios de los Procesos Químicos" Edit. Reverté S.A. Barcelona, 1964.
- 22 .- WIEGANDT H.F.; VON BERG. R.L.; Chantry W.A. "Application of pulsation to Liquid-Liquid Extraction". Industrial and Engineering Chemistry. Vol 47, N°6, June 1965, pp.1153-1159.
- 23 .- W.B.MAR; SMOOT L.D. BABBA.L. "Flooding Characteristics and Separación Efficiencies of pulsed sieve - plate Extraction Columns". Industrial and Engineering Chemistry. Vol 51, N°9, Sep.1959, pp.1005-1010.
- 24 .- "Estudio Experimental de la Concentración hidrometalurgica de minerales - de Torio por extracción liquido-liquido en Columnas pulsadas". Chimie Industrie Genie Chimique. Vol 98, N°5, pp.719-731, oct. 1967.