

# **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

## **ESTUDIO FLUIDODINÁMICO EN UNA COLUMNA RELLENA CON EMPAQUE ESTRUCTURADO SULZER SMVP, CON DIRECCIÓN DE TRANSFERENCIA DE MASA DE LA FASE DISPERSA A LA FASE CONTINUA**

TUTORES ACADÉMICOS: Prof. Hinda Elman  
Prof. Anubis Pérez

Presentado ante la ilustre  
Universidad Central de  
Venezuela para optar al Título  
de Ingeniero Químico  
Por los Brs. Altuve Chacín, María Isabel  
Cueto González, Frederick

Caracas, Noviembre 2002

**Altuve, Ch., María I.**

**Cueto G., Frederick**

**ESTUDIO FLUIDODINÁMICO EN UNA COLUMNA RELLENA CON  
EMPAQUE ESTRUCTURADO SULZER SMVP, CON DIRECCIÓN  
DE TRANSFERENCIA DE MASA DE LA FASE DISPERSA A LA  
FASE CONTINUA**

**Tutores Académicos: Prof. Hinda Elman y Prof. Anubis Pérez.**

**Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería**

**Escuela de Ingeniería Química. Año 2002, 134 p.**

**Palabras Claves: Extracción líquido- líquido, relleno estructurado SMVP,  
transferencia de masa, fluidodinámica, retención de la fase dispersa,  
inundación.**

**Resumen.** El objetivo de este trabajo fue evaluar desde el punto de vista fluidodinámico y de transferencia de masa, de una columna empacada con relleno estructurado Sulzer SMVP, para el sistema n-Butanol / Ácido succínico / Agua, así como también estudiar la capacidad de predicción de los valores obtenidos experimentalmente por diversos modelos fluidodinámicos reportados en la literatura. Para cumplir con los objetivos planteados se llevaron a cabo ocho (11) pruebas en un rango de relaciones de fases comprendido entre 0,35 y 2,00; obteniéndose que la carga máxima oscilaba entre 46-60 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h.

Con la finalidad de evaluar la influencia de la transferencia de masa se realizaron pruebas con las fases pre-saturadas, obteniéndose como resultado desviaciones de 10% para el balance de masa global y 44% para el balance de masa en ácido; de igual forma se obtuvo que el porcentaje de extracción de la columna se ubica en un 62,5%. Adicionalmente se obtuvo que la altura equivalente a un plato teórico de separación, oscila entre 0,59 m y 1,08 m.

Los modelos de capacidad máxima evaluados arrojan resultados por debajo de los experimentales, observándose que el modelo que predice mejor la capacidad máxima y las velocidades de inundación de cada fase es el propuesto por Kumar y Hartland con una desviación promedio de 14%. El modelo que describe con menor desviación promedio, el comportamiento de la retención ante variaciones de la relación de fases, fue el propuesto por Mackowiak y Billet (11%), seguido por el de Kumar y Hartland (15%) y por último Seibert y Fair (33%). Tanto el modelo de Mackowiak y Billet como el Streiff y Jancic presentaron desviaciones promedio similares (21% y 19%), para el cálculo de la retención en la inundación. En forma global las desviaciones promedio que arrojaron todos los modelos para cada una de las variables fluidodinámicas analizadas, se mantuvieron dentro de los valores máximos predichos por los investigadores.

Entre las recomendaciones más importantes, está revisar el procedimiento de pre-saturación de las fases y tomar los valores del Índice de Refracción de las fases en la alimentación y en las salidas de la columna, con la finalidad de cuantificar la cantidad de agua y n-butanol que se transfiere a lo largo de la columna.

**ÍNDICE**

	.... Pág.
Índice de Tablas .....	iv
Índice de Figuras .....	vii
Lista de Símbolos .....	x
Símbolos griegos .....	xiv
1. Introducción .....	1
2. Fundamentos .....	2
2.1. Antecedentes .....	2
2.2. Planteamiento del problema .....	3
2.3. Objetivo general .....	3
2.4. Objetivos específicos .....	3
3. Generalidades .....	5
3.1. La extracción líquido-líquido como un proceso de transferencia de masa .....	5
3.1.1. Descripción general de la extracción líquido-líquido .....	6
3.1.2. Aplicaciones .....	8
3.1.3. Equipos industriales de contacto continuo más empleados .....	10
3.2. Columnas empacadas para servicios de extracción líquido-líquido. Rellenos estructurados .....	12
3.2.1. Columnas empacadas .....	13
3.2.2. Empaque estructurado SULZER SMVP .....	15
4. Descripción del sistema químico del proceso .....	18
4.1. Selección del sistema .....	18
4.2. Equilibrio del sistema n-Butanol-Ácido succínico-Agua .....	19
4.3. Transferencia de masa. Obtención de la altura equivalente a un plato teórico .....	22
5. Análisis de las variables del proceso en un esquema de extracción en fase líquida. ....	26
5.1. Diámetro de gota ( $d_{vs}$ ) .....	26
5.2. Retención .....	27
5.3. Mezclado axial .....	29
5.4. Cargas límites .....	31
5.5. Velocidad de deslizamiento ( $U_{slip}$ ) .....	32
5.6. Velocidad terminal .....	33

---

5.7. Influencia de la transferencia de masa en un esquema de ELL.....	33
6. Modelos fluidodinámicos para columnas empacadas con rellenos estructurados.....	35
6.1. Modelo de Kumar y Hartland.....	35
6.1.1. Tamaño de gota.....	36
6.1.2. Retención de la fase dispersa.....	37
6.1.3. Velocidad de deslizamiento.....	37
6.1.4. Velocidades de inundación.....	38
6.2. Modelo de Seibert y Fair.....	41
6.2.1. Diámetro de gota.....	42
6.2.2. Fluidodinámica de la gota.....	43
6.2.3. Retención de la fase dispersa.....	46
6.2.4. Inundación.....	47
6.3. Modelo de Mackowiak y Billet.....	48
6.3.1. Diámetro medio de gota Sauter.....	48
6.3.2. Cargas límite (Inundación).....	50
6.3.3. Retención de la fase dispersa.....	52
6.4. Modelo de Streiff y Jancic.....	55
7. Descripción de la unidad piloto.....	57
8. Metodología.....	60
8.1. Recopilación de la información.....	60
8.3 Determinación de las curvas de equilibrio para el sistema n-Butanol/Ácido succínico/Agua @ 20°C.....	61
8.3 Pre-saturación parcial de las fases.....	61
8.2. Familiarización y diagnóstico de la planta piloto.....	62
8.3. Pruebas en la planta piloto en el estado estacionario de transferencia de masa y en la inundación, para lo cual se empleó una concentración de soluto del 1% en peso y dirección de transferencia de masa D→C.....	64
8.3. Determinación experimental de la retención en el estado estacionario de transferencia de masa y en la inundación.....	65
9. Procedimiento experimental.....	69
8.1. Procedimiento para preparar las cargas de alimentación.....	69
9.2. Procedimiento de arranque de la planta de extracción líquido-líquido.....	70
9.3. Procedimiento para la determinación experimental de la retención en el estado estacionario de transferencia de masa.....	70

---

9.4. Procedimiento para la determinación experimental de la inundación. ....	71
9.5. Procedimiento para la determinación experimental de la retención en la inundación. .....	72
9.8. Procedimiento para la determinación experimental de la curva de equilibrio a 20°C del sistema n-butanol-ácido succínico-agua.....	72
10. Plan de experiencias .....	73
10.1. Pruebas para la determinación de la curva de equilibrio a 20°C.....	73
10.2. Pruebas de transferencia de masa.....	74
10.3. Pruebas de retención en el estado estacionario de transferencia de masa. ....	75
10.4. Pruebas de inundación .....	76
11. Resultados y Discusión .....	77
11.1 Diámetro de gota. ....	77
11.2 Velocidad de deslizamiento. ....	80
11.3 Retención.....	82
11.4 Capacidad Máxima y Velocidades de Inundación .....	92
11.5 Retención de la fase dispersa en la inundación. ....	100
11.6 Resultados de Transferencia de masa .....	102
11.7 Porcentaje de extracción de ácido succínico.....	106
11.8 Altura equivalente a una etapa teórica (HETP) .....	107
12. Conclusiones y Recomendaciones.....	111
12.1 Conclusiones .....	111
12.2 Recomendaciones .....	113
13. Bibliografía.....	115
14. ANEXO 1: Calibración de los rotámetros .....	118
15. ANEXO 2: Curvas empleadas para la pre-saturación de las fases .....	121
16. ANEXO 3: Hojas de datos experimentales.....	122
16.1 Tablas de datos pruebas experimentales .....	122
16.2. Hojas de datos experimentales de las pruebas de equilibrio a 20°C .....	127
17. ANEXO 4: Resultados intermedios.....	129
17.1. Resultados de las Pruebas Experimentales .....	129
17.2. Trazado de Etapas por el método de McCabe-Thiele .....	132
17.3. Resultados de las Pruebas de Equilibrio a 20°C.....	133

## ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla N° 1.- Identificación de cada una de las corrientes involucradas en el proceso de ELL .....	8
Tabla N° 2.- Ejemplos de aplicaciones para la extracción líquido-líquido. ....	10
Tabla N° 3.- Ejemplos de Algunos Equipos de Extractores Líquido-Líquido.....	10
Tabla N° 4.- Clasificación de los contactores industriales. ....	12
Tabla N° 5.- Propiedades Físicas del Sistema. ....	19
Tabla N° 6.- Valores determinados experimentalmente de HETP para distintas configuraciones de empaque.....	25
Tabla N° 7.- Valores de $C_{1d}$ para el cálculo de los caudales límites para diferentes tipos de empaque estructurados. ....	40
Tabla N° 8.- Número de Puntos Empleados en la Determinación de las Correlaciones. ....	41
Tabla N° 9.- Constantes adimensionales $C_{0a}$ y $C$ para la determinación de la velocidad de inundación, por el modelo de Mackowiak y Billet. ....	52
Tabla N° 10.- Métodos mediante los cuales se puede determinar cada variable.....	68
Tabla N° 11.- Valores de diámetro de gota obtenidos a partir de los modelos empleados... ..	78
Tabla N° 12.- Valores de velocidad de deslizamiento obtenidos a partir de los modelos empleados. ....	81
Tabla N° 13.- Valores de retención de la fase dispersa.....	86
Tabla N° 14.- Valores de las pendientes resultantes de las rectas, al graficar Retención vs $U_d$ (mm/s). ....	91
Tabla N° 15.- Valores de Velocidades de inundación de la fase continua, experimentales y teóricos ( $U_{c,fi}$ ).....	93
Tabla N° 16.- Valores de Velocidades de inundación de la fase dispersa, experimentales y teóricos ( $U_{d,fi}$ ) .....	93
Tabla N° 17.- Valores de capacidad máxima, experimentales y teóricos ( $B_{máx}$ ).....	94
Tabla N° 18.- Valores de capacidad máxima obtenidos a partir del modelo de Kumar y Hartland, límites máximos y mínimos. ....	99
Tabla N° 19.- Valores de Retención en la Inundación, experimentales y teóricos ( $\Phi_{fi,exp}$ , $\Phi_{fi,teo}$ ).....	101
Tabla N° 20. Balance de masa global del sistema .....	103

Tabla N° 21. Porcentajes de desviación de los diferentes Balances de Masa.....	105
Tabla N° 22.- Porcentaje de extracción de ácido. ....	106
Tabla N° 23.- Datos de equilibrio a 28°C para el sistema n-Butanol/Ácido succínico/Agua. ....	108
Tabla N° 24.– Número de etapas teóricas y HETP, para el sistema en estudio a 28°C. ....	109
Tabla N° 25.– HETP, resultados reportados por Seibert, Humphrey y Fair .....	109
Tabla N° 26. Lecturas obtenidas por el medidor de flujo para el rotámetro que controla la fase continua (FI-200).....	119
Tabla N° 27. Lecturas obtenidas por el medidor de flujo para el rotámetro que controla la fase dispersa (FI-100).....	119
Tabla N° 28.- Datos Iniciales. ....	122
Tabla N° 29.- Caudales y Velocidades de Operación en el E.E.T.M.....	122
Tabla N° 30.- Titulaciones realizadas en la fase continua para comprobar que se alcanzó el E.E.T.M. ante de la corrida. ....	123
Tabla N° 31.- Titulaciones realizadas en la fase continua para comprobar que se alcanzó el E.E.T.M. durante la corrida. ....	123
Tabla N° 32.- Propiedades de la Fase Continua, hasta alcanzar el E.E.T.M. ....	124
Tabla N° 33.- Propiedades de la Fase Dispersa, hasta alcanzar el E.E.T.M. ....	124
Tabla N° 34.- Propiedades físicas de las muestras tomadas en el E.E.T.M. ....	125
Tabla N° 35.- Caudales a la salida de la fase continua y dispersa experimental en el E.E.T.M. ....	125
Tabla N° 36.- Datos para evaluar la retención de la fase dispersa experimental. ....	125
Tabla N° 37.- Datos para evaluar la retención en la inundación de la fase dispersa experimental. ....	126
Tabla N° 38.- Datos requeridos para aplicar el método de cálculo. ....	127
Tabla N° 39.- Datos de la Fase Acuosa requeridos para aplicar el método de cálculo.....	128
Tabla N° 40.- Datos de la Fase Orgánica requeridos para aplicar el método de cálculo. ....	128
Tabla N° 41. Propiedades obtenidas para las diferentes muestra tomadas hasta alcanzar el E.E.T.M. de la corrida 5ADC ( $\lambda=1,50$ ). ....	129
Tabla N° 42. Composiciones de ácido succínico en las diferentes corrientes de la torre de extracción en el E.E.T.M.....	130
Tabla N° 43. Propiedades físicas promedio. ....	130
Tabla N° 44. Tensiones interfaciales experimentales primera ronda de corridas. ....	131
Tabla N° 45. Tensiones interfaciales experimentales segunda ronda de corridas.....	131

