



LABORATORIO DE OPERACIONES BÁSICAS

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDADE DE SANTIAGO DE COMPOSTELA**

ÍNDICE DE PRÁCTICAS

SISTEMAS LÍQUIDO-VAPOR

1.- Rectificación discontinua	5
2.- Evaporador de película ascendente	9
3.- Evaporador de doble efecto.....	13

SISTEMAS LÍQUIDO-LÍQUIDO

4.- Determinación de curvas de solubilidad en sistemas ternarios líquido-líquido...	19
5.- Extracción líquido-líquido en continuo.....	23

SISTEMAS SÓLIDO-LÍQUIDO

6.- Extracción sólido-líquido	30
-------------------------------------	----

SISTEMAS GAS-LÍQUIDO

7.- Absorción en columna de relleno.....	34
8.- Absorción en tanque agitado	39
9.- Torre de Humidificación	45

1. RECTIFICACIÓN DISCONTINUA

Tipo de operación: Rectificación.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

De un modo práctico la destilación puede llevarse a cabo por producción de vapor mediante la ebullición de la mezcla líquida que se desea separar y posterior condensación de los vapores producidos sin que el líquido vuelva al calderín, es decir, sin reflujo o haciendo que una parte del condensado vuelva a la columna en unas condiciones tales que el líquido que vuelve (reflujo) se pone en íntimo contacto con los vapores que ascienden hacia el condensador. Cualquiera de estos dos métodos puede realizarse de forma continua o por cargas. Tanto en el laboratorio como en la industria, los métodos modernos de separación de componentes volátiles utilizan el fundamento de la rectificación o destilación con reflujo.

En algunas plantas pequeñas en las que se trata de estudiar algunos detalles específicos de procesos industriales se recuperan productos volátiles a partir de una disolución líquida por destilación discontinua. La mezcla se carga en un calderín y se le comunica calor hasta que el líquido alcanza la temperatura de ebullición, vaporizándose así una parte de la carga. En el método más sencillo de operación los vapores pasan directamente desde el calderín hasta el condensador. El vapor que, en un determinado momento, sale del calderín, está en equilibrio con el líquido del mismo, pero como el vapor es más rico en componente más volátil, las composiciones del líquido y el vapor se modifican continuamente durante el proceso.

Para hallar cómo varían las composiciones con el tiempo, considérese lo que ocurre cuando n_0 moles de una mezcla que contiene a A se cargan en un destilador discontinuo. Sea n los moles que quedan en el calderín en un determinado momento y x e y las composiciones del vapor y del líquido, los moles de A que quedan en el calderín serán:

$$n_A = x \cdot n$$

Si se vaporiza una cantidad de líquido dn , la variación de moles del componente A es dn_A o dn_A :

$$dn_A = d(x \cdot n) = x \cdot dn + n \cdot dx$$

$$x \cdot dn + n \cdot dx = y \cdot dn$$

$$\frac{dn}{n} = \frac{dx}{y-x}$$

$$\int_{n_0}^{n_1} \frac{dn}{n} = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{y-x} = \ln \frac{n_1}{n_0}$$

Ecuación de Lord Rayleigh

La destilación discontinua con un destilador sencillo no conduce a una buena separación a no ser que la volatilidad relativa de los componentes a separar sea muy grande. Por ello, en muchos casos se utiliza una columna de rectificación con reflujo, permitiendo el contacto entre el vapor que sale con el líquido que vuelve a la columna y mejorando así la eficacia del destilador discontinuo.

El sistema puede operarse para mantener constante la composición del destilado, aumentando la relación de reflujo a medida que varía la composición de líquido en el calderín, o bien, fijando la relación de reflujo haciendo variar la pureza del producto de cabeza con el tiempo, deteniendo la destilación cuando la cantidad del producto alcanza un determinado valor. Para efectuar una separación determinada, teniendo en cuenta siempre ciertos límites, se puede elegir arbitrariamente una relación de reflujo L/V y de esta relación va a depender los costes de funcionamiento y del aparato.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Se pretende estudiar el funcionamiento de una columna de destilación para separar una mezcla etanol-agua trabajando en modos de operación diferentes.

3. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Columna de rectificación de relleno	Dispositivo magnético (reflujo)
Calderín, 20 L	Panel de mandos
Manta calefactora (con 2 resistencias)	Cronómetro
Condensador	Refractómetro

Productos Químicos:

Etanol y Agua

- Montaje

La instalación experimental consta de una columna de relleno con un calderín de 20 L que se calienta mediante una manta calefactora equipada con dos resistencias. En la parte superior del sistema hay un condensador. El reflujo, controlado desde un panel de mandos, se regula mediante un dispositivo magnético que determina el número de gotas que abandonan el sistema y las que vuelven a la columna. Con este sistema se puede operar como destilación y como rectificación a distintas relaciones de reflujo o a reflujo total.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el panel de mandos se accionarán las dos resistencias para proceder al calentamiento de la manta calefactora. Para trabajar en modo destilación, se accionarán los mandos Marcha, Manual y Destilación, para rectificación se selecciona la relación de reflujo correspondiente y se opera en Marcha, Automático y Reflujo. A reflujo total se opera en Marcha, Manual y Reflujo.

Se aconseja trabajar primero con agua con el fin de familiarizarse con el sistema y después se procederá a separar una mezcla etanol-agua de composición conocida.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En modos destilación y rectificación (a distintas relaciones de reflujo) se determinará la composición global de destilado, comparando los valores experimentales con los obtenidos mediante la expresión de Lord Rayleigh. Operando a reflujo total se determinará el número mínimo equivalente de platos teóricos para la columna de relleno.

La composición de la mezcla se seguirá mediante la medida del índice de refracción, por lo que es necesario hacer un calibrado previo para el sistema etanol-agua.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Vián, A., Ocón, J. “Elementos de Ingeniería Química”. Ed. Aguilar, Madrid (1972).

2. EVAPORADOR DE PELÍCULA ASCENDENTE

Tipo de operación: Evaporación.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La evaporación es una operación unitaria que tiene por objeto la concentración de una disolución mediante la eliminación parcial del disolvente por aplicación de calor. Se utiliza en diversas industrias bien para aprovechar la disolución concentrada (la fabricación de leche condensada, zumos concentrados, etc.) o bien para aprovechar el disolvente (vapor condensado procedente de la desalación del agua del mar). El agua es el disolvente que con más frecuencia ha de ser separado y la calefacción se efectúa a menudo por medio de un vapor condensante.

Los equipos para llevar a cabo esta operación constan de una cámara de evaporación donde se concentra la disolución y se separa el disolvente en forma de vapor, y de una cámara de calefacción donde se condensa vapor vivo. El funcionamiento de un evaporador viene regido por los balances de materia y de energía y por las leyes de transmisión de calor. El balance de materia, en estado estacionario, permite establecer la relación entre los caudales de todas las corrientes de entrada y salida en ambas cámaras y entre las concentraciones iniciales y finales. El balance de energía, aplicado después del de materia, relaciona la energía cedida por el vapor y ganada por la disolución. Considerando el diagrama que se muestra en la figura 1.

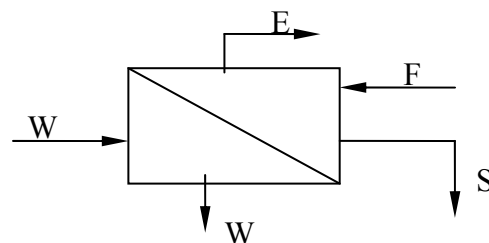


Figura 1. Diagrama de flujo de un evaporador de simple efecto.

Donde:

F, disolución diluida.

S, disolución concentrada.

E, disolvente evaporado.

W, vapor de calefacción.

El balance de materia resultante será:

$$\text{Cámara de condensación: } W_{\text{vapor vivo}} = W_{\text{vapor condensado}}$$

$$\text{Cámara de evaporación: } F = S + E$$

$$F \cdot xF = S \cdot xS$$

La cantidad de calor transmitida, Q , es proporcional a tres factores: la superficie de evaporación, la diferencia de temperaturas entre el vapor que se condensa y el líquido que se evapora y el coeficiente global de transmisión de calor : $Q = U \cdot A \cdot \Delta T$. Así como A tiene un valor dado en un aparato ya existente, ΔT y U varían con las condiciones del vapor condensante y del líquido a evaporar.

En la práctica existen múltiples tipos de evaporadores, entre los de tipo tubular y, particularmente los de tubo largo, cabe destacar los de flujo ascendente, flujo descendente y circulación forzada. La selección del tipo de evaporador más adecuado viene condicionado por el funcionamiento requerido para el proceso, las características físicas y termolábiles, el estado físico de la disolución a concentrar, el grado de ensuciamiento, etc.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Adquirir los conocimientos prácticos básicos de la operación de evaporación, analizando los factores que afectan a la capacidad de un evaporador, particularizado al tipo de película ascendente, determinar experimentalmente el coeficiente de transmisión de calor tanto en la transmisión de calor entre el tubo externo e interno como aquel asociado a las pérdidas de energía entre el tubo externo y el ambiente exterior.

3. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Equipos

Caldera de vapor

Evaporador de película ascendente

Depósito de alimentación

Hidrociclón

Condensador

Depósito de disolvente

Bomba de vacío

Panel de mandos

Medidor de temperatura

Conductivímetro

Depósito de aforo (medida consumo de vapor)

Reactivos

Disolución diluida de dicromato de potasio

- **Montaje**

El equipo experimental está formado por un evaporador de película ascendente constituido por dos tubos concéntricos, auxiliado por una caldera generadora de vapor vivo y de una bomba de vacío. El sistema a concentrar es, alternativamente, una disolución acuosa de dicromato de potasio diluida, que se alimenta al equipo ayudándose de la bomba de vacío. Un cuadro de control permitirá conocer y controlar las variables más importantes del proceso: temperatura del agua de refrigeración, caudal de vacío y presión del vapor generado.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Como paso previo a la operación de concentración de la disolución se aconseja realizar un experimento con agua para familiarizarse con cada uno de los elementos del equipo y analizar su funcionamiento dentro del conjunto.

Se realizarán experimentos modificando el volumen y concentración de la alimentación, operando con y sin vacío y modificando la cantidad de vapor generado.

Para poder conocer la concentración inicial de soluto en la alimentación es necesario determinar previamente una curva de calibración en la que se refleje como varía la conductividad (o la absorbancia de la disolución a 600 nm) frente a la concentración.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se aplicarán los balances de materia a cada uno de los sistemas ensayados, comentando todos aquellos aspectos que resulten de interés y, en la medida de lo posible, los balances energéticos correspondientes. Se estudiará la influencia de la concentración y volumen inicial de la disolución a concentrar y del grado de vacío, además de obtener la velocidad horaria del proceso en cada caso.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Backhurst, J.R. y Harker, J.H. “Process Plant Design”. Heinemann Educational Books, Londres, (1973).
- Çengel, Yunus A. “Transferencia de calor “ 2ª Ed, Editorial McGraw-Hill (2004).
- Coulson, J. M. y Richardson, J. F. “Chemical Engineering”, Vol. 6 (1991).
- Ocón, J. y Tojo, G. “Problemas de Ingeniería Química”. Operaciones básicas. Vol. 1, Ed. Aguilar (1970).
- Vián, A. y Ocón, J. “Elementos de Ingeniería Química”. Ed. Aguilar (1967).

3. EVAPORADOR DE DOBLE EFECTO

Tipo de operación: Evaporación.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La evaporación es una operación cuyo fundamento está en la separación de un disolvente volátil, generalmente agua, de un soluto no volátil, por evaporación del disolvente. Esta operación se lleva a cabo en evaporadores que, en el caso de que consten de una única etapa (véase **Evaporador de Película Ascendente**), se denominan evaporador simple o de un solo efecto.

El incremento del rendimiento de la operación, especialmente desde el punto de vista energético, puede obtenerse mediante la instalación de múltiples efectos, en forma de varios evaporadores simples conectados en serie, como se muestra en la figura 1.

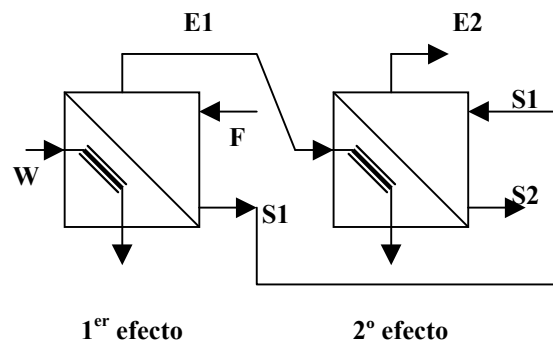


Figura 1. Evaporador de doble efecto, con alimentación hacia adelante.

El vapor producido en el primer evaporador simple o primer efecto se hace pasar a la cámara de calefacción del segundo efecto, siendo la temperatura y la presión las dos principales variables de control del proceso.

Considerando el esquema mostrado en la figura 1, la diferencia de temperaturas en cada uno de los efectos (fuerza impulsora de la operación) es:

El balance de entalpía del evaporador de doble efecto resulta ser:

$$W\lambda_w = E_1\lambda_{E1} + Fc_p(t_{s1} - t_F) + \text{Pérdidas}$$

$$E_1\lambda_{E1} = E_2\lambda_{E2} + S_1c_p(t_{s2} - t_{s1}) + \text{Pérdidas}$$

donde:

λ_i = Calor latente de vaporización de la disolución *i*.

T_i = Temperatura de la disolución *i*.

c_p = Calos específico de la disolución, a *p* constante.

2. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Equipos

Tanque de alimentación	Condensador doble
Tanque de concentrado	Bomba de vacío
2 evaporadores simples.	Vacuómetro
2 hidrociclones	2 termómetros
2 balones	

Reactivos

NaCl o $K_2Cr_2O_7$

- Montaje

Véase el esquema adjunto.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Experiencia 1

En primer lugar, para familiarizarse con la instalación (Figura 2), se trabajará con agua, mediante el siguiente procedimiento:

ARRANQUE

- 1) Se llena del tanque de alimentación con agua.
- 2) Para pasar el agua al primer efecto, se abre la llave A, manteniendo la B cerrada.
- 3) Para llenar el segundo efecto, se cierra la llave, y se abre la B, conectando la bomba de vacío, y manteniendo las llaves 8, 2 y 14 cerradas, con el fin de conseguir vacío en ambos efectos.
- 4) Se llena el primer efecto, se cierra de nuevo la llave B y se abre la llave A.
- 5) Se arranca la caldera de vapor, y se observa y anota la presión media de la caldera a lo largo de toda la operación.
- 6) Se anota la temperatura de la disolución frente al tiempo, hasta los 80 °C.
- 7) Al alcanzar los 80 °C, se enciende la bomba de vacío, cerrando la válvula 14, manteniendo la 8 un poco abierta, y regulando el vacío con la válvula 2.

8) Se anotan:

- Las temperaturas de ebullición y el tiempo en que se alcanzan en cada efecto, así como la lectura del vacuómetro.

PARADA

1) Se cierra la llave de entrada de vapor.

2) Se apaga la bomba de vacío y se abre la válvula 14.

3) Se anotan:

- El tiempo en que se comienza a recoger los condensados, y el volumen de estos.
- El volumen de la disolución que queda en el evaporador.

Experiencia 2

Una vez conocido el funcionamiento del montaje, se procede a la concentración de una disolución de dicromato de potasio diluída.

- 1) Correlación de la conductividad o de la absorbancia espectral (a 600 nm) de una disolución de dicromato de potasio, con su concentración.
- 2) Introducción en el tanque de alimentación de un volumen conocido de disolución de dicromato de potasio y llenado de los efectos.
- 3) Concentrado de la disolución durante unas 2 horas.
- 4) Se para la operación, y se mide la conductividad de las disoluciones en ambos efectos.
- 5) Se vacían los concentrados y se mide su volumen.
- 6) Se pasa la disolución del primer efecto al segundo, y se llena el primero con nueva disolución.
- 7) Concentrado de las nuevas disoluciones durante unas 2 horas.
- 8) Repetición de las etapas 5) y 6).

OBSERVACIONES

Nota 1. Cerciorarse de que la llave de entrada de agua en la caldera permanezca abierta mientras la caldera esté conectada.

Nota 2. La llave 1 se mantendrá siempre cerrada.

Nota 3.El nivel en el tanque IX no debe alcanzar el nivel de la llave 4.

Nota 4.Antes de detener la bomba de vacío, deberá cerrarse la llave D y abrirse la llave 13.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

1) Analizar la aplicación y posible redundancia de cada una de las medidas tomadas.

Experiencia 1

2) Determinar el coeficiente integral de transmisión de calor de cada efecto.

3) Calcular los balances de energía correspondientes.

4) Establecer otros posibles análisis y discutir los resultados.

Experiencia 2

5) ¿Cuál es la capacidad de cada uno de los efectos?

6) ¿Qué ventajas e inconvenientes tiene operar con este doble efecto?

7) Calcular los balances de materia y energía correspondientes. ¿Qué pasos se deberían dar para establecer un balance de energía fiable?

8) Determinar la economía del sistema y de cada efecto, y las pérdidas. ¿Son coherentes las lecturas de presiones y temperaturas medidas en cada efecto?

9) Establecer otros posibles análisis y discutir los resultados.

5. BIBLIOGRAFÍA

- Çengel, Yunus A. “Transferencia de calor “, 2ª Ed, Editorial McGraw-Hill (2004).
- Coulson, J. M. y Richardson, J. F. “Chemical Engineering”, Vol. 2, 4ª ed. (1991).
- Vián, A. y Ocón, J. “Elementos de Ingeniería Química”. Ed. Aguilar (1967).

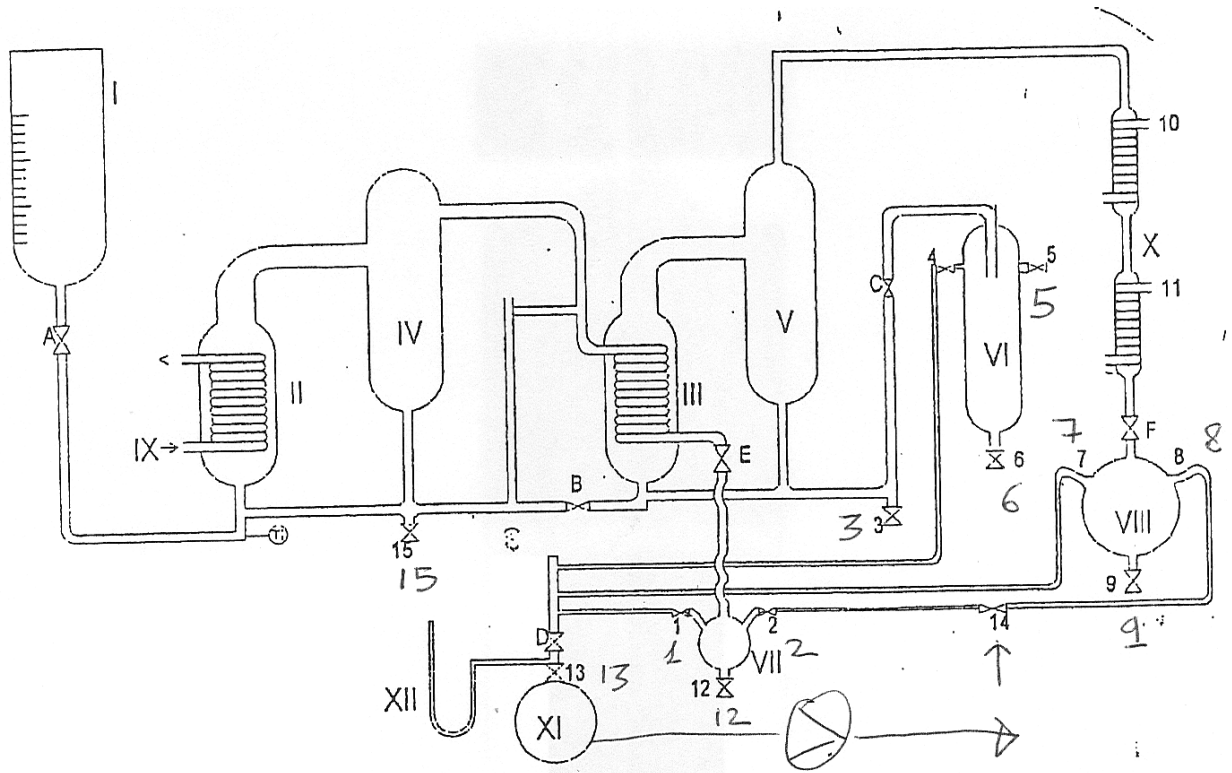


Figura 2. Representación esquemática del evaporador de doble efecto
(Del Río M.A., Domínguez M., Pestonit N., 1999)

4. DETERMINACIÓN DE CURVAS DE SOLUBILIDAD EN SISTEMAS TERNARIOS

Tipo de operación: extracción.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La extracción con disolventes es una de las operaciones básicas que tienen como fundamento la transferencia de materia. Cuando se combinan tres sustancias cualesquiera, los sistemas pueden constituir una fase, o bien, dos o tres fases inmiscibles. Si las sustancias y las fases formadas son líquidas y no hay reacción química, nos encontramos con la forma usual de los procesos de extracción.

Cuando se trata de separar una mezcla en sus componentes por extracción con un disolvente, se presenta el problema de elegir éste, lo que debe realizarse atendiendo a los resultados que pueden conseguirse, a las condiciones de trabajo y a su recuperación posterior. El conocimiento de los datos de equilibrio y el trazado de los diagramas de fases proporcionan una serie de conclusiones en relación con las posibilidades de extracción que es necesario poner de manifiesto: límite de concentración entre los cuales debe de estar la de la mezcla a separar, fase favorecida por el equilibrio, etc. Sin embargo, no siempre se conocen los datos de equilibrio por lo que hay que recurrir a su determinación experimental. De entre los distintos métodos existentes los que se aplican con más frecuencia son los métodos de análisis, de valoración y de construcción.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Se trata de determinar a diferentes temperaturas las curvas de solubilidad para el sistema agua + etanol + acetato de etilo, aplicando para ello un método de valoración conocido como método de turbidez. Este método se basa en la observación visual de la aparición de turbidez en el sistema inicialmente homogéneo, motivada por la adición de un componente parcialmente miscible.

3. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Equipos:

Célula de solubilidades, 75 mL

Baño termostático

Agitadores magnéticos

Microburetas de enrase automático (V)

Pipetas

Embudos cilíndricos graduados

Vaso de precipitados

Erlenmeyer

Reactivos:

Acetato de etilo

Etanol

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la obtención de los datos de solubilidad mediante el método de turbidez o de punto de niebla se utiliza una célula de solubilidad de aproximadamente 75 cm³, la cual se termostata mediante la circulación de agua a través de una camisa externa. El agua procede de un termostato de recirculación, con refrigeración externa y recirculación.

Para determinar la curva binodal se realizan dos experimentos diferentes, uno para determinar las composiciones más ricas en agua (fase acuosa) y otro para determinar aquellas composiciones más ricas en disolvente (fase orgánica).

Se carga la célula de solubilidades con 10 mL de agua o de disolvente, dependiendo de la rama de la curva que se está determinando y se deja transcurrir el tiempo suficiente para que en la célula se alcance la temperatura de trabajo (25, 35 y 45 °C). A continuación, se añade el disolvente (o el agua), gota a gota, con una microbureta hasta que se observe que no se disuelven más gotas, esperando para ello el intervalo de tiempo que se juzgue necesario. En los primeros puntos de cada rama puede ser que no aparezca turbidez, sino pequeñas gotas en suspensión (en el fondo para la fase orgánica y en la superficie para la fase acuosa), que persisten, formándose una emulsión que indica que se ha alcanzado el punto de saturación, momento en el que se añade una cantidad de alcohol hasta solubilizar totalmente el sistema y de nuevo se añade disolvente (o agua) hasta la aparición de nieblas. Se repite el proceso hasta obtener aproximadamente la mitad de la curva. En todo el proceso, la agitación debe ser constante y debe esperarse un cierto tiempo después de haber añadido el disolvente (o el agua) para la perfecta homogeneización del contenido de la célula.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Sobre un diagrama triangular se representarán para cada temperatura ensayada, las curvas de solubilidad del sistema estudiado, con el fin de analizar la influencia que este parámetro tiene sobre la zona de separación.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Alders, L. “Liquid-liquid extraction”, Elsevier Pub. Co., Amsterdam (1955).
- Arce, A.; Alonso, L.; Vidal, I. *Journal Chemical Engineering Japan*. 32, 440-444. (1999).
- Resa J. M., Goenaga J. M., Iglesias M., Gonzalez-Olmos R., Pozuelo D. *Journal Chemical Engineering Data*, 51 (4), 1300-1305, (2006).
- Treybal, R.E. “Liquid Extraction”, McGraw-Hill Book Co., New York (1963).
- Vidal, I. “Extracción de alcoholes de sus disoluciones acuosas mediante ésteres”, Tesis de Licenciatura, Santiago de Compostela (1989).

5. EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO EN CONTÍNUO

Tipo de operación: extracción.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La extracción con disolventes es una de las operaciones básicas que tienen como fundamento la transferencia de materia. El alimento es una mezcla líquida (en este caso etil-terbutil-éter [ETBE] y etanol), el agente de separación un líquido inmiscible con uno de los componentes del alimento (en este caso agua) y debido a las diferentes solubilidad de los compuestos en las dos fases líquidas, se obtendrán como producto dos líquidos: REFINADO (el alimento sin el soluto, aquí será una corriente rica en ETBE) y EXTRACTO (el disolvente, agua, con el producto extraído, etanol).

El equipo empleado trabaja en continuo en contracorriente y por contacto entre fases a través de un lecho de relleno. En este caso se introducirá la alimentación por la parte inferior, por ser la corriente más liviana, y el disolvente por la parte superior; de este modo, las gotas del líquido ligero ascenderán a través de la masa del líquido más pesado que desciende.

Existe una transferencia de materia entre fases continua, variando la composición de las fases a medida que circulan por la torre. En cualquier plano horizontal no se alcanza el equilibrio sino que lo que se diste de este estado será la fuerza impulsora de la transferencia.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Se trata de determinar el número de etapas teóricas del equipo de extracción líquido-líquido en continuo así como el número de unidades de transferencia (NUT) y la altura de unidad de transferencia (HUT), y al mismo tiempo conocer un sistema ternario de frecuencia aparición en la industria petroquímica: ETBE+Etanol+Agua.

3. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Equipos:

Equipo de extracción líquido-líquido (figura 1).