---

Tabla N° 46.– Valores de equilibrio obtenidos en las pruebas para el sistema n-butanol/ácido succínico/agua a 20°C. ....	133
Tabla N° 47.– Valores de equilibrio obtenidos por otros investigadores para el sistema n-butanol/ácido succínico/agua a 20°C. ....	133

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura N° 1.- Esquema de una extracción líquido-líquido .....	7
Figura N° 2.- Diagrama esquemático de una separación simple por extracción en fase líquida. ....	20
Figura N° 3.- Sistema de dos componentes parcialmente solubles A y B, y un sólido C.....	21
Figura N° 4.- Perfiles típicos de concentración y diagrama McCabe-Thiele. Sistema de prueba: butanol/ácido succínico/agua, fase orgánica dispersa .....	23
Figura N° 5.- Procedimiento de McCabe-Thiele para la Obtención del Número de Etapas Teóricas (HETP). ....	24
Figura N° 6. –Perfil del tamaño de gota en función de la altura de la columna. <sup>[15]</sup> .....	27
Figura N° 7.– Retención de la fase dispersa como función de la velocidad superficial de la fase continua. (Parámetro: Velocidad superficial de la fase dispersa $U_d$ (m/s) $U_{d1} > U_{d2}$ ). ....	28
Figura N° 8.– Retención de la fase dispersa como función de la velocidad superficial de la fase dispersa. (Parámetro: Velocidad superficial de la fase continua $U_c$ (m/s) $U_{c1} > U_{c2}$ ) <sup>[6]</sup> .....	29
Figura N° 9.– Efecto del mezclado axial en los perfiles de concentración dentro de las columnas ( $\Delta C$ ). ....	30
Figura N° 10.- Porcentaje de pruebas realizadas para cada variable fluidodinámica, según el tipo de transferencia de masa .....	41
Figura N° 11.– Efecto de la superficie del empaque .....	44
Figura N° 12.- Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase continua para empaques apilados. Parámetro: velocidad superficial de la fase dispersa. ....	53
Figura N° 13.- Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase dispersa. Parámetro: velocidad superficial de la fase continua .....	54
Figura N° 14.- Diagrama de flujo de la planta piloto. ....	58
Figura N° 15.- Esquema de la columna de extracción. ....	59
Figura N° 16.- Logaritmo de los valores de retención de la fase dispersa para distintas velocidades de la fase continua. para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol / Agua / Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua. ....	83

Figura N° 17.- Valores de retención de la fase dispersa para distintas velocidades de la fase continua para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol / Agua / Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.....	84
Figura N° 18.- Valores de Retención de la fase dispersa antes de la inundación para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol / Agua / Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua....	86
Figura N° 19.- Valores de Retención para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua $U_c=3,95E^{-03}$ m/s. ....	87
Figura N° 20.- Valores de Retención para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua $U_c=3.07E^{-03}$ m/s. .	87
Figura N° 21.- Valores de Capacidad Máxima (B <sub>máx</sub> ) para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, (sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico) con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.....	94
Figura N° 22.- Valores de Capacidad Máxima (B <sub>máx</sub> ) para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, (sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico) con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua. Banda de resultados experimentales. ....	95
Figura N° 23.- Comportamiento de $U_{c,fl}$ al variar la relación de fases en una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua. ....	95
Figura N° 24.- Comportamiento de $U_{d,fl}$ al variar la relación de fases en una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico, con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua. ....	96
Figura N° 25.- Valores de Retención en la Inundación para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol-Agua-Ácido Succínico.....	101
Figura N° 26.- Curva de calibración del Rotámetro FI-200.....	120
Figura N° 27.- Curva de calibración del Rotámetro FI-100.....	120
Figura N° 28.- Curva de pre-saturación de la fase orgánica. ....	121

---

Figura N° 29.- Curva de pre-saturación de la fase acuosa.....	121
Figura N° 30.- Corrida #5ADC; $\lambda=1,50$ . Trazado de Etapas por el método de McCabe-Thiele, del Sistema n-Butanol/Ácido Succínico/Agua a 28°C.....	132
Figura N° 31.- Corroboración de los datos experimentales de la curva de equilibrio con los obtenidos por otros investigadores .....	134

## LISTA DE SÍMBOLOS

A	Área Interfacial por unidad de volumen ( $m^2/m^3$ )
$A_c$	Área de la sección transversal de la columna ( $m^2$ )
$a_p$	Área superficial específica del relleno ( $m^2/m^3$ )
$a_{p,max}$	Área superficial específica máxima del empaque ( $m^2/m^3$ )
$B_{max_{Exp}}$	Carga máxima de la columna experimental ( $m^3/m^2h$ )
C	Parámetro empírico constante de las ecuaciones 36, 37, 38 Y 40
$C_D$	Coefficiente de arrastre (Adimensional)
$C_1$	Parámetro empírico constante de las ecuaciones 10, 11, 41 y 43
$C_{1c}$	Parámetro empírico constante de la ecuación 13
$C_{1d}$	Parámetro empírico constante de las ecuaciones 14 y 16
$C_{2C}$	Parámetro empírico constante de la ecuación 13
$C_2$	Parámetro empírico constante de la ecuación 30
$C_o$	Parámetro empírico constante de la ecuación 9
$C_{0a}$	Parámetro empírico constante de la ecuación 42 y 43
$C_F$	Parámetro empírico constante de la ecuación 44
$C_M$	Molaridad (mol/l)
$C_N$	Normalidad (N)
$d_{vs}$	Diámetro medio Sauter de las gotas (m)
$d_{vs,fl}$	Diámetro medio Sauter de las gotas en la inundación (m)
$d_h$	Diámetro hidráulico del empaque. (m)
$D_{Torre}$	Diámetro de la torre (m)
ETC	Etapas Teóricas Completas (Adim)
FET	Fracción de Etapa Teórica
g	Aceleración de gravedad ( $m/s^2$ )
$h_{gc}$	Altura de la columna (m)
h	Altura de la sección cónica de la gota (m)
HETP	Altura de empaque equivalente a una etapa teórica de separación (m)
k	Coefficiente global de transferencia de masa mol·kg/( $m^2$ )(hr) (unidad de fracción molar)

L	Longitud del empaque (m)
$m_A$	Coefficiente de distribución
$m_{pv}$	Masa del picnómetro vacío (gr)
$m_{pdi}$	Masa de picnómetro lleno de fase dispersa (orgánica) de alimentación (gr)
$m_{pdf}$	Masa de picnómetro lleno de fase dispersa obtenida como refinado (gr)
$m_{pci}$	Masa de picnómetro lleno de fase continua (acuosa) de alimentación (gr)
$m_{pcf}$	Masa de picnómetro lleno de fase continua obtenida como extracto (gr)
$\dot{m}_{ci}$	Flujo másico de la fase continua (acuosa) en la alimentación (Kg/min)
$\dot{m}_{cf}$	Flujo másico de la fase continua obtenida como extracto (Kg/min)
$\dot{m}_{cf,AS}$	Flujo másico de ácido succínico presente en la solución acuosa en la
$\dot{m}_{di}$	Flujo másico de la fase dispersa (orgánica) en la alimentación (Kg/min)
$\dot{m}_{df}$	Flujo másico de la fase dispersa obtenida como refinado (Kg/min)
$\dot{m}_{di,AS}$	Flujo másico de ácido succínico presente en la solución orgánica en la alimentación de la extracción (gr/min)
$\dot{m}_{df,AS}$	Flujo másico de ácido succínico presente en la solución orgánica en la salida de la
$\dot{m}_e$	Flujo másico que entra a la torre de extracción (Kg/min)
$\dot{m}_{e,AS}$	Flujo másico de ácido succínico que entra a la torre de extracción (gr/min)
$\dot{m}_s$	Flujo másico que sale de la torre de extracción (Kg/min)
$\dot{m}_{s,AS}$	Flujo másico de ácido succínico que sale de la torre de extracción (gr/min)
$\% \dot{m}$	Porcentaje de desviación de los flujos másicos que circulan por la torre
$\% \dot{m}_{AS}$	Porcentaje de desviación de los flujos másicos de ácido succínico que circulan por la torre de extracción (%)
$m_{RPV}$	Peso del recipiente paralelepípedo vacío (Kg)
$m_{RPlleno}$	Peso del recipiente paralelepípedo lleno (Kg)
$M_{AS}$	Masa de ácido succínico (g)
NDP	Número de datos (Adimensional)
NET	Número de etapas teóricas (Adimensional)
$N_{NaOH}$	Normalidad del hidróxido de sodio empleada en la titulación (0,05 eq/L)
$N_{cf}$	Normalidad de la solución acuosa final con ácido succínico (eq/L)
$N_d$	Número de gotas (Adimensional)

$N_{di}$	Normalidad de la solución orgánica inicial con ácido succínico (eq/L)
$N_{df}$	Normalidad de la solución orgánica final con ácido succínico (eq/L)
$PE_{AS}$	Peso equivalente del ácido succínico (59,05 gr/eq).
$P_{pv}$	Peso del picnómetro vacío (gr)
$P_{pdi}$	Peso del picnómetro lleno de fase dispersa (orgánica) de alimentación (gr)
$P_{pdf}$	Peso del picnómetro lleno de fase dispersa obtenida como refinado (gr)
$P_{pci}$	Peso del picnómetro lleno de fase continua (acuosa) de alimentación (gr)
$P_{pcf}$	Peso del picnómetro lleno de fase continua obtenida como extracto (gr)
$Q_{ci}$	Caudal de la fase continua (acuosa) en la alimentación (L/min)
$Q_{cf}$	Caudal de la fase continua obtenida como extracto (L/min)
$Q_{c,fi,exp}$	Caudal de inundación de la fase continua experimental ( $m^3/s$ )
$Q_{di}$	Caudal de la fase dispersa (orgánica) en la alimentación (L/min)
$Q_{df}$	Caudal de la fase dispersa obtenida como refinado (L/min)
$Q_{d,fi,exp}$	Caudal de inundación de la fase dispersa experimental ( $m^3/s$ )
$Re_c$	Número de Reynolds de la fase continua (Adimensional)
%Sep	Porcentaje de separación de la columna de extracción (%)
$U$	Velocidad terminal (m/s)
$U_0$	Velocidad característica (m/s)
$U_{slip}$	Velocidad de deslizamiento (m/s)
$U_{pslip}$	Velocidad de deslizamiento promedio (m/s)
$U_c$	Velocidad superficial de la fase continua (m/s)
$U_d$	Velocidad superficial de la fase dispersa (m/s)
$U_{c,fi}$	Velocidad superficial de la fase continua en la inundación (m/s)
$U_{c,fi,exp}$	Velocidad de inundación de la fase continua experimental (m/s)
$U_{d,fi}$	Velocidad superficial de la fase dispersa en la inundación (m/s)
$U_{d,fi,exp}$	Velocidad de inundación de la fase dispersa experimental (m/s)
VAPDR	Valor absoluto promedio de la desviación relativa (Adimensional)
$V_{NaOH}$	Volumen de hidróxido de sodio gastado en la titulación (ml)
$V_p$	Volumen del picnómetro vacío (ml)
$V_{cf}$	Volumen de la alícuota de solución acuosa final con ácido succínico (ml).
$V_{di}$	Volumen de la alícuota de solución orgánica inicial con ácido succínico (ml).

---

$V_{df}$	Volumen de la alícuota de solución orgánica final con ácido succínico (ml).
$x$	Concentración de soluto en el refinado (Fracción mol)
$x^*$	$x$ en equilibrio con $y$ (Fracción mol)
$x_0$	Concentración de ácido succínico en la solución acuosa final (%p/p).
$y$	Concentración de soluto en el extracto (Fracción mol)
$y^*$	$y$ en equilibrio con $x$ (Fracción mol)
$y_1$	Concentración de ácido succínico en la solución orgánica inicial (%p/p).
$y_{n+1}$	Concentración de ácido succínico en la solución orgánica final (%p/p).
$Z_T$	Altura del empaque dentro de la columna (m)

## SÍMBOLOS GRIEGOS

$\alpha$	Parámetro constante de la ecuación 14 y 16
$\alpha_{AB}$	Volatilidad relativa
$\beta_{AB}$	Selectividad (Adimensional)
$\Delta C$	Diferencia de las concentraciones de soluto en las dos fases con respecto a los valores de equilibrio (Kmol/m <sup>3</sup> )
$\Delta \rho$	Diferencia de densidad entre las fases (Kg/m <sup>3</sup> )
$\Delta P$	Diferencia de presiones a través de una superficie curva (Pa)
$\varepsilon$	Fracción vacía del relleno (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\Phi_s$	Retención estática de la fase dispersa (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\Phi_{d,máx}$	Retención máxima de la fase dispersa (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\Phi_d$	Retención operacional de la fase dispersa (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\Phi_{d,fl}$	Retención operacional de la fase dispersa en la inundación (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\Phi_{fl,exp}$	Retención en la inundación experimental (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\Phi_{exp}$	Retención experimental (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> )
$\eta$	Parámetro empírico de la ecuación 17 (Adimensional)
$\lambda$	Relación entre las velocidades superficiales de las fases dispersa y continua (Adimensional)
$\mu_w$	Viscosidad dinámica del agua a 20°C (Pa*s)
$\mu_c$	Viscosidad dinámica de la fase continua (Pa*s)
$\mu_d$	Viscosidad dinámica de la fase dispersa (Pa*s)
$\nu_c$	Viscosidad cinemática de la fase continua (m <sup>2</sup> /s)
$\theta_a$	Ángulo de ascenso de la gota al elevarse por el empaque (Adimensional)
$\rho_w$	Densidad del agua a 20°C (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_c$	Densidad de la fase continua (acuosa) (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{ci}$	Densidad de la fase continua (acuosa) de alimentación (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{cf}$	Densidad de la fase continua (acuosa) obtenida como extracto (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_d$	Densidad de la fase dispersa (orgánica) (Kg/m <sup>3</sup> )

---

$\rho_{di}$	Densidad de la fase dispersa (orgánica) de alimentación (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{df}$	Densidad de la fase dispersa (orgánica) obtenida como refinado (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{d,ret}$	Densidad de la fase dispersa retenida (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{d,ret,fl}$	Densidad de la fase dispersa retenida en la inundación (Kg/m <sup>3</sup> )
$\sigma$	Tensión interfacial (N/m)
$\Psi_m$	Coefficiente de resistencia de la fase continua (Adimensional)
$\zeta$	Tortuosidad (Adimensional)

## 1. INTRODUCCIÓN

Los procesos de extracción líquido-líquido se llevan a cabo, por lo general, dentro de columnas rellenas con empaques estructurados o al azar. La operación óptima de este tipo de equipos requiere del ajuste continuo de caudales de alimentación y salida, así como las concentraciones de dichas corrientes con el fin de obtener el grado de separación deseado. La posibilidad de contar con herramientas de cálculo que sean capaces de predecir el comportamiento del conjunto de variables que afectan al proceso de transferencia de masa que se lleva a cabo dentro de la torre, facilitan no sólo la solución de problemas de operación y a futuro, sino también el diseño de nuevos equipos.

El presente estudio se encaminó a evaluar el efecto sobre las principales variables fluidodinámicas de la torre las cuales son retención de la fase dispersa, velocidades de inundación de la fase continua y dispersa, capacidades máximas y retención de la fase dispersa en la inundación, al ser modificada las de las fases que se alimentaban. A su vez, se evaluó el efecto de esta variación sobre la difusión del soluto entre las fases dentro de la torre, empleándose una dirección de transferencia de masa de la fase dispersa a la fase continua.

Para obtener cada una de estas variables fluidodinámicas se realizaron un conjunto de pruebas a relaciones de flujo distintas, en una columna rellena con empaque estructurado Sulzer SMVP empleando el sistema n-Butanol/Ácido succínico/Agua. Para cada corrida se prepararon dos soluciones de alimentación, una compuesta por n-butanol parcialmente saturado con agua desmineralizada a la que se le agregaba ácido succínico al 1% p/p, esta mezcla conformaba la fase dispersa; la otra solución, llamada fase continua, estaba conformada por agua desmineralizada parcialmente saturada con n-butanol.

Se tomaron muestras de las corrientes de entrada y salida de cada fase a las cuales se les aplicó un conjunto de pruebas con el fin de obtener propiedades como densidad, viscosidad, tensión interfacial y concentración de ácido succínico en cada fase; así mismo se aplicaron procedimientos experimentales para determinar la retención, velocidades de inundación y retención en la inundación.

## 2. FUNDAMENTOS

Sin duda alguna, antes de desarrollar un trabajo de investigación es necesario realizar una búsqueda de toda información que guarde relación con los aspectos que serán estudiados. A continuación se plantean las razones por las cuales se decide ejecutar el presente estudio.

### 2.1. Antecedentes

Estudios realizados por diversos investigadores han demostrado que los mezcladores estáticos tales como el Sulzer SMVP tienen aplicaciones en diversos procesos de separación, específicamente en la extracción líquido – líquido en contracorriente. Los resultados indican que los mezcladores estáticos son adecuados para poner en contacto dos fases líquidas inmiscibles y que la capacidad del empaque para manejar fluidos es lo suficientemente alta para hacer frente a grandes variaciones en la producción. Así mismo investigadores como Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>, desarrollaron sus modelos a partir de un gran número de datos proporcionados por diez investigadores distintos.

La columna empleada en el presente estudio de investigación, ya ha sido utilizada por otros grupos de investigadores: Di Sarli - García<sup>[19]</sup> cuyo objetivo principal fue evaluar el desempeño del relleno estructurado Sulzer SMVP desde el punto de vista fluidodinámico para un servicio de extracción en fase líquida utilizando como sistema de trabajo Naftas y una Solución de Soda Cáustica; y Ávila – García, quienes evaluaron el efecto de la transferencia de masa en el comportamiento fluidodinámico del relleno Sulzer SMVP durante el proceso de extracción líquido-líquido para el sistema ternario n-butanol / ácido succínico / agua, también determinaron la capacidad máxima del equipo y la retención variando las condiciones de operación.

## **2.2. Planteamiento del problema**

De estudios anteriores se sabe que tanto la dirección de la transferencia de masa como la presencia de un soluto que se distribuye entre las fases influyen en el tamaño de las gotas de la fase dispersa y esto a su vez influye en la retención de la fase dispersa, que a su vez afecta la capacidad máxima de la columna y el área interfacial específica, factores que determinan la eficiencia del proceso de transferencia de masa. Estas razones justifican que se realicen investigaciones en esta dirección, con el objeto de proveer criterios de diseño con respecto a la capacidad del empaque y su eficiencia en procesos de transferencia de masa.

El objetivo fundamental de esta línea de investigación es el recopilar la mayor cantidad de información que permita establecer parámetros de diseño y condiciones límites de operación de columnas empacadas con relleno SMVP, con miras tanto a la investigación como a la generación de ingresos propios al solventar problemas reales de las empresas que posean este tipo de equipos.

## **2.3 Objetivo general**

Evaluar el efecto de la variación de la velocidad de la fase dispersa y la fase continua, en el comportamiento fluidodinámico de una columna de extracción líquido-líquido rellena con empaque estructurado Sulzer SMVP, con dirección de transferencia de masa de la fase dispersa a la fase continua

## **2.4 Objetivos específicos**

- Determinar la capacidad máxima de la columna para una concentración de soluto de 1% y diferentes condiciones de operación.
- Realizar pruebas de retención tanto en el estado estacionario de transferencia de masa como en la inundación.

- Analizar el efecto de la relación de fases (velocidad de la fase dispersa/velocidad de la fase continua) que se emplee, en el desempeño fluidodinámico y en la eficiencia en el proceso de transferencia de masa.
- Determinar el efecto que produce la variación de la relación de fases sobre la eficiencia de separación de la torre.
- Determinar la altura de empaque equivalente a una etapa teórica de separación (HETP), para el empaque en estudio bajo las condiciones de operación.
- Determinar la curva de equilibrio del sistema n-Butanol/Ácido succínico/Agua @ 20°C, empleado en el estudio.

### 3. GENERALIDADES

Con el fin de comprender de forma sencilla la extracción líquido-líquido, sus aplicaciones industriales, así como, los equipos involucrados en la técnica de separación antes mencionada, se presentan a continuación los conceptos básicos relacionados con la extracción líquido-líquido. Se hará especial énfasis en los equipos que poseen como configuración física empaque estructurado para llevar a cabo el proceso de separación, explicando particularmente las características del empaque estudiado en el presente Trabajo de Grado, *Sulzer SMVP*.

#### **3.1. La extracción líquido-líquido como un proceso de transferencia de masa**

Desde los inicios de la industria de procesos, el proceso de separación mayormente empleado para separar los componentes de una mezcla líquido-líquido, ha sido la destilación. Las mezclas de compuestos que poseen características fisicoquímicas que impidan la aplicación de la destilación como método de separación, han ocasionado la necesidad de desarrollar procedimientos alternos para separar los componentes que conforman dichas mezclas, entre los que se encuentra la extracción líquido-líquido como alternativa.<sup>[1]</sup>

La extracción como proceso de separación es mucho más compleja que la destilación, debido a que se necesita la presencia de un solvente. En la destilación el sistema más sencillo es binario, mientras que en la extracción es ternario. Para tener una idea de la ventaja que lleva la destilación sobre la extracción sólo en Estados Unidos para el año 1.999, se conoce que existían 40.000 torres de destilación contra 1.000 de extracción. A pesar de esta diferencia en números y de la complejidad de la extracción respecto a la destilación, día a día se encuentran nuevas aplicaciones que ofrecen ventajas de la extracción líquido-líquido (extracción líquido-líquido en el futuro se representará como ELL) frente a la destilación.<sup>[1]</sup>

Explicar a profundidad los aspectos prácticos de la tecnología de ELL resulta en ocasiones complicado, principalmente debido a que el diseño de los equipos y sistemas se han mantenido mayormente en las manos de los suplidores de equipos, pero el conocimiento

que posee un ingeniero químico de los conceptos básicos de la ELL le permite apreciar las ventajas de este proceso e interactuar eficientemente con aquellos que diseñan y fabrican los equipos.

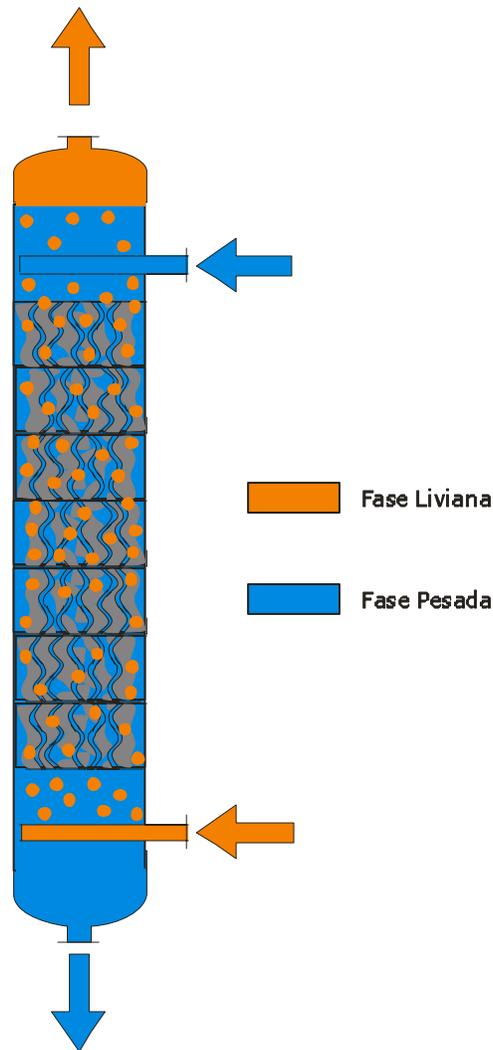
### 3.1.1. Descripción general de la extracción líquido-líquido <sup>[2]</sup>

La ELL es una operación de transferencia de masa en la cual una solución líquida (*alimentación*) entra en contacto con un segundo líquido, inmiscible o parcialmente miscible (*solvente*) que ha sido cuidadosamente escogido para extraer preferiblemente el componente deseado (*soluto*). Dos corrientes resultan de este contacto: el *extracto*, la fase rica en solvente, y el *refinado*, la fase rica en disolvente.

En la ELL, la separación de los componentes de una mezcla se basa en la diferencia de solubilidad de cada uno respecto a un solvente en particular. Existen dos requisitos muy importantes que deben ser cumplidos para que la ELL sea factible:

- *El (los) componente(s) a ser removido(s) de la alimentación debe(n) disolverse preferiblemente hacia el solvente (alta selectividad).*
- *Las fases de alimentación y solvente deben ser sustancialmente inmiscibles (baja miscibilidad entre el solvente y el disolvente).*

Es importante diferenciar en la ELL entre la *fase liviana* y la *fase pesada*, así como entre la *fase dispersa* y la *fase continua*. Se entiende por *fase pesada* a la corriente que entra al equipo de extracción con la mayor densidad, la fase liviana es la corriente que entra a la torre con menor densidad (Ver Figura N° 1). La corriente que se dispersa en forma de gotas, se denomina *fase dispersa*; la corriente en la cual se dispersa se denomina *fase continua*.



**Figura N° 1.- Esquema de una extracción líquido-líquido**

En la extracción, la ubicación de la interfase principal depende de cual fase es dispersada. Cuando la fase liviana es dispersada, la interfase se localiza en el tope del extractor, en el caso en que la fase pesada es dispersada, la interfase se ubica en el fondo de la torre. El solvente puede ser la fase liviana o pesada, y puede ser la fase dispersa o continua. Usualmente la fase que es alimentada en menor cantidad es la fase dispersa. En la Figura N° 1, se aprecia la fase liviana dispersándose y la interfase que se forma en la parte superior de la torre. <sup>[2]</sup>

En el caso de estudio, el sistema está formado por n-Butanol/Ácido succínico/Agua, (ver Tabla N° 1) la corriente de alimentación está conformada por ácido succínico disuelto en n-butanol, el solvente a emplear será agua desmineralizada. Se obtienen dos corrientes producto: el extracto, conformado por agua rica en ácido succínico y pequeñas cantidades de n-butanol y el refinado, conformado por n-butanol y cantidades pequeñas de solvente y de ácido no extraído. El procedimiento de extracción será realizado a una temperatura de 28°C y presión atmosférica.

**Tabla N° 1.- Identificación de cada una de las corrientes involucradas en el proceso de ELL**

<b>Corriente</b>	<b>Compuestos Presentes</b>
Alimentación	n-Butanol+ Ácido Succínico
Solvente	Agua desmineralizada
Extracto	Agua desmineralizada + Ácido Succínico + n-Butanol
Refinado	n-Butanol+ Agua y Ácido Succínico

### 3.1.2. Aplicaciones <sup>[3]</sup>

En la práctica es común seleccionar entre los distintos métodos de separación. Es factible elegir entre métodos químicos en los cuales se hace reaccionar químicamente con un reactivo dado una de las sustancias que han de separarse, métodos mecánicos, y los que podríamos llamar métodos físicos, los cuales pueden dividirse en dos categorías:

**Operaciones Directas.** Aquellas en las que se emplea un agente energético, como por ejemplo la destilación.

**Operaciones Indirectas.** Se caracteriza por utilizar un agente de separación másico, como por ejemplo en la extracción en fase líquida.