Refractómetro

Montaje

El equipo de extracción líquido-líquido (figura 1) está formado por una estructura de acero inoxidable AISI-304 (1) que soporta la columna de borosilicato de 1.900 mm de

altura total (con dos cuerpos de 550 mm de longitud) y 38,5 mm de diámetro interior (2). El relleno de la misma está formado por anillos raschig de vidrio AR de 6 mm de diámetro y 6 mm de longitud, sostenido por una placa con orificios construida en teflón situada a 370 mm del fondo de la columna.

En la parte superior de la columna se encuentra el separador (3) y la salida del líquido ligero (7), así como la entrada de líquido pesado (5); mientras que en la parte inferior se sitúan el separador (4) y la salida del líquido pesado (8), así como la entrada del líquido ligero (6). También en la parte inferior están las válvulas de regulación (13) y vaciado (14): la primera permite la regulación del caudal de salida mientras que la segunda permite el vaciado de la columna al finalizar la operación normal de la misma.

Para facilitar el seguimiento de lo que ocurre en el interior de la columna se han dispuesto tres válvulas (16) que permiten la toma de muestras en tres puntos de la misma (arriba, centro y abajo).

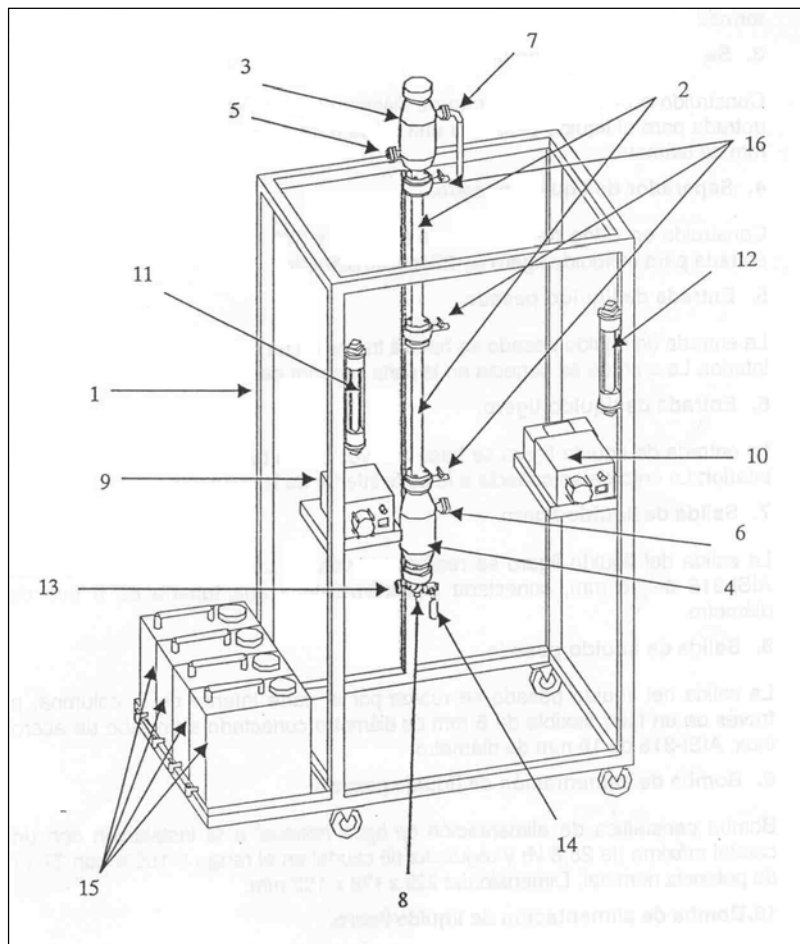


Figura 1. Esquema del equipo de extracción L-L.

Colocados sobre la estructura de acero, a ambos lados de la columna, se encuentran las bombas de alimentación de líquidos pesado y ligero, respectivamente (9 y 10) con caudal máximo de 28,8 L/h y regulador de caudal en el rango 0-100% con 37 W de potencia nominal. Sobre ellas se sitúan sendos rotámetros de líquidos pesado y ligero, respectivamente (11 y 12) con rango de 25 L/h.

El equipo se completa con cuatro depósitos situados a la izquierda del montaje, de 20 litros de capacidad unitaria (15).

Reactivos:

Agua, Etanol, ETBE

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Modo de operación

- Preparar las corrientes ALIMENTO (disolución 75% ETBE + 25% Etanol) y SOLVENTE (agua desionizada).
- Llenar los depósitos de alimentación hasta alcanzar un nivel de líquido suficiente para la realización de las experiencias.
- Comprobar que todas las conducciones están correctamente conectadas.
- Conectar el equipo a la red eléctrica y encender las bombas ajustando el caudal deseado de ambas corriente según los rotámetros respectivos.
- Las composiciones de las fases resultantes (ligera y pesada), así como las de las muestras que se tomen durante la experiencia en las diferentes alturas de la columna, se determinarán mediante el índice de refracción con la ayuda de un refractómetro y de los datos bibliográficos señalados (ver Tabla 3). Comparar las medidas obtenidas con las recogidas en las tablas 1 y 2, y la figura 2.
- Al terminar la práctica, es conveniente proceder a una limpieza de los circuitos haciendo circular agua limpia por ellos. Una vez realizado esto, se deben desconectar todos los elementos, cuidando de no desconectar la planta de la red si previamente no se han apagado las bombas.

Experiencias y parámetros de estudio

a) Ensayo de las condiciones estacionarias

Se considerará que se ha alcanzado el estado estacionario cuando las composiciones de las corrientes de salida, determinadas mediante el índice de refracción, se puedan considerar constantes.

b) Determinación de la velocidad de inundación

Se fija el caudal de entrada del líquido pesado y se va aumentando progresivamente el caudal de entrada del líquido ligero hasta que se produzca la coalescencia de ambas fases. La experimentación se repetirá con tres caudales diferentes de alimentación del líquido pesado.

c) Determinación de la eficacia de operación

Se fijan los caudales de las corrientes de entrada (alimentación y solvente), evitando siempre entrar en la zona de inundación, y, una vez alcanzadas las condiciones de estado estacionario, se determinarán las composiciones finales de las corrientes de salida de los líquidos ligero y pesado.

Repetir este último punto con otros caudales.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Representar sobre un diagrama triangular las curvas de solubilidad del sistema estudiado, identificando sobre él las corrientes del sistema (entradas y salidas).

Determinar las siguientes magnitudes:

Velocidad de inundación

Eficacia de la operación

Número y altura de unidades de transferencia

6. BIBLIOGRAFÍA

- ADEPRO (2000). "Equipo de extracción líquido-líquido. Manual de utilización y prácticas".
- Quitain, A.T., Goto, S. (1998). Liquid-Liquid Equilibria of Ternary ETBE-EtOH-H₂O and Quaternary ETBE-EtOH-H₂O-TBA Mixtures. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **76**, 828-831.
- Fandary, M.S.H., Aljimax, A.S., Al-Kandary, J.A. (1999). Liquid-Liquid Equilibria for the System Water+Ethanol+Ethyl tert-Butyl Ether. *J. Chem. Eng. Data*, **44**, 1129-1131.

TABLE I
Experimental Liquid-Liquid Equilibrium Phase Compositions (in Mole Fraction) of ETBE-EtOH-H₂O Mixtures at 15, 25 and 35°C