En ambos casos, tanto métodos directos como indirectos, nos referimos a operaciones de transferencia de masa. La extracción en fase líquida es útil cuando fallan los métodos directos o cuando, a pesar de sus inconvenientes, proporciona un proceso total menos costoso que un método directo o químico en competencia. A continuación se enumeran ciertos campos representativos en donde se ha demostrado que la extracción en fase líquida tiene propiedades únicas como método de separación.

***En sustitución de métodos directos, cuando estos son más costosos.***

- Separación de líquidos de baja volatilidad relativa.
- En sustitución de la destilación en alto vacío, o destilación molecular, para mezclas cuyos puntos de ebullición son tan altos que han de ser separados de esta manera.
- En sustitución de la evaporación.
- En sustitución de la cristalización fraccionada.

***Como medio de separación cuando fallan los métodos directos.***

- Separación de sustancias sensibles al calor.
- Separación de mezclas que forman azeótropos. Estas sustancias no pueden separarse por destilación directa.
- Separaciones por el tipo químico cuando los puntos de ebullición se traslapan.

***En sustitución de métodos químicos costosos.***

- Como ejemplo, es posible citar la separación de uranio del vanadio y de elementos no deseados en líquidos de lixiviación de sus minerales por extracción con soluciones de ácidos dialquifosfóricos en queroseno a diferentes valores de pH, en lugar de emplear sistemas de separación por filtrado.

En la siguiente tabla se reseña un grupo de importantes aplicaciones industriales de la extracción líquido-líquido:

**Tabla N° 2.- Ejemplos de aplicaciones para la extracción líquido-líquido. [1]**

Fase portadora	Soluto(s) recuperado(s) de la fase de alimentación	Solvente
Agua	Fenol	Metil Isobutil Cetona
Aceite Pesado	Naftalenos	Furfural
Agua	Metil Etil Cetona	Tolueno
Gas Natural Licuado	Sulfuro de Hidrógeno	Monoetanolamina
Gasolina Reformulada	Benceno/Tolueno/Xileno	Dietilen Glicol

### 3.1.3. Equipos industriales de contacto continuo más empleados [1]

Los equipos para extracción pueden ser clasificados en dos grupos:

**Extractores simples.** Una fase es dispersada en la otra a flujo en contracorriente alcanzado por el movimiento de las dos fases bajo la influencia de la fuerza de gravedad.

**Extractores mecánicos.** La dispersión se alcanza mediante agitación mecánica.

Ejemplos de los dos grupos se observan en la Tabla N° 3.

**Tabla N° 3.- Ejemplos de Algunos Equipos de Extractores Líquido-Líquido. [1]**

Extractor	Comentarios
<b>Extractores Simples</b>	
Columnas de rocío, platos y empacadas	Pueden ser usados cuando se requieren pocas etapas de equilibrio.
<b>Extractores Mecánicos</b>	
Mezcladores-Decantadores	Manejan líquidos con alta viscosidad, el sistema puede ser complejo y costoso.
Columna de platos recíprocos (Karr)	Maneja líquidos que contienen sólidos suspendidos.
Extractor Centrifugo	Tiempo de contacto corto para materiales inestables; poco espacio requerido para su instalación; maneja materiales emulsificados; maneja sistemas de baja diferencia de densidades.

A continuación se realizan algunos comentarios sobre los principales equipos de extracción líquido-líquido que se encuentran en aplicaciones industriales.

### **Extractores Simples**

Dentro de este grupo encontramos:

#### ***Extractor de Rocío***

El extractor de rocío es económico pero sufre de una considerable ineficiencia motivado a que en las torres que poseen un gran diámetro se genera un retromezclado considerable en la fase continua. Este retromezclado reduce la fuerza impulsora disponible para la transferencia de masa generada por la diferencia de concentraciones. También, se aprecia una pérdida en el rompimiento y formación de las gotas en la fase dispersa. Los extractores de rocío generalmente no producen el equivalente a más de una o dos etapas de equilibrio. Debido a su bajo costo y simple construcción, las columnas de rocío son empleadas para operaciones básicas, como lavado y neutralización. <sup>[1]</sup>

#### ***Extractor de Platos Perforados***

En este tipo de columna no es necesaria la presencia de capuchas o válvulas en las perforaciones de los platos, como las empleadas en destilación. Las gotas de la fase dispersa se forman directamente en las perforaciones de cada plato. La fase continua se desplaza a contracorriente en los “compartimientos” ubicados entre los platos. El contacto interfacial entre las gotas que se elevan de la fase dispersa, y la fase continua a contracorriente, ocurre en estos compartimientos.

#### ***Extractor Empacado***

Igual que el extractor de platos perforados, el *extractor empacado o columna empacada*, es más eficiente que la columna de rocío. Los elementos empacados reducen el retromezclado en la fase continua, y promueven la transferencia de masa rompiendo las gotas de la fase dispersa, cuando éstas hacen contacto con los elementos del empaque. Debido a que los elementos del empaque reducen el área de flujo, el diámetro de la columna

requerido para un flujo dado será mayor que el necesario para una columna de rocío. Sin embargo, esta desventaja es generalmente descartada al observarse el aumento de la eficiencia de transferencia de masa que se obtiene en la torre empacada. Los empaques dentro de la torre pueden estar distribuidos de forma aleatoria o estructurada. <sup>[1]</sup>

En la sección 3.2 del presente trabajo se profundizará sobre los aspectos técnicos de este tipo de extractor, el cual es el objetivo de estudio de este trabajo.

Para resumir las características de los equipos antes descritos, se presenta la siguiente tabla:

**Tabla N° 4.– Clasificación de los contactores industriales. <sup>[4]</sup>**

<b>Fuerza que produce la interdispersión de las fases</b>	<b>Contactores diferenciales</b>	<b>Contactores por etapas</b>
Sólo gravedad	Columna de rocío. Columna empacada.	Columna de platos perforados.
Pulsación	Columna empacada pulsada. Columna de pulsación	Columna de platos tamiz pulsados. Mezclador-Decantador pulsado.
Agitación mecánica.	Contactador de disco rotativo. Columna Oldshue-Rushton Columna Karr. Contactador Graesser.	Columna Scheibel. Extractor ARD. Mezcladores-Decantadores.
Fuerza centrífuga	Podbielniak. Quadronic. DeLaval.	Westfalia. Robatel.

### **3.2. Columnas empacadas para servicios de extracción líquido-líquido. Rellenos estructurados**

Una vez que se ha presentado un panorama general sobre la extracción líquido-líquido como operación de transferencia de masa, es posible iniciar la discusión acerca del tipo de contactor a utilizar en este estudio, describiendo sus principales características y aplicaciones, sus desventajas, etc. Adicionalmente se suministran algunos conceptos

generales relacionados con los rellenos estructurados de manera de introducir la importancia de su utilización en servicios de esta clase.

### 3.2.1. Columnas empacadas

Las columnas simples empacadas han demostrado ser útiles en la industria, particularmente para aplicaciones que sólo requieren unas pocas unidades de transferencia (de 5 a 10 etapas). La simplicidad mecánica de este equipo fue lo que propició que fuera empleado en los primeros días de la industria nuclear.<sup>[5]</sup>

A pesar de lo aquí señalado, las unidades de este tipo son empleadas de manera relativamente poco frecuente. Una razón para esto es el consenso alcanzado de que las columnas con empaques aleatorios y en hojas no representan diseños tan efectivos en extracción como en las unidades de rectificación y absorción, puesto que la separación es relativamente pobre debido a la desfavorable distribución de tamaños de gota y la poca satisfactoria renovación de la interfase. Otra razón es el conocimiento insuficiente en lo que respecta al diseño para servicios de extracción, puesto que la mayoría de la información disponible es sólo válida para anillos Raschig y sillas Intalox.<sup>[6]</sup>

Sin embargo, en la práctica hay numerosas aplicaciones de la extracción líquida para la que se prefieren las columnas empacadas sin pulsación, como por ejemplo, cuando se parte de alimentaciones corrosivas que deben ser extraídas bajo elevadas temperaturas y presiones.<sup>[6]</sup>

Las columnas empacadas para extracción empleaban únicamente hasta hace relativamente poco tiempo empaques al azar; viéndose la utilización de este tipo de internos parcialmente reemplazada por la introducción de elementos estructurados. Los empaques ayudan en la formación de gotas, lo que promueve la transferencia de masa disminuyendo también el mezclado axial. Sin embargo, también restringen el área libre para el flujo de fluidos y en consecuencia obstruye el libre tránsito de las fases.<sup>[7]</sup>

Los empaques se desarrollaron originalmente para la destilación, donde las fases en contacto son vapor y líquido y el propósito del relleno era proporcionar área superficial en la

que pudiera desarrollarse una película líquida que incrementara el área de interfase y facilitara la transferencia de masa. En la extracción, ambas fases son líquidas por lo que esta necesidad no se presenta. De hecho, el que la fase dispersa forme una película líquida en el empaque puede ser contraproducente puesto que reduce el área interfacial.<sup>[8]</sup>

Es virtualmente necesario que el empaque y otros internos de la columna sean humedecidos preferentemente por la fase continua. Si en cambio, la fase dispersa los humedece preferentemente, las gotas provenientes del distribuidor de entrada tienden a coalescer en la superficie humectable, lo cual producirá coalescencia adicional. El aumento en el tamaño de las gotas significa una pérdida de área interfacial y una disminución en la eficiencia de la transferencia de masa.<sup>[8]</sup>

Este importante asunto de la humectación de las superficies juega un papel trascendente en el diseño de todos los extractores, columnas empacadas u otros. Así, cuando la fase continua es acuosa y la fase dispersa orgánica, los internos son usualmente de metal o cerámica. Por el contrario, cuando la fase orgánica es continua, los internos son generalmente de un material no metálico, tal como politetrafluoroetileno.<sup>[8]</sup>

El tamaño, forma y arreglo del empaque determinan o controlan la conducta de dispersión y mezclado, la distribución de velocidades, el tiempo de residencia de las fases para cualquier sistema dado y la carga máxima de operación. Es necesario que el equipo sea capaz de proporcionar una buena distribución de la fase dispersa en la entrada de la misma, inhibiéndose así la formación de líneas de corriente.<sup>[7]</sup>

Si la tasa de flujo es relativamente baja (aproximadamente 10 g.p.m. o menos) el empaque desordenado puede ser la mejor elección. De otra forma, el empaque estructurado es preferible. Estos equipos que emplean empaques al azar, por lo general, son únicamente empleados para separaciones sencillas y para sistemas con diferencias de densidad relativamente grandes ( $\Delta\rho > 150 \text{ Kg/m}^3$ ).<sup>[7, 9]</sup>

Las desventajas de las columnas empacadas como extractores incluyen las siguientes: son difíciles de escalar, están sujetos a taponamiento cuando hay sólidos presentes, y es crítica una distribución inicial efectiva del líquido para el adecuado funcionamiento del extractor.

En columnas con empaques estructurados se emplean elementos con una geometría regular (por ejemplo, aletas corrugadas), tal como el elemento de mezclado estático SMVP de Sulzer. Este se distingue por un mezclado cruzado pronunciado y un bajo retomezclado axial, lo que permite manejar altos caudales para sistemas con pequeñas diferencias de densidad y de tensión interfacial, manteniendo en estas condiciones el buen funcionamiento de la unidad.<sup>[9, 10]</sup>

Sobre la base de lo aquí señalado, se hace necesario entonces hacer algunos comentarios con respecto a este tipo de rellenos que tanta importancia han adquirido en los últimos tiempos.

### **3.2.2 Empaque estructurado SULZER SMVP** <sup>[4, 10, 11]</sup>

El apilar los elementos de empaque con un patrón geométrico regular permite alcanzar una caída de presión mínima por etapa teórica, lo que es muy beneficioso en procesos de separación que consumen elevadas cantidades de energía debido al gran número de etapas involucradas, contribuyendo así a la disminución de costos en lo que a este rubro se refiere. De hecho, la tendencia mundial a considerar equipos que ahorren energía ha conducido la atención a las columnas con empaques estructurados, desplazando a las unidades con platos en operaciones de transferencia de masa.

Los beneficios ofrecidos por los empaques de baja caída de presión no están confinados a la rectificación y absorción, pues cada día surgen nuevas e importantes aplicaciones, sobre todo si se considera que su alta eficiencia ha permitido satisfacer la severa legislación impuesta en los países industrializados durante los últimos años en lo que se refiere a la contaminación del aire y de las aguas.

Al contrario de otros tipos de contactores, como las columnas de extracción de platos perforados, se suprime la formación de grandes remolinos incluso en unidades de un gran diámetro.

Específicamente para el caso bajo consideración se trabajó con una columna empacada con el elemento de mezclado estático SMVP de Sulzer. Este favorece la formación de gotas de la fase dispersa y promueve el mezclado radial. La fuerza impulsora que, como se verá más adelante, es el gradiente de concentraciones, se mantiene elevada a lo largo de toda la unidad, lo que permite disponer de un equipo con una alta eficiencia de separación.

Dentro de los internos de la columna, se destaca el empleo de platos de flujo dual, estos son piezas metálicas planas circulares presentando en su superficie una serie de perforaciones circulares. Estos internos se encargan de redistribuir el flujo dentro de la torre, evitando de esta forma la formación de canales en el empaque. El que estén instalados platos de flujo dual divide la columna en celdas individuales, disminuye notablemente el retromezclado axial y, en consecuencia, incrementa adicionalmente la eficiencia de separación. La combinación patentada de relleno para extracción y los platos de flujo dual permite una optimización sistemática de la eficiencia y capacidad que satisface algunas aplicaciones específicas.

### ***Características principales del empaque Sulzer SMVP.***

Seguidamente se procede a listar todas las ventajas asociadas a la utilización de este elemento de empaque en servicios de extracción <sup>[10]</sup>

- No tiene partes móviles, por lo que no se verifican problemas de hermeticidad.
- Permite alcanzar altas capacidades máximas.
- La eficiencia de separación que se alcanza es casi independiente de los caudales que se manejen.
- Es adecuado para manejar sistemas de bajas tensiones interfaciales (por debajo de 0,5 mN/m) y/o pequeñas diferencias de densidades (30 – 50 Kg/m<sup>3</sup>).
- Es más económico que sus competidores para servicios a altas temperaturas y/o presiones.
- Tiene un escalamiento asegurado.
- Presenta un amplio rango de operación, por lo general entre el 40% y el 110% de la carga establecida.

- Permite incrementar la capacidad y/o la eficiencia de separación de las columnas existentes.
- Permite la utilización de la pulsación para incrementar la eficiencia en la separación.
- Está disponible en todos los materiales estándar, incluyendo los adecuados para medios corrosivos.

### **Aplicaciones.**

Las columnas de extracción Sulzer con diámetros superiores a 2,4 m están siendo utilizadas exitosamente para resolver problemas de separación en diferentes sectores industriales, algunos de los cuales se listan a continuación:<sup>[10]</sup>

- Recuperación de compuestos de alto valor y eliminación de contaminantes de corrientes efluentes acuosas con solventes orgánicos.
- Extracción de caprolactama con benceno o tolueno.
- Extracción de aromáticos de una solución orgánica con “n-metilpirrolidona”.
- Extracción de propilenclorhidrina de dicloropropano con agua.
- Recuperación de ácido acético de soluciones acuosas con etilacetato.
- Extracción de metilacrilato de soluciones orgánicas con perclorotileno.
- Extracción de agentes saborizantes con alcanos.
- Recuperación de sulfolano de la mezcla  $C_6/C_7$  con agua.
- Extracción de alcohol isopropílico de una solución orgánica con agua.
- Extracción de metanol de diclorometano con agua.
- Extracción del alcohol bencílico de una solución acuosa con tolueno.
- Remoción de  $H_2S$  de LPG con aminas.
- Extracción con agua del metanol de hidrocarburos y extracción del ácido acrílico del agua con butanol.

## 4. DESCRIPCIÓN DEL SISTEMA QUÍMICO DEL PROCESO

Como se señaló en secciones anteriores, el sistema químico empleado para el desarrollo del presente estudio fue agua desmineralizada como fase continua y una solución de ácido succínico + n-butanol, como fase dispersa con una concentración del 1% en peso de ácido succínico, llevándose a cabo la transferencia de masa de la fase dispersa a la continua.

En la presente sección se describen las características que impulsaron la selección del sistema empleado, así como, las propiedades termodinámicas relacionadas con el equilibrio del sistema.

### 4.1. Selección del sistema

A continuación, se reseñan los factores que inciden en la selección del sistema empleado en el estudio fluidodinámico, propiedades que están directamente relacionadas con la transferencia de masa que ocurre entre las fases y que afectan directamente todas las variables fluidodinámicas, valores de coeficientes de transferencia de masa y por ende, la velocidad con la cual se lleva a cabo el proceso.

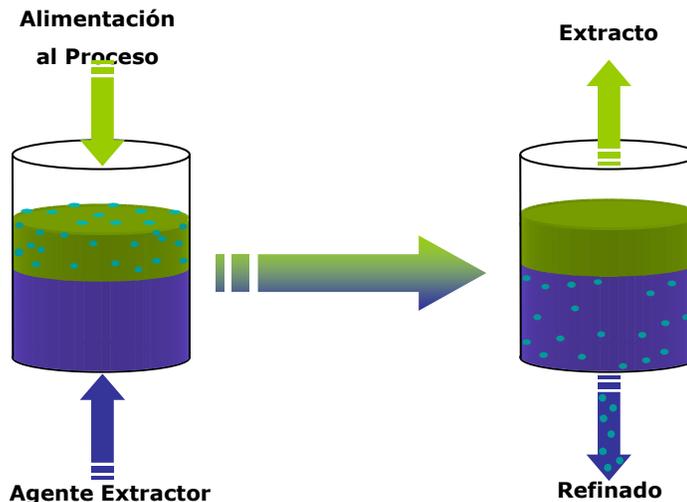
Vale la pena destacar que la selección del sistema empleado se basó en los resultados obtenidos por la profesora Pérez, A. <sup>[13]</sup> en su I Seminario sobre la selección de sistemas ternarios para realizar pruebas de Extracción Líquido-Líquido, en dicho estudio se compararon los sistemas recomendados por la Federación Europea de Ingeniería Química EFCE, considerando la disponibilidad de los datos de propiedades físicas, datos de equilibrio, y que se conozcan los métodos analíticos para determinar concentraciones de soluto en ambas fases, debido a que estos datos son fundamentales para analizar la fluidodinámica y la transferencia de masa en el proceso. En la Tabla N° 5 se pueden apreciar algunas de las propiedades del sistema seleccionado.

Tabla N° 5.- Propiedades Físicas del Sistema. <sup>[13]</sup>

Propiedad	Valor
Solubilidad de n-butanol(D)/agua (g/100g de agua)	9,0 <sup>15 °C</sup>
Diferencia de densidades n-butanol/agua $\Delta\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	190
Viscosidad de la fase dispersa (n-butanol) $\mu_d$ (cP)	3,364
Tensión Interfacial n-butanol/agua $\sigma$ (mN/m)	1,75
Punto Flash n-butanol/ácido succínico/agua (°C)	46,1
Difusividad del ácido succínico en el n-butanol @20°C $D_{B,Ac} * 10^3$ (mm <sup>2</sup> /s)	0,0024
Difusividad del ácido succínico en el agua @ 20°C $D_{A,Ac} * 10^3$ (mm <sup>2</sup> /s)	0,0057

#### 4.2. Equilibrio del sistema n-Butanol-Ácido succínico-Agua. <sup>[14]</sup>

Si un solvente líquido (A) se añade a una solución de algún soluto (B) en un disolvente (C), que es inmisible o sólo parcialmente miscible con aquel que es adicionado, entonces el compuesto de interés (solute) se distribuirá entre las dos fases líquidas hasta que se alcance el equilibrio, siempre que estas se mantengan en contacto durante un intervalo de tiempo lo suficientemente prolongado. La concentración del soluto en las dos fases en el equilibrio dependerá de sus afinidades relativas por los dos solventes. (Ver Figura N° 2).



**Figura N° 2.- Diagrama esquemático de una separación simple por extracción en fase líquida.**

Aunque es inevitable que dos solventes estén involucrados en el proceso, es de uso general el hacer referencia con este nombre al líquido añadido mientras que el que se alimenta con el soluto es denominado disolvente. La corriente que contiene al soluto y el solvente es el extracto, mientras que el residuo de la alimentación general es el refinado.

El producto dependerá de cual sea el compuesto de interés para el sistema en estudio. Así para este caso específico, puede señalarse que la corriente de interés es el refinado que corresponde a la fase orgánica procesada con un menor contenido de ácido succínico.

Es importante señalar en este punto, que el ácido succínico a las condiciones ambientales es un sólido, este hecho no ha impedido el empleo de este como soluto en el sistema, autores como en el caso de Seibert y Fair <sup>[22]</sup> han empleado esta combinación de componentes para sus estudios fluidodinámicos, obteniendo resultados satisfactorios.

Cada sistema de tres componentes presenta características especiales que lo hacen distinguir del resto, en la extracción líquido-líquido son tres los tipos de equilibrios más comunes.

El sistema n-butanol / agua / ácido succínico está integrado por dos componentes parcialmente solubles y un sólido, que en forma general se describe a continuación.

Cuando el sólido no forma compuestos como hidratos con los líquidos, el sistema frecuentemente tiene las características de la isoterma de la Figura N° 3; un ejemplo es el sistema naftaleno(C)-anilina(A)-isooctano (B). El sólido C se disuelve en el líquido A para formar una solución saturada en K, y en el líquido B para dar una solución saturada en L. A y B sólo son solubles al grado que se muestra en H y J. Las mezclas en las regiones AKDH y BLGJ son soluciones líquidas homogéneas. Las curvas KD y GL muestran el efecto de agregar A y B sobre las solubilidades del sólido. En la región HDGJ se forman dos fases líquidas; si se agrega C a los líquidos insolubles H y J para dar una mezcla M, las fases líquidas en el equilibrio serán R y E, unidas por una línea de unión. Todas las mezclas en la región CDG constan de tres fases: sólido C y soluciones líquidas saturadas en D y G. De ordinario, las operaciones de extracción líquida están confinadas a la región de las dos fases líquidas, que es la que corresponde a la curva de distribución que se muestra. (Ver Figura N° 3.b).

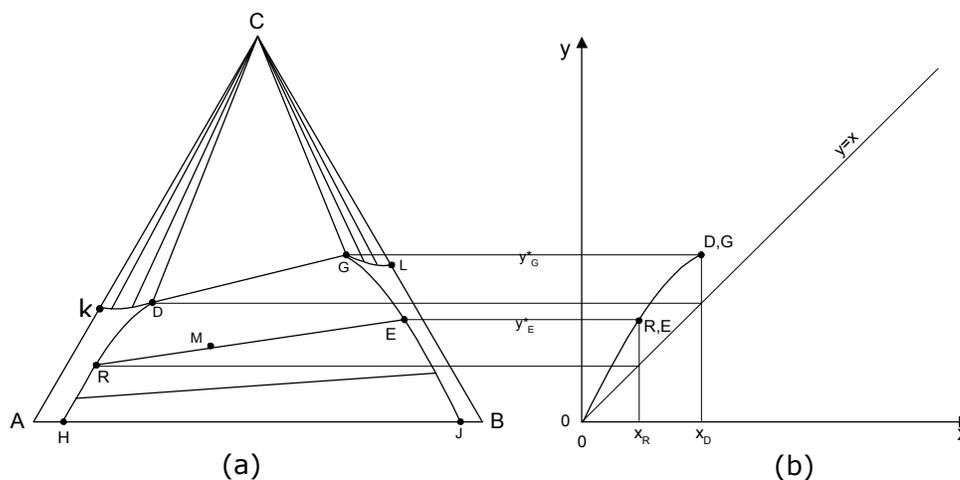


Figura N° 3.- Sistema de dos componentes parcialmente solubles A y B, y un sólido C.

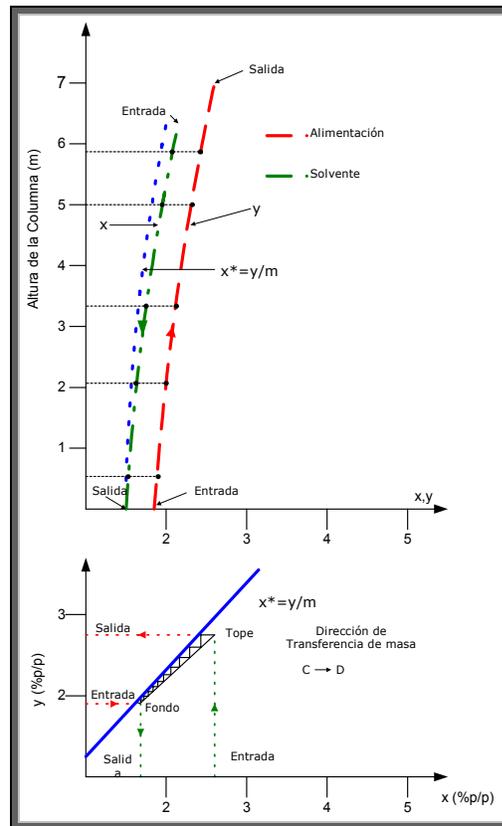
### **4.3. Transferencia de masa. Obtención de la altura equivalente a un plato teórico.**

La transferencia de masa se produce gracias al fenómeno de difusión, este es el movimiento, debido a un gradiente de concentración, de un componente a través de una mezcla. La principal causa de la difusión es la existencia de un gradiente de concentración del componente que difunde. Un gradiente de concentración provoca el movimiento del componente en una dirección tal que tiende a igualar las concentraciones y destruir el gradiente (hasta alcanzar la condición de equilibrio). Cuando el gradiente se mantiene suministrando el componente que difunde en el extremo de concentración elevada y retirándolo en el extremo de baja concentración, se obtiene un flujo continuo del componente que difunde, todo esto referido a una de las dos fases. Este movimiento se aprovecha en las operaciones de transferencia de masa.

La transferencia de masa se origina desde el seno de uno de los fluidos y atraviesa la interfase entre estos hasta llegar al seno del fluido con menor concentración de soluto, en el sistema a ser empleado, el compuesto que difunde es el ácido succínico, la dirección de transferencia de masa se realizó de la fase dispersa a la continua, como ya se ha mencionado en los objetivos de este trabajo.

La separación por Extracción Líquido-Líquido se basa en la diferencia de solubilidades del soluto en la alimentación y en la fase que contiene al solvente. La Figura N° 4 muestra los perfiles típicos de concentración de ácido succínico a lo largo de una torre de ELL rellena con el empaque SMVP, siendo la fase rica en butanol la dispersa y la continua la fase rica en agua. <sup>[3]</sup>

La altura de una torre de relleno depende de la velocidad de transferencia de masa a través de las fases, comúnmente se emplea para determinar la altura de una torre empacada el concepto de unidad de transferencia de masa, este se basa en la idea de dividir la sección de relleno en varias unidades de contacto llamadas unidades de transferencia (NTU). La altura de relleno para una unidad recibe el nombre de altura de la unidad de transferencia, y se representa por HTU.