T (°C)	Global composition			Aqueous phase			Organic phase		
	ETBE	EtOH	H ₂ O	ETBE	EtOH	H ₂ O	ETBE	EtOH	H ₂ O
15	0.2000	0.0000	0.8000	0.0043	0.0000	0.9957	0.9739	0.0000	0.0261
	0.1905	0.0476	0.7619	0.0057	0.0513	0.9430	0.9290	0.0418	0.0292
	0.1819	0.0909	0.7272	0.0059	0.0940	0.9001	0.8423	0.1038	0.0539
	0.1739	0.1304	0.6957	0.0075	0.1222	0.8703	0.6954	0.1748	0.1298
	0.1667	0.1667	0.6666	0.0101	0.1490	0.8409	0.6240	0.2406	0.1354
	0.1600	0.2000	0.6400	0.0138	0.1707	0.8155	0.5002	0.2907	0.2091
	0.1538	0.2308	0.6154	0.0193	0.1917	0.7890	0.4292	0.3275	0.2433
	0.1481	0.2593	0.5926	0.0263	0.2124	0.7613	0.3434	0.3480	0.3086
	0.1429	0.2857	0.5714	0.0407	0.2381	0.7212	0.2668	0.3564	0.3768
	0.1399	0.3006	0.5595	0.0525	0.2557	0.6918	0.2101	0.3461	0.4438
25	0.2000	0.0000	0.8000	0.0039	0.0000	0.9961	0.9774	0.0000	0.0226
	0.1905	0.0476	0.7619	0.0053	0.0518	0.9429	0.9134	0.0490	0.0376
	0.1819	0.0909	0.7272	0.0063	0.0915	0.9022	0.8071	0.1219	0.0710
	0.1739	0.1304	0.6957	0.0081	0.1194	0.8725	0.6856	0.1827	0.1317
	0.1667	0.1667	0.6666	0.0096	0.1435	0.8469	0.6071	0.2458	0.1471
	0.1600	0.2000	0.6400	0.0139	0.1653	0.8208	0.5069	0.2936	0.1995
	0.1538	0.2308	0.6154	0.0186	0.1869	0.7945	0.4191	0.3276	0.2533
	0.1481	0.2593	0.5926	0.0259	0.2075	0.7666	0.3337	0.3453	0.3210
	0.1429	0.2857	0.5714	0.0411	0.2373	0.7216	0.2533	0.3502	0.3965
	0.1399	0.3006	0.5595	0.0566	0.2623	0.6811	0.2016	0.3432	0.4552
35	0.2000	0.0000	0.8000	0.0030	0.0000	0.9970	0.9788	0.0000	0.0212
	0.1905	0.0476	0.7619	0.0037	0.0493	0.9470	0.9065	0.0556	0.0379
	0.1819	0.0909	0.7272	0.0052	0.0877	0.9071	0.8081	0.1224	0.0695
	0.1739	0.1304	0.6957	0.0065	0.1139	0.8796	0.6916	0.1908	0.1176
	0.1667	0.1667	0.6666	0.0092	0.1396	0.8512	0.6071	0.2507	0.1482
	0.1600	0.2000	0.6400	0.0129	0.1632	0.8239	0.4966	0.2977	0.2057
	0.1538	0.2308	0.6154	0.0184	0.1872	0.7944	0.4163	0.3312	0.2525
	0.1481	0.2593	0.5926	0.0269	0.2139	0.7592	0.3219	0.3482	0.3298
	0.1429	0.2857	0.5714	0.0417	0.2390	0.7193	0.2509	0.3520	0.3971
	0.1399	0.3006	0.5595	0.0562	0.2580	0.6858	0.1857	0.3410	0.4733

Tabla 1. Composiciones en equilibrio (fracciones molares) global y en ambas fases del sistema ETBE-Etanol-Agua, a 15, 25 y 35 °C (Quitain y Goto, 1998).

Table 2. Experimental LLE Data for the Ternary System Water (1) + Ethanol (2) + ETBE (3)

aqueous phase		organic phase	
x ₁	x ₂	x ₁	x ₂
T = 288.15 K			
0.9972	0.0000	0.0099	0.0000
0.9563	0.0396	0.0221	0.0587
0.9458	0.0405	0.0354	0.0670
0.9299	0.0657	0.0580	0.0812
0.8947	0.0997	0.1098	0.1574
0.8641	0.1269	0.2005	0.2384
0.8168	0.1656	0.3432	0.3030
T = 298.15 K			
0.9947	0.0000	0.0150	0.0000
0.9721	0.0259	0.0483	0.0444
0.9564	0.0409	0.0716	0.0629
0.9495	0.0504	0.0597	0.0738
0.9105	0.0893	0.1186	0.1623
0.8666	0.1248	0.2109	0.2520
0.8168	0.1656	0.3433	0.3029
T = 303.15 K			
0.9912	0.0000	0.0183	0.0000
0.9701	0.0278	0.0476	0.0324
0.9431	0.0541	0.0625	0.0763
0.9057	0.0941	0.1229	0.1652
0.8597	0.1309	0.2220	0.2577
0.8256	0.1588	0.3031	0.2998
0.8128	0.1636	0.3393	0.3031
T = 308.15 K			
0.9908	0.0000	0.0131	0.0000
0.9594	0.0385	0.0665	0.0907
0.9346	0.0623	0.0777	0.1051
0.8975	0.0897	0.1377	0.1849
0.8660	0.1249	0.2237	0.2599
0.8250	0.1591	0.3096	0.3026
0.8170	0.1644	0.3497	0.3108

Tabla 2. Composiciones en equilibrio (fracciones molares) en ambas fases del sistema ETBE-Etanol-Agua, a 15, 25, 30 y 35 °C (Fandary et al., 1999).

item	water		ethanol		ETBE	
	expt	ref	expt	ref	expt	ref
density/(g/mL at 20 °C)	1.0000	0.9982 ^a	0.7876	0.7893 ^a	0.7422	0.7403 ^b
boiling point/°C	100.0	100.0	79.0	78.5	72.9	73.1
refractive index at 20 °C	1.3341	1.3330 ^a	1.3610	1.3611 ^a	1.3756	1.3794 ^a
GC purity measured/%	99.95		99.5		99.5	

^a Values at 20 °C from *Handbook of Chemistry and Physics* (1973). ^b Values at 20 °C from Newton (1957).

Tabla 3. Propiedades físicas experimentales de los reactivos ETBE, Etanol y Agua a 20°C (Fandary et al.,1999).

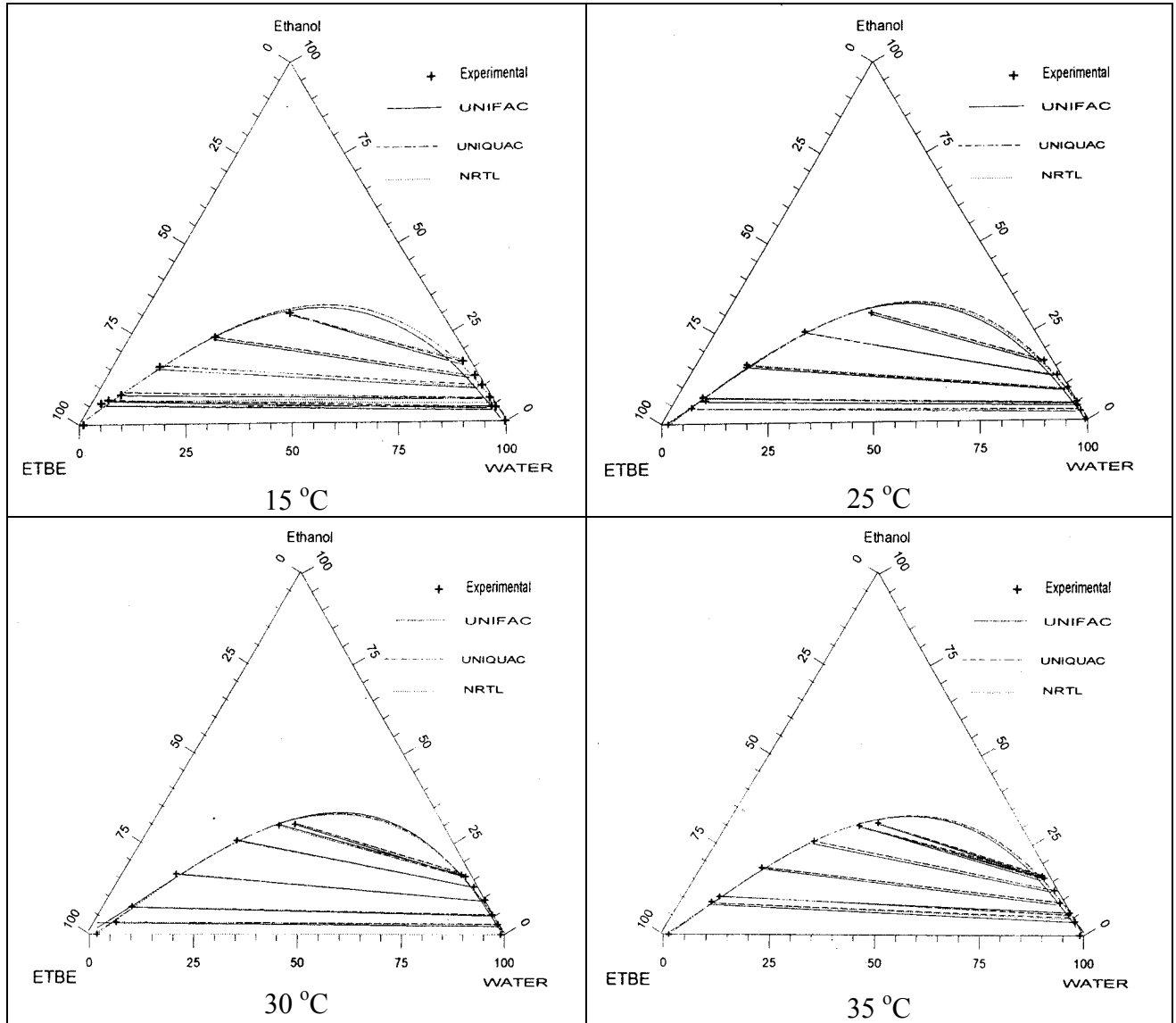


Figura 2. Composiciones en el equilibrio (experimentales y teóricas) a 15, 25, 30 y 35 °C de ETBE, Etanol y Agua: Diagramas triangulares (Fandary et al.,1999).

6. EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO

Tipo de operación: extracción.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La extracción sólido-líquido consiste en la disolución de un componente que forma parte de un sólido, empleando un disolvente adecuado en el que es insoluble el resto del sólido, que en este caso se llamará inerte. Para que se lleve a cabo una etapa de extracción es necesario que se disuelva el componente (solute) soluble por lo que debe haber contacto del disolvente con el sólido a tratar. La disolución separada se denomina flujo superior o extracto y el sólido inerte acompañado de la disolución retenida recibe el nombre de refinado.

Una etapa de extracción se dice que es ideal o teórica cuando la disolución que corresponde al refinado tiene la misma composición que la retenida por el sólido en el extracto.

Para la resolución de los problemas de extracción sólido-líquido se utilizan balances de materia y energía juntamente con el concepto de etapa ideal. Dada la poca importancia de los cambios energéticos en los procesos de extracción industrial se suelen omitir las ecuaciones del balance de energía. Por esto los cálculos se van a basar en la aplicación del balance de materia y teniendo en cuenta el concepto de etapa teórica.

En el caso de que el número de etapas sea pequeño se suelen usar métodos gráficos para la resolución ya que simplifica los cálculos y dan una visión más general del proceso. Los diagramas triangulares en casos como este se suelen desechar ya que los puntos experimentales se agruparían en un extremo. Por esto se utilizará el diagrama rectangular.

En este último se representa en el eje de ordenadas masa de inerte/masa de disolución ($I/(D+S)$), y en el eje de abscisas masa de soluto/masa de disolución ($S/(D+S)$). Se deben situar los puntos de la alimentación inicial así como la sustancia exenta de disolvente.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Se estudiará la extracción de un soluto, en este caso sulfato de cobre, de una mezcla de arena y sulfato de cobre utilizando como disolvente agua.

3. MATERIAL NECESARIO

- **Materiales**

Equipos

Extractor Soxhlet

Manta calefactora

Espectrofotómetro

Tubos de ensayo y rejilla

Matraces aforados

Jeringuilla

Papel de filtro

Reactivos

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (s)

Arena inerte

- **Montaje**

Para llevar a cabo la práctica se usará un extractor tipo Soxhlet, cuyo esquema se representa en la figura adjunta.

En el balón se pone el disolvente a emplear. En el Soxhlet se coloca un cartucho de papel en el que se deposita la alimentación, o sea, soluto más inerte.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La extracción se efectuará en el interior del Soxhlet, en el que se introduce el soluto y el inerte en el cartucho de papel.

En primer lugar se debe llevar a cabo un calibrado de disoluciones de sulfato de cobre a distintas concentraciones comprendidas entre 0 y 50 g/l. Este calibrado debe hacerse con concentraciones que se pueden esperar que van a dar la extracción, porque la ley de Beer presenta limitaciones de linealidad. Para este calibrado se utilizará un espectrofotómetro, registrándose valores de absorbancia. La longitud de onda a la que se deben llevar a cabo las medidas de absorción es a 590 nm.

Se llevarán a cabo cuatro extracciones sucesivas hasta retirar una cantidad de sulfato de cobre adecuada. Se hará una toma de muestra al final de cada etapa para conocer la concentración de sulfato de cobre en la disolución.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

- 1) Realizar un seguimiento del proceso de extracción, etapa a etapa. Estimar el rendimiento de cada etapa.
- 2) Comparar los resultados experimentales con los teóricos, para cada etapa. Analizar posibles causas de error.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Ocón, J.; Tojo, G. “Problemas de Ingeniería Química”. Ed. Aguilar. Madrid. (1975).
- King, C. J. “Procesos de Separación”. Ed. Reverté. Barcelona. (1980).
- Costa López, J. “Curso de Ingeniería Química”. Ed. Reverté. Barcelona. (1994).

7. ABSORCIÓN EN COLUMNA DE RELLENO

Tipo de operación: Absorción.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La separación de uno o más componentes de una mezcla de gases por absorción en una fase líquida adecuada es la operación de ingeniería química que ocupa e segundo lugar en orden de importancia entre las basadas en la transferencia de materia. El diseño del equipo experimental para realizar la experimentación debe satisfacer como requisito principal un contacto íntimo entre las fases. Dos son los métodos de contacto entre fases: continuo o intermitente. En una operación en continuo la fase gas ascendente se pone en contacto en contracorriente con el líquido. La corriente líquida fluye por el fondo de la columna y el gas residual por la parte superior. El líquido absorbente ha de tener baja presión de vapor a la temperatura de trabajo y capacidad selectiva para disolver algún componente de la mezcla gaseosa. El componente absorbido difunde desde la fase gas a la fase líquida.

La velocidad del proceso de absorción viene determinada por factores hidrodinámicos y factores físico-químicos de las fases en contacto. Entre los primeros intervienen el tipo de “contactador” gas-líquido, la geometría de contacto, los caudales de las corrientes de gas y líquido, el nivel de turbulencia, etc, ..., y entre los segundos, las propiedades de la fase líquida (densidad, tensión superficial y viscosidad) y la solubilidad y difusividad del gas en el líquido. En el caso de la absorción con reacción química intervienen además la ecuación cinética de la reacción entre el gas y el reactante en la fase líquida.

Puede establecerse empíricamente que la velocidad de absorción (N) es proporcional al área interfacial (A) y a la fuerza impulsora entre las fases, actuando como factor de proporcionalidad el coeficiente de transferencia de materia.

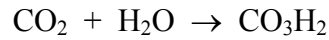
Para sistemas en los que en los que la fase gas está constituida por un gas puro, no hay resistencia a la transferencia en la fase gas y puede utilizarse indistintamente el coeficiente global o individual. La ecuación resultante es:

$$N = k_L \cdot a \cdot (\Delta C)$$

En contactadores gas-líquido de geometría definida puede determinarse el área interfacial y de esta manera conocer el término $k_L \cdot a$. En cualquier caso, si esta no fuese conocida se determinaría el término $k_L \cdot a$.

Existen distintos sistemas para llevar a cabo esta operación pero destacan en gran manera las columnas de distintas geometrías, y con distintos tipos de relleno. Una vez que se conoce el tipo de relleno se puede conocer el área interfacial que éste ofrece.

Cuando se ponen en contacto CO₂ y agua (que es nuestro caso) se produce la absorción del gas en la fase líquida, quedando en su mayor parte disuelto en forma molecular. Solamente una muy pequeña parte reacciona según:



Disociándose a continuación:



2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Se trata de estudiar la absorción de gas en líquidos mediante el estudio de las condiciones de operación características, y calcular el coeficiente de transferencia de materia, o bien, el término $k_L \cdot a$.

3. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Equipos

Torre de relleno	Anillos Raschig (3/8")
2 rotámetros de gases	1 manómetro de agua
1 rotámetro de líquidos	

Reactivos

Bombona de CO₂

- Montaje

Este consta de una columna de vidrio con un relleno de anillos Raschig con entrada de gas por la parte inferior y de líquido, en contracorriente por la cabeza de la columna. En este caso la corriente gaseosa será CO₂ puro y la corriente líquida será agua.

Se dispone de tres rotámetros, dos para medir el flujo de gas a la entrada y a la salida de la columna, y un tercero para medir el flujo de líquido circulante. Aparte existe un manómetro en donde se registra la caída de presión que se produce en la circulación de los fluidos a través de la columna de relleno.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1°.- Calibrar el rotámetro de líquido, y comprobar que con la columna seca los rotámetros del gas dan medidas iguales.

Calibrado del rotámetro de gas de entrada:

Caudal= $0,3066 \cdot X + 0,8276$ (caudal en L/min y X posición de la boya en el rotámetro).

Calibrado del rotámetro de gas de salida:

Caudal= $0,2971 \cdot X + 0,9275$ (caudal en L/min y X posición de la boya en el rotámetro).

2°.- Determinarse la caída de presión con la columna seca a diferentes caudales de gas circulante.

3°.- Determinarse la caída de presión con la columna mojada. Ensayar diferentes caudales de gas con cada caudal de líquido, realizando medidas de los caudales de entrada y salida de gas.

4°.- Determinarse la concentración de gas absorbido en el agua, realizando una valoración volumétrica del agua efluente con una disolución de NaOH de concentración conocida en la que se añadieron unas gotas de disolución de fenolftaleína (se ha de estimar previamente qué concentración de NaOH podría ser adecuada para minimizar los errores).

4°.- Determinar el módulo $k_L \cdot a$ ($a=A/V$ específica del relleno). Determinar el coeficiente de transferencia de materia para distintos caudales de líquido, y para cada uno de ellos a diferentes caudales de gas.

Preparación de la disolución de fenolftaleína

La preparación de la disolución de fenolftaleína se realizará disolviendo 0,1 g de fenolftaleína en 100 ml de alcohol del 95-98% (v/v)

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Analizar la pérdida de carga en función de los caudales de gas y de líquido. Determinar $k_L \cdot a$ a través de correlaciones empíricas extraídas de la bibliografía y comparar sus valores con los obtenidos experimentalmente.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Coulson, J. M. et al. “Chemical Engineering”. Volumen 2, 4ª edición. Ed. Butterworth-Heinemann. (1991).
- Danckwerts, P. V. “Gas-Liquid Reactions”. Ed McGraw Hill Co.(1970).
- Levenspiel, O. “Ingeniería de la Reacción Química”. Ed. Reverté. (1974).
- Vián, A.; Ocón, J. “Elementos de Ingeniería Química”. Ed. Aguilar. (1967).