**Figura N° 4.- Perfiles típicos de concentración y diagrama McCabe-Thiele. Sistema de prueba: butanol/ácido succínico/agua, fase orgánica dispersa.<sup>[10]</sup>**

El método a emplear es el que involucra el cálculo de la altura equivalente a una etapa ideal (plato teórico), conocido por las siglas HETP. Empleando la ecuación:

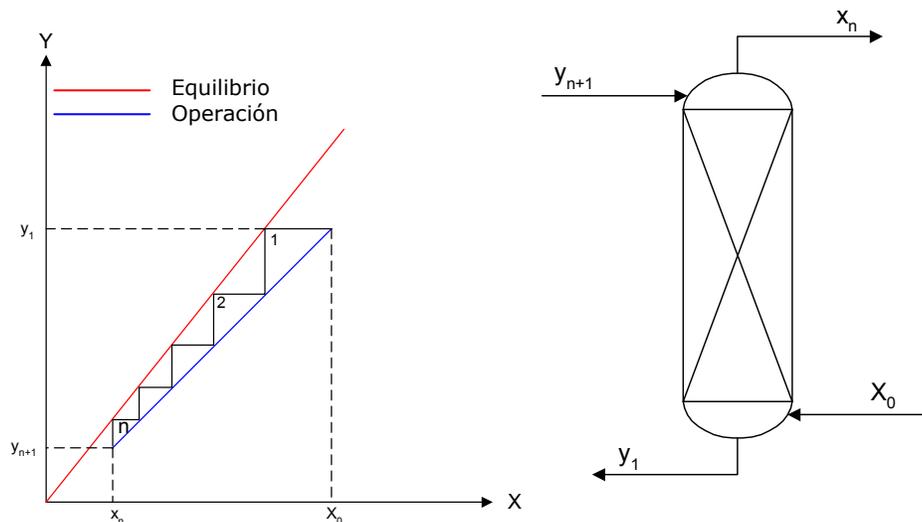
$$Z_T = \text{HETP} \times \text{NET} \tag{1}$$

Se conoce a NET como el número de etapas teóricas de la torre necesarias para alcanzar la concentración de soluto deseada en la corriente de refinado.

El procedimiento para obtener el NET se basa en el ampliamente utilizado Método de McCabe-Thiele, este posee como principal condición para ser aplicado que la línea de operación sobre el diagrama xy (Figura N° 5) pueda considerarse recta.<sup>[12]</sup>

Son requerimientos esenciales para desarrollar este método los valores en el equilibrio de las fases involucradas en el proceso de separación, valores que sobre el diagrama xy (Figura N° 5) conforman la curva de equilibrio. Estos datos son obtenidos a partir de experiencias operacionales, es decir, actividades de laboratorio encaminadas a determinar las condiciones de equilibrio de un sistema a unas condiciones de temperatura y presión preestablecidas. Estas fueron determinadas experimentalmente siguiendo la metodología descrita en la sección 9.

El proceso de cálculo empleado para determinar las etapas teóricas de la torre, es de tipo gráfico, como primer requisito se obtuvieron los datos de equilibrio del sistema en estudio para las condiciones de operación de la torre, en un rango de concentraciones adecuado a los valores de entrada y salida de la torre.



**Figura N° 5.- Procedimiento de McCabe-Thiele para la Obtención del Número de Etapas Teóricas (HETP).<sup>[12]</sup>**

Los datos de equilibrio se grafican en un diagrama (como el de la Figura N° 5), este es un gráfico que representa en sus ejes de coordenadas fracciones másicas, x se refiere a la concentración de ácido succínico en la fase dispersa (refinado), y es la concentración de ácido succínico en la fase continua (extracto). Seguidamente se establecen las

concentraciones de entrada y salida de soluto de cada una de las corrientes que ingresan o surgen de la torre en operación. Las concentraciones de entrada tanto en la corriente de solvente ( $y_{n+1}$ ) como en la de alimentación ( $x_0$ ) son conocidas, su valor es establecido al momento de la preparación de estas dos corrientes. En el caso de las concentraciones de salida, tanto para el extracto ( $y_1$ ) como para el refinado ( $x_n$ ) se obtienen experimentalmente al realizar una corrida en la torre y alcanzarse dentro de esta el estado estacionario.

Con todos estos datos y bajo el supuesto de que la curva de operación puede aproximarse a una recta, se unen los puntos ( $y_1, x_0$ ) y ( $y_{n+1}, x_n$ ) mediante una recta, seguidamente se traza una recta horizontal desde el punto ( $y_1, x_0$ ) hasta que corte la curva de equilibrio, de este último punto se traza una línea vertical hasta que corte la curva de operación, este proceso se repite hasta que una de las líneas verticales coincida con el punto ( $y_{n+1}, x_n$ ) o en su defecto el corte se ubique a la izquierda de éste sobre la recta de operación.

Cada una de las rectas horizontales obtenidas equivale a una etapa teórica (NET). Conocido el NET y la altura de la torre, se determina mediante la ecuación (1) el HETP. En la Tabla N° 6 se aprecian valores de este parámetro obtenidos por otros investigadores y que servirán para cotejar con los resultados obtenidos en este trabajo; estos resultados se obtuvieron de experiencias desarrolladas en una torre con empaque SMVP, con el mismo sistema empleado en este trabajo, misma dirección de transferencia de masa y con concentraciones de soluto entre 1-2,5% en peso de ácido succínico.

**Tabla N° 6.- Valores determinados experimentalmente de HETP para distintas configuraciones de empaque. <sup>[3]</sup>**

<b>C → D</b>	<b>SMV</b>	<b>SMVP</b>
<b>HETP (m)</b>	0,6 – 1,2	0,2 – 0,3

## 5. ANÁLISIS DE LAS VARIABLES DEL PROCESO EN UN ESQUEMA DE EXTRACCIÓN EN FASE LÍQUIDA.

Los procesos fluidodinámicos que se desarrollan en una torre de ELL involucran una serie de variables, en la siguiente sección se describe este conjunto de variables con el fin de facilitar la comprensión de los distintos modelos fluidodinámicos a emplearse.

El conocimiento de todos los factores que afectan el comportamiento fluidodinámico en una torre empacada a ser empleada en un proceso de ELL, es fundamental a la hora de diseñar dicho equipo de contacto continuo. Una determinación precisa del diámetro de gota, retención de la fase dispersa, velocidad de deslizamiento y velocidad de inundación entre otros, permiten emplear los procesos matemáticos necesarios para determinar factores de construcción de la torre como el diámetro de esta.

### 5.1. Diámetro de gota ( $d_{vs}$ ).<sup>[15]</sup>

El tamaño de la gota es la variable más importante que controla la eficiencia y capacidad de un extractor líquido-líquido. Debido a que las gotas no son perfectamente esféricas se empleará el diámetro de gota Sauter ( $d_{vs}$ ), que no es más que la relación volumen/superficie de una esfera que es equivalente a la misma relación en la gota. El  $d_{vs}$  se obtiene de forma experimental mediante estudios fotográficos.

En la Figura N° 6 se observa cómo varía el  $d_{vs}$  en función de la altura del equipo. El tamaño de las gotas disminuye a lo largo del primer metro de recorrido en la dirección de flujo de la fase dispersa. Después de entrar en el empaque predomina, en principio, la influencia de la dispersión de las gotas, ya que el diámetro medio de Sauter para la distribución del tamaño de gota por el distribuidor es, en todos los casos, mayor que el diámetro de gota estable. Posteriormente casi no aumenta el tamaño de las gotas, ya que poco después de entrar en el empaque este valor es el resultado de la interacción entre la coalescencia gota/gota y la redispersión predominando apenas en la parte superior de la columna la influencia de la coalescencia.

Cabe destacar que cuando aumenta el flujo total, como resultado de la suma de los caudales de las fases en contacto, se observa una tendencia a un mayor diámetro de gotas, la causa es la mayor influencia de los efectos de coalescencia debido a la retención de la fase dispersa que aumenta conjuntamente con la carga total. <sup>[15]</sup>

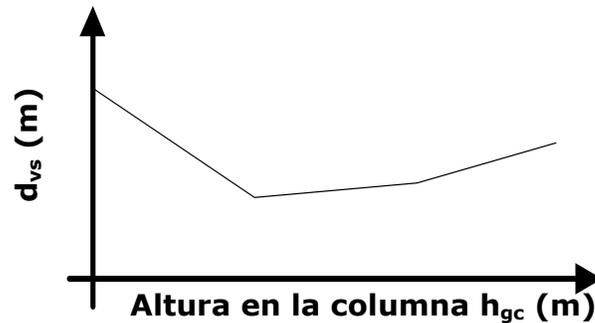


Figura N° 6. –Perfil del tamaño de gota en función de la altura de la columna. <sup>[15]</sup>

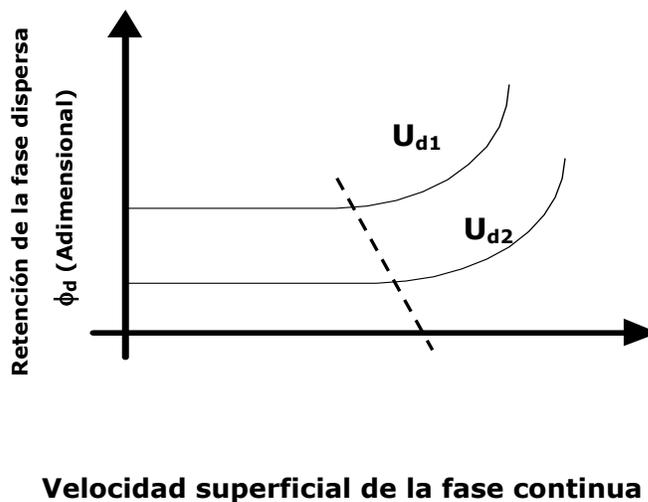
## 5.2. Retención.

Se entiende por retención a la fracción de volumen de la columna ocupada por la fase dispersa. En una columna empacada pueden presentarse dos tipos de retención: retención estática (o permanente)  $\Phi_s$ , y retención operacional o libre,  $\Phi_d$ . La retención estática representa la fase dispersa que está atrapada dentro de los intersticios del empaque, la cual se ve afectada de manera importante por la presencia de soluto y la dirección de transferencia de masa, pero no por la tasa de flujo de las fases. La retención operacional se refiere a las gotas de la fase dispersa que ascienden o caen libremente a través de los espacios del empaque. Aunque la retención estática puede tener algún efecto en la transferencia de masa, “por lo general” su influencia se desprecia a la hora de diseñar puesto que esta labor se lleva a cabo sobre la base de la retención operacional. <sup>[16]</sup>

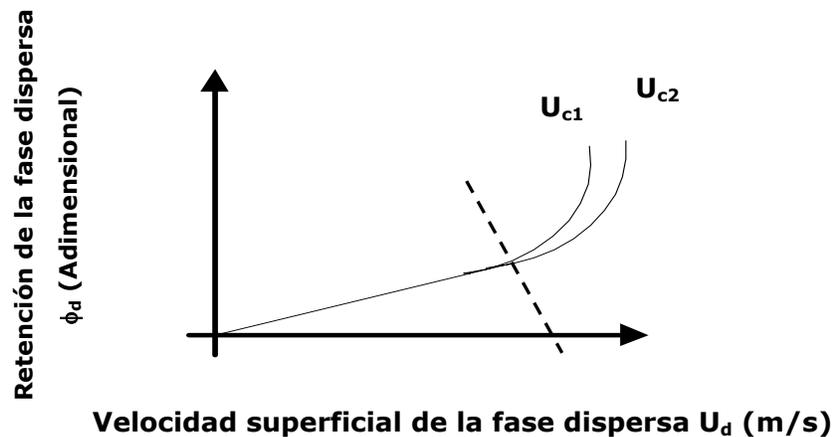
Un aspecto importante a considerar es como varía la retención operacional con respecto a las tasas de flujo de cada una de las fases involucradas en un esquema de extracción líquida. Para ello pueden establecerse dos zonas, de acuerdo a lo reportado por Jerzy Mackowiak y Reinhard Billet <sup>[6]</sup>, autores que observaron que al graficar la retención como función de la velocidad superficial de la fase continua, utilizando como parámetro la

velocidad superficial de la fase dispersa (Figura N° 7), y cuando la gráfica era con respecto a la velocidad superficial de la fase dispersa y se empleaba como parámetro la velocidad superficial de la fase continua (Figura N° 8); se obtenían diagramas como los que se muestran en la página siguiente en los que se aprecian claramente dos regiones:

- Hasta aproximadamente el punto en el que la velocidad superficial de la fase continua es igual al 65% del valor de inundación ( $U_c < 0,65 \cdot U_{c,FL}$ ), que ha sido representado a través de la utilización de una línea punteada en ambos gráficos, la retención es únicamente función de la velocidad superficial de la fase dispersa estableciéndose una relación lineal entre ambas variables. De aquí que en la Figura N° 7 la retención se muestra constante hasta la línea punteada mientras que en la Figura N° 8 se observa una recta hasta el mismo punto.
- Por encima del 65% del valor de inundación para la fase continua, la retención pasa a depender de las tasas de flujo de ambas fases. Como consecuencia de lo aquí señalado, la tendencia en ambas representaciones cambia y pasa de ser una recta (horizontal o inclinada según sea el caso) a ser una curva.