8. ABSORCIÓN EN TANQUE AGITADO

Tipo de operación: Absorción.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La absorción de gases es una de las operaciones unitarias más comunes en la industria química. Uno de los objetivos principales que se pretenden conseguir es la determinación de las condiciones que conducen a incrementar la velocidad del proceso. Ello viene definido por la naturaleza del sistema gas-líquido, el área interfacial y por la hidrodinámica del sistema de contacto entre las fases.

La existencia de una reacción química entre el gas absorbido y un reactante presente en la fase líquida, incrementa la fuerza impulsora del proceso y con ello la velocidad de absorción.

Sistemas de contacto con agitación aumentan el coeficiente de transferencia de materia y con ello, la velocidad de absorción.

En esta práctica se absorbe CO₂ puro en fases líquidas constituidas por agua y por disoluciones acuosas. El sistema de contacto está formado por una célula con agitación que permite que trabajar de manera continua respecto a la fase gas, pero de forma discontinua en el caso del líquido.

La velocidad de absorción (N) de un soluto gaseoso en una fase líquida determinada viene dada genéricamente por la siguiente ecuación:

$$N = K \cdot A \cdot \Delta C$$

donde K es el coeficiente de transferencia de materia, A el área interfacial entre fases y ΔC la fuerza impulsora del proceso. En sistemas constituidos por fases gaseosas de un soluto puro el proceso (físico o con reacción química) tiene lugar en la fase líquida ya que no hay resistencia a la transferencia de componente en la fase gas, o sea, que el proceso está controlado por la fase líquida. Por esto, K puede identificarse con el coeficiente individual de transferencia de materia en la fase líquida, k_L .

La fuerza impulsora viene determinada por la diferencia entre C^e , solubilidad del gas en el líquido y C^0 , concentración del gas en el seno del líquido que, en el caso de reacción química será nula (si todo el gas reacciona).

El área interfacial se asume como el área geométrica de contacto entre fases. De esta manera, la ecuación se reduce a:

$$N = k_L \cdot A \cdot (C^e - C^0)$$

En el caso de que la absorción de un gas sea física en un volumen dado de líquido (sistema no estacionario) la variación de la concentración del gas en el líquido con el tiempo viene dada por la expresión:

$$\frac{dC}{dt} = k_L \cdot a \cdot (C^e - C)$$

siendo a el área interfacial específica: $a = \frac{\text{Superficie}(A)}{\text{Volumen}(V)}$

Si se resuelve la ecuación diferencial se obtiene una ecuación linealizada que nos da una recta con pendiente $k_L \cdot a$.

Se debe atender que para calcular la concentración en cada momento se deben conocer los moles y para ello se deben sumar los que ya se han absorbido con anterioridad al intervalo de tiempo que se esté considerando.

El valor de k_L viene determinado por variables de índole hidrodinámica. Así influyen el tipo de agitador (su geometría, su número de palas, etc...), la velocidad de giro y otros factores como son las propiedades físicas de la fase líquida (viscosidad, tensión superficial,...)

Absorción con reacción química

Para el estudio del proceso de absorción con reacción química se ha optado por utilizar una reacción ampliamente estudiada, y que se emplea como método indirecto para la determinación de ciertos parámetros en estudios de absorción. Esta reacción es la de carbonato para dar bicarbonato, bien sean sódicos o potásicos. Dicho sistema funciona como un tampón, permaneciendo el pH constante durante la reacción.

El CO_2 absorbido sufre una reacción moderadamente rápida que, bajo ciertas condiciones, puede considerarse de pseudoprimer orden. Esta reacción puede ser catalizada con As^{3+} aunque, en nuestro caso, se estudiará la reacción sin catalizar.

En este caso, el CO_2 disuelto (absorbido) reacciona con el agua y con los iones OH^- mediante reacciones de primer y segundo orden, respectivamente. La reacción global puede representarse mediante la ecuación:



Esta reacción transcurre mediante una serie de etapas reversibles y simultáneas, que conforman un mecanismo de reacción muy complejo.

En el caso de una disolución tampón carbonato-bicarbonato, con concentraciones 0.5M de ambos aniones, se ha comprobado que la concentración de CO_2 que pudiera estar en equilibrio resulta despreciable. De esta forma, la reacción puede considerarse irreversible, y que transcurre totalmente en la película. Considerando que se verifica la condición de pseudoprimer orden, la intensidad de absorción vendrá dada por:

$$n = C_{\text{CO}_2}^* \cdot A \cdot (k_L^2 + k_1 \cdot D_{\text{CO}_2})^{1/2} \quad (2)$$

donde:

n : Intensidad de absorción ($\text{mol/L}\cdot\text{m}^3/\text{s}$).

$C_{\text{CO}_2}^*$: Solubilidad o concentración de equilibrio (mol/L).

A : Area interfazial (m^2).

k_L : Coeficiente individual de transferencia de materia (m/s).

k_1 : Coeficiente cinético de pseudoprimer orden (s^{-1}).

D_{CO_2} : Difusividad del CO_2 en agua (m^2/s).

El coeficiente cinético k_1 viene definido por:

$$k_1 = k_w + k_{\text{ON}^-} \cdot [\text{OH}^-] \quad (3)$$

Como estudio de interés adicional, resulta interesante la posible variación del coeficiente individual de transferencia de materia, k_L , con la viscosidad de la fase líquida, lo que puede analizarse mediante la adición al agua de un electrolito orgánico, como la sacarosa.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Se estudiará la variación del coeficiente de transferencia de materia respecto a las variables que le afectan, y para el caso práctico que nos ocupa determinar cuales de estas condiciones son las más adecuadas.

3. MATERIAL NECESARIO

- Materiales

Equipos

Célula de diseño normalizado

Varillas agitadoras

Motor eléctrico

Medidor de velocidad de giro

Baño termostataado

Dispositivo humectador

2 medidores de burbuja

Cronómetro

Reactivos

Bombona de CO₂

Carbonato sódico (0.5M)

Bicarbonato sódico (0.5M)

Azúcar

- **Montaje**

El equipo del que se dispone para llevar a cabo esta práctica consta de una célula de diseño normalizado con un dispositivo de agitación mediante una varilla agitadora accionada por un motor eléctrico.

El sistema es discontinuo para la fase líquida, por lo que la célula ha de ser alimentada previamente al comienzo de cada experimento. La célula antes de ser cargada con el líquido debe estar perfectamente purgada de cualquier gas residual, por lo que se hace pasar previamente una corriente de CO₂ durante un cierto tiempo.

El conjunto debe estar inmerso en un baño termostático con el objeto de trabajar a diferentes temperaturas.

De otro lado, se dispone de un borboteador cuya misión es impedir que se produzca el fenómeno de contradifusión del vapor de agua por lo que el CO₂ se satura.

Se dispone de medidores de burbuja para obtener los caudales de gas a la entrada y salida.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Al tratarse de un gas puro, la velocidad de absorción se determina midiendo los caudales de gas a la entrada a la célula y a la salida. La célula debe llenarse con un volumen de agua destilada o disolución de aproximadamente 0,75 y 1 litros.

Se trata de hacer un estudio de absorción determinando el coeficiente de transferencia de materia. Por esto y dado que existen varias variables se debe hacer un estudio amplio abarcándolas todas. Un modelo propuesto puede ser, el iniciar las medidas con un tipo de agitador variando las velocidades de agitación y caudales de gas. El paso siguiente repetir las medidas cambiando de agitador. Pero también tenemos la temperatura como variable, por lo que se deberían llevar a cabo los experimentos a distintas temperaturas (p. ej. 25, 30, 35, 40 °C). Por último se llevarán a cabo experimentos del mismo tipo cambiando el agua por disoluciones de varias concentraciones de azúcar u otros electrolitos, con lo que se estudiará la influencia de la concentración y la naturaleza del electrolito en la absorción.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Analizar la influencia de los distintos factores que se consideren relevantes sobre el coeficiente global de transferencia de materia.

Estimar el ajuste del comportamiento real del sistema al modelo teórico enunciado, y comentar posibles causas de desviación.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Danckwerts, P. V. “Gas-Liquid Reactions”. Ed. McGraw Hill. (1970).
- Charpentier, J. C. “Mass Transfer Rates in Gas-Liquid Absorbers and Reactors”. *Advances in Chemical Engineering*. Academic Press. (1981).
- Vázquez, G., Chenlo, F., Pereira, G. Enhancement of the absorption of CO₂ in alkaline buffers by organic solutes: relation with degree of dissociation and molecular OH density. *Industrial and Engineering Chemistry Research* 36 (6), 2353-2358 (1997).
- Vázquez G., Chenlo F., Pereira G., Vázquez P. “Enhancement of the Absorption of CO₂ in Alkaline Buffer Solutions: Joint Action of Two Enhancers” *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 38 (5), 2160-2162 (1999).