**Figura N° 7.– Retención de la fase dispersa como función de la velocidad superficial de la fase continua. (Parámetro: Velocidad superficial de la fase dispersa  $U_d$  (m/s)  $U_{d1} > U_{d2}$ ) [6]**



**Figura N° 8.– Retención de la fase dispersa como función de la velocidad superficial de la fase dispersa. (Parámetro: Velocidad superficial de la fase continua  $U_c$  (m/s)  $U_{c1} > U_{c2}$ )<sup>[6]</sup>**

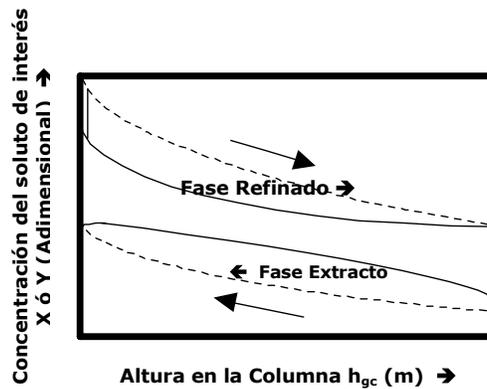
Lo afirmado antes y que se aprecia claramente en la Figura N° 7 y la Figura N° 8, concuerda con lo que Gayler y Pratt<sup>[6]</sup> observaron experimentalmente y que sirvió de base a Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> para la obtención de una ecuación que fuese capaz de predecir la retención de la fase dispersa en equipos de extracción líquido-líquido.

### 5.3. Mezclado axial.

Por mezcla axial se entiende la circulación vertical (retomezcla) de los líquidos; esto es: el movimiento del líquido ligero hacia abajo y del denso hacia arriba, opuestos a su dirección ordinaria de flujo y dispersión radial. El resultado es una reducción de la fuerza impulsora por diferencia de concentración media, y una reducción consiguiente en la velocidad de transferencia de masa. Todo el interior de la torre de extracción se encuentra provisto del empaque SMVP, este reduce el mezclado axial y cambia el curso de las gotitas del líquido disperso, lo cual promueve altas velocidades de transferencia de masa.<sup>[15]</sup>

Todos los fenómenos que propician el establecimiento de una distribución de los tiempos de residencia en las dos fases se conocen colectivamente como mezclado axial, y su influencia en los perfiles de concentración puede ser observada en la Figura N° 9. De acuerdo a esta representación, hay un cambio brusco a las entradas de ambas fases

retromezcladas, mientras que en la salida se verifica un gradiente en esta variable que tiende a cero, producto de una fuerza impulsora muy reducida a lo largo de la columna. <sup>[17]</sup>



-----	Perfil de concentración con un patrón del flujo tipo pistón
_____	Perfil de concentración con mezclado axial

**Figura N° 9.– Efecto del mezclado axial en los perfiles de concentración dentro de las columnas ( $\Delta C$ ). <sup>[17]</sup>**

El retromezclado no es el único responsable de las desviaciones observadas con respecto al patrón ideal de flujo tapón, estas también son propiciadas por la presencia de diferentes tamaños de gota. Así, puede indicarse que cada tamaño de gota tiene una superficie específica diferente y distintos coeficientes de transferencia de masa y velocidades. De aquí que las gotas más pequeñas se aproximen al equilibrio más rápidamente que las grandes, lo que conduce a una reducción de la eficiencia de la unidad. Al hacer referencia a gotas de menor tamaño se está apuntando a aquellas gotas por encima del diámetro mínimo para que pueda verificarse la circulación interna, esto es, las gotas más pequeñas que no se comportan como esferas rígidas, pues en estas últimas la transferencia de masa se produce a través del lento mecanismo de difusión molecular.

El empaque Sulzer SMVP se distingue por un mezclado cruzado y un bajo retromezclado axial (movimiento opuesto de los fluidos a su dirección ordinaria de flujo y dispersión radial), lo que permite manejar altos flujos para sistemas con pequeñas

diferencias de densidad y de retención superficial, manteniendo en estas condiciones el buen funcionamiento de la unidad. [3]

#### 5.4. Cargas límites.

Además de conocer y manejar las variables de proceso inherentes a un esquema de extracción en fase líquida, es preciso conocer las condiciones límites de operación de la unidad en estudio. Para ello es necesario determinar el punto de inundación o punto de carga máxima propio al tipo de empaque y sistema empleado.

La inundación ocurre cuando la retención se hace tan grande que la fase dispersa coalesce en algún punto de la columna y pasa a ser continua. Generalmente aparece primero una segunda interfase al final de la columna (cuando la interfase principal se encuentra en el tope, como para el caso en estudio), también puede presentarse en alguna zona distinta a donde se encuentra y se controla la interfase principal. Este fenómeno se origina en el hecho de que las gotas más pequeñas de la fase dispersa no pueden superar la velocidad opuesta de la fase continua. [8]

La inundación causa que la eficiencia de la separación caiga drásticamente, y como las gotas de la fase dispersa no pueden subir o caer en contra del flujo de la fase continua, la retención se incrementa. La fase continua tampoco puede fluir a través del arreglo móvil de las gotas de la fase dispersa, pudiendo esto ocurrir localmente en la columna. De hecho, si la situación no es corregida los flujos empiezan a salir por donde fueron introducidos. [16]

Otra forma de inundación que usualmente ocurre a altas relaciones de la fase dispersa a la fase continua es la inversión de fases, durante la cual las gotas se compactan, coalescen y se hacen continuas. La variación en las tasas de flujo con la retención en la inundación pueden ser expresadas a través de la siguiente relación: [16]

$$\left( \frac{\partial U_c}{\partial \phi_d} \right)_{U_d} \Big|_{U_d} = \left( \frac{\partial U_d}{\partial \phi_d} \right)_{U_c} \Big|_{U_c} = 0 \quad (2)$$

Empleándose esta expresión pueden desarrollarse ecuaciones para la velocidad de inundación de la fase continua, como se observará en la sección referente a el modelo propuesto por Kumar y Hartland, siendo para ello necesario aplicar dicha expresión (2) a cualquier relación conocida para el cálculo de la velocidad de deslizamiento.

### 5.5. Velocidad de deslizamiento ( $U_{slip}$ ).<sup>[15]</sup>

La velocidad de deslizamiento es la velocidad lineal neta entre las fases en contacto, y se define como:

$$U_{slip} = \frac{U_d}{\varepsilon \cdot \phi_d} + \frac{U_c}{\varepsilon \cdot (1 - \phi_d)} \quad (3)$$

en que  $U_d$  y  $U_c$  son las velocidades superficiales basadas en toda la sección transversal de la torre. Esta ecuación es exacta cuando no hay variación radial en la velocidad o retención.

Gayler y Pratt<sup>[16]</sup>, y posteriormente Gayler<sup>[16]</sup> y colaboradores propusieron que la velocidad de deslizamiento estaba relacionada únicamente con la retención para un sistema líquido y empaque dados, siendo el parámetro de correlación la velocidad característica, quedando entonces lo siguiente:

$$U_{slip} = U_0 \cdot (1 - \phi_d) \quad (4)$$

donde  $U_0$  es la velocidad característica, única para el tipo de columna contactora. Aunque por lo general este parámetro ( $U_0$ ) se considera un valor constante, autores como Moore han observado una no linealidad considerable en la expresión (4). Esta ha sido atribuida a la desviación de la velocidad característica de esta hipótesis inicial debido al flujo encadenado de gotas, lo que reduce la fuerza de arrastre y disminuye la frecuencia de las colisiones de éstas con el empaque a tasas de flujo más altas.<sup>[16]</sup>

### 5.6. Velocidad terminal.

Esta es una velocidad correspondiente a la tasa de flujo de una sola gota en una columna de líquido quiescente (en reposo), es decir, es la velocidad de las gotas cuando se cumplen las siguientes condiciones:  $U_c=0$  y  $U_d \rightarrow 0$ . Debido a los choques de las gotas con los internos, fenómenos estos que disminuyen la cinética de las gotas, esta variable no coincide con la velocidad característica, siendo siempre mayor a esta última. <sup>[3]</sup> Puede determinarse analíticamente a partir de la siguiente expresión:

$$U = \left( \frac{4}{3} \cdot \frac{g \cdot \Delta\rho \cdot d_{vs}}{\rho_c \cdot C_D(\text{Re})} \right)^{0.5} \quad (5)$$

A esta velocidad se le conoce también como velocidad de deslizamiento característica. La ecuación anterior es válida para el caso de flujo que pasa alrededor de una gota esférica rígida, pero no toma en cuenta las interacciones gota-gota o los efectos de la superficie del empaque. Aunque las gotas de líquido no son perfectamente rígidas, es razonable suponer que mantienen una forma esférica consistente. <sup>[18]</sup>

### 5.7. Influencia de la transferencia de masa en un esquema de ELL.

El número de variables que se sabe influyen en la velocidad de extracción es extraordinariamente grande e incluye, cuando menos, lo que sigue: <sup>[19]</sup>

- Tamaño, forma y material del empaque.
- Diámetro de la torre.
- Altura del relleno.
- Diseño del distribuidor de la fase dispersa.
- El líquido que se dispersa.
- La dirección de la extracción, si va del líquido disperso al continuo, o viceversa.
- Retención de la fase dispersa.
- Velocidad de flujo y razones de flujo de los líquidos.
- Propiedades físicas de los líquidos.
- Presencia o ausencia de agentes activos en la superficie.

El proceso de transferencia de masa en sí mismo también afecta la magnitud del coeficiente de transferencia de masa  $k$ , es necesario establecer que el inverso del coeficiente de transferencia de masa es una medida de la resistencia a la transferencia de materia debida a la difusión molecular y turbulenta. Las unidades de  $k$  son mol·kg/ (m<sup>2</sup>) (hr) (unidad de fracción molar). Numéricamente corresponde a la velocidad de flujo del componente que difunde, en moles por hora a través de un metro cuadrado de superficie bajo la acción de una fuerza impulsora de una unidad de fracción molar. <sup>[20]</sup>

Si la redistribución de soluto se realiza a altas velocidades, pueden generarse gradientes de concentración del compuesto de interés a lo largo de la interfase, los que a su vez conducen a gradientes de tensión interfacial. Todos estos procesos pueden propiciar una turbulencia interfacial, la cual promueve la transferencia de masa mediante el incremento en la tasa de renovación de la interfase. <sup>[19]</sup>

Otro modo en el que la transferencia de masa afecta la fluidodinámica de la columna está representado por la dirección en la que ésta se realiza. En efecto, si la transferencia de soluto va de la fase continua a la fase dispersa se favorece el que las gotas presentes en la columna sean de pequeño diámetro, lo que incrementa el área interfacial y la retención. <sup>[19]</sup>

Sin embargo, en la dirección contraria se obtienen tamaños de gota mayores debido al llamado “Efecto Marangoni” que es producido por gradientes de tensión interfacial resultantes de gradientes de concentración a lo largo de la superficie. Dicho efecto es una actividad espontánea en la interfase que puede ocurrir cuando dos líquidos no están en equilibrio, produciendo circulación interna y erupciones superficiales en la gota al igual que ondulaciones y contracciones en la interfase. Todos estos fenómenos promueven la coalescencia, lo que conduce a mayores tamaños de gotas. Como consecuencia de este mayor tamaño de gota disminuye la retención y decrece el área interfacial, lo que disminuye la eficiencia de la unidad con respecto al caso anterior. <sup>[21]</sup>

## 6. MODELOS FLUIDODINÁMICOS PARA COLUMNAS EMPACADAS CON RELLENOS ESTRUCTURADOS

En la siguiente sección se explican los distintos modelos fluidodinámicos a emplearse con el fin de determinar el conjunto de variables mencionadas en la sección anterior.

### 6.1. Modelo de Kumar y Hartland

Estos autores basaron el desarrollo de su modelo empírico en la utilización del algoritmo de Marquardt's sobre la base de datos experimentales reportados por diferentes investigadores, los cuales abarcaban una gran variedad de sistemas químicos, entre los que se encontraba el sistema n-butanol-agua-ácido succínico, y contactores entre los que se encontraban columnas empacadas con relleno estructurado Sulzer SMV. De esta manera pudieron determinarse los parámetros de sus correlaciones para el tamaño de gota, velocidad de deslizamiento, la retención de la fase dispersa y las velocidades límites. Adicionalmente se estimaron las desviaciones estándar a partir de los puntos experimentales evaluados, considerando una distribución de Poisson, lo que se encontró necesario para asegurar un buen ajuste.

Se adoptó el valor absoluto promedio de la desviación relativa, VAPDR, para comparar los resultados predichos por este modelo y los expuestos en la literatura. Se define como sigue: <sup>[16]</sup>

$$\text{VAPDR} = \frac{1}{\text{NDP}} \cdot \sum_{i=1}^{\text{NDP}} \frac{|\text{Valor Pr edicho} - \text{ValorExperimental}|}{\text{ValorExperimental}} \quad (6)$$

en donde NDP es el número de datos.

Es necesario aclarar que estos investigadores mostraron especial cuidado en establecer los valores de los parámetros  $\rho_c$ ,  $\mu_c$  y  $\rho_d$ ,  $\mu_d$  a emplear. Estos valores cambian dentro de la torre desde la entrada de cada fase hasta la salida de estas, esto debido a la

variación de concentración en cada una de las fases, para solventar esta situación, se decide tomar el promedio aritmético entre los valores de entrada y salida de cada fase.

### 6.1.1. Tamaño de gota

Para generar una correlación que permita determinar el diámetro de gota, los autores partieron de datos que fueron tomados de nueve grupos diferentes de investigadores, considerando únicamente el caso de cuando la fase continua moja el empaque.