9. TORRE DE HUMIDIFICACIÓN

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Las operaciones más sencillas en las que se presenta una transferencia simultánea de masa y de calor son la humidificación y la deshumidificación. Las operaciones de humidificación se utilizan para controlar la humedad de un proceso, pero más frecuentemente para enfriar y recuperar el agua utilizada como medio de enfriamiento en un proceso. Esto se logra mediante el contacto directo con aire, el cual se encuentra a una temperatura menor que el agua.

Las torres de enfriamiento se clasifican de acuerdo al medio utilizado para suministrar aire a torre:

1. Tiro Forzado: el ventilador se encuentra instalado en la parte inferior de la torre, de manera que el aire es empujado para que fluya a través de ella.
2. Tiro Inducido: el ventilador se encuentra instalado en la parte superior de la torre, con lo cual el aire es succionado para que pase a través de la misma.
3. Tiro Natural: no existe ventilador y el flujo de aire es consecuencia únicamente de la convección natural.

La operación de una torre de enfriamiento consiste en el contacto continuo de dos fases: un líquida y otra gaseosa. Cuando las fases entran en contacto se transfiere calor y materia de una fase a la otra. En la transferencia de materia, generalmente uno de los componentes se transfiere en mayor medida que el otro.

El balance de materia permite establecer la relación entre los caudales:

$$G_1 + L_1 = G_2 + L_2$$

donde: G es el gasto másico del aire; L es el gasto másico del agua; 1 y 2 se refieren a la entrada y a la salida respectivamente. El balance de energía global es:

$$G_1 \cdot i_{G1} + L_1 \cdot i_{L1} = G_2 \cdot i_{G2} + L_2 \cdot i_{L2}$$

donde i es la entalpía de la corriente respectiva.

Para diseñar o conocer la operación de un equipo de contacto continuo, es necesario considerar la velocidad de transferencia de materia y el tiempo de contacto entre las fases. Una forma de determinar estos factores, es calculando el número de unidades de transferencia de materia (NUT) y la altura de una unidad de transferencia (HUT) en base a los balances de materia y energía. El NUT para la fase gaseosa se define haciendo un balance diferencial en una zona de la torre, como:

$$NUT_G = \int_{i_{G1}}^{i_{G2}} \frac{di}{(i_i - i_G)}$$

donde NUT_G es el Número de Unidades de Transferencia individuales con respecto al gas, i ; es la entalpía de la interfase y i_G es la entalpía de la corriente gaseosa. La ecuación anterior establece que la fuerza motriz existente para que se presente el fenómeno de humidificación, es la diferencia de entalpía entre la corriente gaseosa y la entalpía en la interfase aire - agua (el denominador dentro de la integral).

Del mismo balance diferencial de una torre se puede definir a la Altura de la Unidad de Transferencia como:

$$HUT_G = \frac{G_s}{(k_y \cdot a)}$$

donde NUT_G es la Altura de la Unidad de Transferencia individual para el gas, G_s es la velocidad másica de la corriente gaseosa, k_y es el coeficiente individual de transferencia de materia para la fase gaseosa y a es el área de contacto interfacial por unidad de volumen de torre.

Cabe mencionar que la velocidad másica se calcula dividiendo el gasto de aire seco por el área transversal de la torre. De lo anterior, se obtiene que la altura de diseño de una torre se puede obtener como la multiplicación del número de unidades de transferencia por la altura de la unidad de transferencia que debe tener cada una de estas unidades:

$$z = NUT_G \cdot HUT_G$$

donde z es la altura de la torre.

2. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Comprender el proceso de enfriamiento de agua por evaporación como una transferencia simultánea de materia y de calor.

3. MATERIAL NECESARIO

- Montaje

La figura 1 muestra un esquema de la torre de humidificación que emplearemos en esta práctica.

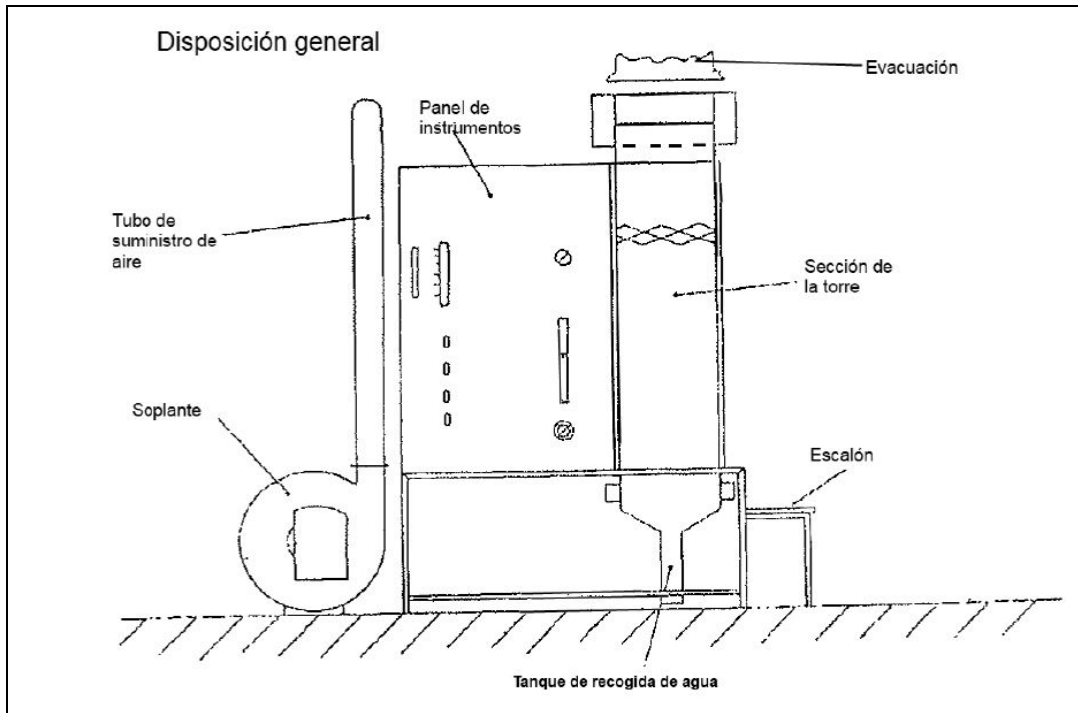


Figura 1. Torre Enfriamiento de Laboratorio,

Consta de:

- Torre de enfriamiento de agua, marca Hilton, tipo tiro forzado, sus dimensiones son: Largo: 30 cm, ancho: 30 cm, altura: 2.35 m. La altura de su empaque es: 1.27 m. y está construida de aluminio esponjado anodizado (deployé), con un total de 57 rejillas y cinco secciones para toma de datos a lo largo de la torre.
- Soplante de aire.
- Calentador de agua. Cuatro calentadores de agua tipo resistencia, con una capacidad de calentamiento de 2.5 kJ/s.
- Manómetro del aire. Provoca la caída de presión del aire entrante.
- Tanque de alimentación. Alimentación de agua por gravedad.
- Rotámetro para flujo de agua con indicador de altura del flotador.
- Termómetros para medir la temperatura del agua de entrada y a la salida.
- Termómetro para medir la temperatura de bulbo seco (t.b.s.) del aire de entrada.
- Termómetro para medir la temperatura bulbo húmedo (t.b.h) del aire de entrada.
- Termómetro para medir la t.b.s. del aire de salida.
- Termómetro para medir la t.b.h. del aire de salida.
- Termómetros para medir la temperatura en las distintas secciones de la torre

- Hidrómetro digital

El funcionamiento de la torre de enfriamiento de agua por evaporación es el siguiente:

El agua entra por la parte superior y cae a través de pulverizadores hasta la parte baja de la torre, que esta conformada por un sistema abierto al aire, el cual por su parte, entra por la parte inferior, poniéndose en contacto con el agua a lo largo y alto de toda la torre.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Elegir los caudales de agua caliente y aire. Esperar a la estabilización de las temperaturas. Anotar todas las indicaciones experimentales. Para poder conocer el valor del caudal de agua se utiliza un rota metro que previamente debemos calibrar.

Repetir el ensayo con varias combinaciones de caudales diferentes.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Verificar los balances de materia y de energía en una torre de enfriamiento. Analizar el proceso de enfriamiento del agua. Identificar las variables que afectan su operación.

Calcular las rectas de operación a distintos caudales y temperatura de agua

Aplicar el concepto de unidad de transferencia de masa y calcular el número de unidades de transferencia de masa y altura de una unidad de transferencia por diferentes métodos.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Ocón, J. y Tojo, G. "Problemas de Ingeniería Química". Operaciones basicas. Vol 1, Ed. Aguilar (1986).
- Coulson J.M. and Richardson J.F., Chemical Engineering vol 1., 4ª Ed, Ed. Pergamon Press Heinemann (1990).