Se encontró necesario introducir la densidad y la viscosidad del agua a 20 °C como parámetros de referencia para evaluar correctamente los efectos de  $\Delta\rho$ ,  $\rho_d$  y  $\sigma$  en el tamaño de gota. A partir de la utilización de los datos de las mediciones seleccionadas (Tabla N° 8, Figura N° 10) se desarrolló la siguiente ecuación: <sup>[16]</sup>

$$\frac{d_{vs}}{\sqrt{\frac{\sigma}{\Delta\rho \cdot g}}} = C_o \left[ \frac{\mu_w \cdot g^{\frac{1}{4}} \cdot \rho_w}{\Delta\rho^{\frac{1}{4}} \cdot \sigma^{\frac{3}{4}} \cdot \rho_d} \right]^{0,19} \quad (7)$$

$C_o$  es una constante que puede tomar diversos valores tal y como se muestra: <sup>[5]</sup>

- ☉ 2,54 cuando no hay transferencia de masa
- ☉ 2,24 cuando la transferencia de masa es en la dirección C→D
- ☉ 3,13 cuando la transferencia de masa es en la dirección D→C

La expresión (7) reproduce el conjunto de valores experimentales recopilados de tamaño de gota con un valor absoluto promedio de la desviación relativa de un 15,7%.

### 6.1.2. Retención de la fase dispersa <sup>[16]</sup>

La retención de la fase dispersa es considerada función de la diferencia de densidades, la densidad, viscosidad y la tasa de flujo de la fase continua, la viscosidad y la tasa de flujo de la fase dispersa, tensión interfacial, área superficial del empaque, la fracción de espacios vacíos y la gravedad. De esta manera Kumar y Hartland desarrollaron la siguiente expresión para la retención de la fase dispersa, que será empleada en la presente investigación:

$$\phi_d = C_1 \varepsilon^{-1.11} \left( \frac{\Delta \rho}{\rho_c} \right)^{-0.50} \left[ \frac{1}{a_p} \left( \frac{\rho_c^2 \times g}{\mu_c^2} \right)^{1/3} \right]^{-0.72} \left( \frac{\mu_d}{\mu_c} \right)^{0.10} \left[ U_D \left( \frac{\rho_c}{g \times \mu_c} \right)^{1/3} \right]^{1.03} \exp \left[ 0,95 U_c \left( \frac{\rho_c}{g \times \mu_c} \right)^{1/3} \right] \quad (8)$$

El valor del parámetro  $C_1$  es:

- ④ 5,34 sin transferencia de masa
- ④ 6,16 para la dirección de transferencia de masa C→D
- ④ 3,76 para la dirección de transferencia de masa D→C

Esta ecuación predice la retención de la fase dispersa con un valor absoluto promedio de la desviación relativa de un 16,4%.

### 6.1.3. Velocidad de deslizamiento <sup>[16]</sup>

Del trabajo de Kumar y Hartland se deriva una ecuación para la obtención de la velocidad de deslizamiento sin necesidad de emplear la retención. La tensión interfacial,  $\sigma$ , no se considera como una variable ya que se estableció que su efecto sobre la retención es insignificante. Entonces se supone que la velocidad de deslizamiento es solo dependiente de las otras variables empleadas en la ecuación (de la retención de la fase dispersa). También se encontró que los efectos de las variables  $U_D$  y  $U_C$  son insignificantes. De esta forma se obtiene la siguiente expresión:

$$U_{\text{slip}} \left( \frac{\rho_c}{g \times \mu_c} \right)^{1/3} = C_1 \varepsilon^{-0,11} \left( \frac{\Delta \rho}{\rho_c} \right)^{0,40} \times \left[ \frac{1}{a_p} \left( \frac{\rho_c^2 \times g}{\mu_c^2} \right)^{1/3} \right]^{0,61} \left( \frac{\mu_d}{\mu_c} \right)^{-0,10} \quad (9)$$

El valor del parámetro C1 es:

- Ⓒ 0,24 sin transferencia de masa
- Ⓒ 0,21 para la dirección de transferencia de masa C→D
- Ⓒ 0,31 para la dirección de transferencia de masa D→C

La desviación que determinaron los investigadores de los puntos obtenidos por esta correlación, respecto a los resultados experimentales fue de 15,6%.

A partir del valor de la velocidad de deslizamiento, se puede determinar la retención mediante la siguiente ecuación:

$$\phi = \frac{\left[ (\varepsilon \times U_{\text{slip}} + U_d - U_c) \mp \sqrt{(\varepsilon \times U_{\text{slip}} + U_d - U_c)^2 - 4\varepsilon \times U_d U_{\text{slip}}} \right]}{2\varepsilon \times U_{\text{slip}}} \quad (10)$$

La desviación que determinaron los investigadores de los puntos obtenidos por esta correlación, respecto a los resultados experimentales fue de 20,1%.

#### 6.1.4. Velocidades de inundación

El número total de mediciones utilizadas para el desarrollo de este modelo fue de 845, incluyendo 86 valores con transferencia de masa. Este cuerpo de datos también incluye 95 experimentos para los cuales la fase dispersa humedece preferentemente el relleno. <sup>[16]</sup>

Para obtener la correlación se consideró que las curvas de inundación pueden ser descritas a través de una ecuación de la forma: <sup>[16]</sup>

$$U_{c,fl}^{1/2} + C_{1c} \times U_{d,fl}^{1/2} = C_{2c} \quad (11)$$

Los parámetros  $C_{1c}$  y  $C_{2c}$  pueden ser expresados en función de los grupos adimensionales obtenidos mediante la utilización de las variables predictorias  $\Delta\rho$ ,  $\rho_d$ ,  $\mu_c$ ,  $\sigma$ ,  $a_p$ ,  $\varepsilon$ , y  $g$ . donde la forma de la mejor correlación para los datos es:<sup>[16]</sup>

$$U_{c,fl} \cdot (1 + \lambda^{1/2})^2 \sqrt{\frac{a_p}{g}} = \alpha \cdot C_{1d} \cdot \varepsilon^{1.54} \cdot \left(\frac{\Delta\rho}{\rho_d}\right)^{0.41} \left[ \frac{1}{a_p} \cdot \left(\frac{\Delta\rho^2 \cdot g}{\mu_c^2}\right)^{\frac{1}{3}} \right]^{0.3} \cdot \left( \frac{\mu_c}{\sqrt{\Delta\rho \cdot \sigma}} \right)^{0.15} \quad (12)$$

Donde  $\lambda$  es la relación de fases y viene dada por la siguiente ecuación:

$$\lambda = \frac{U_d}{U_c} \quad (13)$$

Cuando  $U_{c,fl} = 0$ ,  $\lambda$  es infinito, por lo que la relación anterior se describe como:

$$U_{d,fl} \cdot \sqrt{\frac{a_p}{g}} = \alpha \cdot C_{1d} \cdot \varepsilon^{1.54} \cdot \left(\frac{\Delta\rho}{\rho_d}\right)^{0.41} \left[ \frac{1}{a_p} \cdot \left(\frac{\Delta\rho^2 \cdot g}{\mu_c^2}\right)^{\frac{1}{3}} \right]^{0.3} \cdot \left( \frac{\mu_c}{\sqrt{\Delta\rho \cdot \sigma}} \right)^{0.15} \quad (14)$$

En la ecuación anterior el parámetro  $\alpha$  contabiliza la divergencia entre los datos para los dos tipos de mojado. Sus valores posibles son:<sup>[16]</sup>

- ④ 1,00 cuando la fase continua moja el relleno y,
- ④ 1,29 cuando la fase dispersa humecta el empaque.

Los valores del parámetro  $C_{1d}$  son una función del tipo de empaque y se exponen seguidamente en la Tabla N° 7. Las ecuaciones anteriores predicen las velocidades de inundación con un valor absoluto promedio de la desviación relativa de un 19,5%.<sup>[16]</sup>

**Tabla N° 7.– Valores de  $C_{1d}$  para el cálculo de los caudales límites para diferentes tipos de empaque estructurados.<sup>[16]</sup>**

Tipo de empaque	$C_{1d}$ (Adimensional)
<b>Empaques Ordenados</b>	
Empaque Sulzer BX	0,26
<b>Empaque Sulzer SMV</b>	<b>0,22</b>
Norton 2T	0,29
Empaque de hojas metálicas Montz B1-300	0,42
Anillos Bialecki	0,32

Para efectos del Trabajo de Grado realizado, y en función de los resultados obtenidos en cada una de las corridas realizadas en la torre, las ecuaciones propuestas por estos investigadores son aplicables para el sistema y empaque en estudio. Con estas ecuaciones se puede determinar el tamaño de gota, la retención de la fase dispersa y la velocidad de la fase dispersa alcanzada la inundación en la torre, así como también la velocidad de deslizamiento. Es necesario mencionar que el cambio de dirección de transferencia de masa no tiene efecto sobre la inundación.

Las correlaciones antes indicadas se obtienen a partir de una serie de experiencias realizadas, el número de estas que se realizaron en las distintas direcciones de transferencia de masa según se observa en la Tabla N° 8 y la Figura N° 10, pueden ser indicativo del error a cometer al emplear las ecuaciones en la dirección de transferencia de masa de interés.

Tabla N° 8.- Número de Puntos Empleados en la Determinación de las Correlaciones.

[16]

Variable	Número de Puntos Empleados		
	Sin transferencia de masa	C→D	D→C
Tamaño de gota	306	52	18
Retención fase dispersa	1351	312	360
Cargas límites	759	49	37

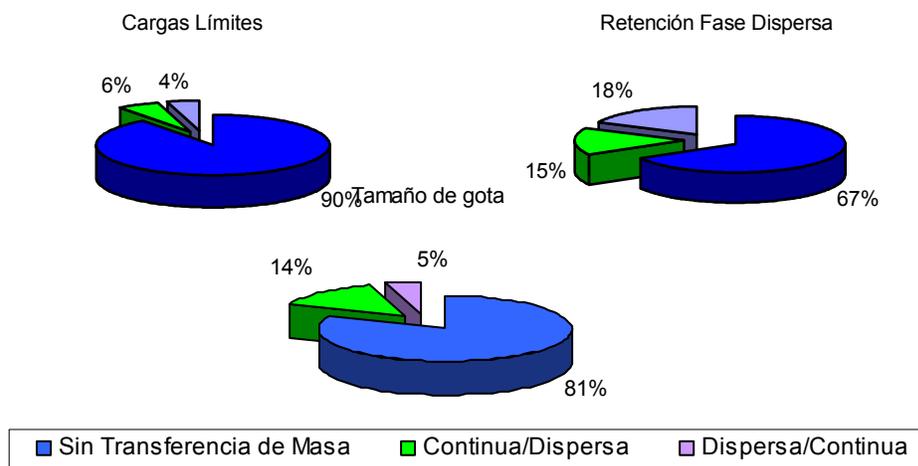


Figura N° 10.- Porcentaje de pruebas realizadas para cada variable fluidodinámica, según el tipo de transferencia de masa.<sup>[16]</sup>

## 6.2. Modelo de Seibert y Fair.

Este modelo es un desarrollo completamente teórico sustentado en ciertas consideraciones, pudiendo citar entre las principales las que se listan seguidamente: <sup>[18]</sup>

- Las gotas son esféricas,
- El tamaño promedio de las gotas puede representarse por el diámetro medio

Sauter y,

- El mezclado axial de las fases continua y dispersa puede despreciarse para el estudio de las columnas empacadas.

### 6.2.1. Diámetro de gota.

La ecuación que se muestra a continuación se apoya en ciertas consideraciones, entre las que se incluyen:

- La fase continua humedece preferiblemente el empaque y no están presentes fuerzas importantes de coalescencia.
- Cuando la gota se está formando, la diferencia de presiones entre ésta y el fluido circundante alcanza un valor máximo de equilibrio en el momento de ruptura de la gota.
- Durante la formación de la gota, esta puede dividirse en dos partes de volúmenes iguales: una sección hemisférica y otra cónica.
- La curvatura de la zona cónica es relativamente pequeña y puede ser despreciada, así como puede aproximarse el valor del radio de curvatura de la zona hemisférica al radio de la gota.

De acuerdo a estas consideraciones, finalmente se obtiene:

$$d_{vs} = 1,15 \cdot \eta \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma}{\Delta\rho \cdot g}\right)} \quad (15)$$

En la expresión (15), el parámetro  $\eta$  es un factor de corrección calculado a partir de datos experimentales de diámetro de gota provenientes de distintos investigadores. Se ha encontrado que toma el valor de 1,0 en ausencia de transferencia de masa o cuando esta se verifica en la dirección C→D y entre 1 – 1,8 si la redistribución de soluto se verifica en la dirección D→C. <sup>[18]</sup>

La diferencia en el valor de  $\eta$  puede ser atribuida al Efecto Marangoni. En general, los

sistemas químicos con un gradiente negativo de tensión interfacial tienden a coalescer más rápido cuando la transferencia de masa va de la fase dispersa a la continua, siendo necesario utilizar en estos casos un valor de 1,4 para  $\eta$ . La transferencia de soluto en la dirección opuesta tiende a retardar la coalescencia. El modelo derivado teóricamente (véase ecuación (15)) predice el tamaño de gota con una desviación del 12%.<sup>[18]</sup>

### 6.2.2. Fluidodinámica de la gota

El movimiento de la gota es la variable más importante que controla la eficiencia y capacidad de un contactor líquido-líquido; siendo el producto de la acción de las fuerzas de flotación, arrastre y gravedad.

Aunque los autores parten de la base inicial de considerar que las gotas se mueven a su velocidad terminal en una columna sin empaque y que esta puede ser expresada a través de la ecuación (5), reconocen la necesidad de contabilizar las interacciones gota-gota y los efectos de la superficie del empaque. Seguidamente entonces, se presentan las correcciones sugeridas.

#### Corrección por las interacciones gota-gota

Para contabilizar este tipo de fenómenos introdujeron una función de la retención de la fase dispersa,  $f(\phi_d)$ , en la ecuación (5). De acuerdo a esto:

$$U_{\text{slip}} = U \times f(\phi_d) \quad (16)$$

Dicha función puede ser obtenida a partir de la derivación de la expresión propuesta (2) por los autores para el cálculo de la retención para las condiciones de inundación, manteniendo la velocidad de la fase continua constante y considerando que el término que la contiene es despreciable. Se obtiene finalmente:<sup>[18]</sup>

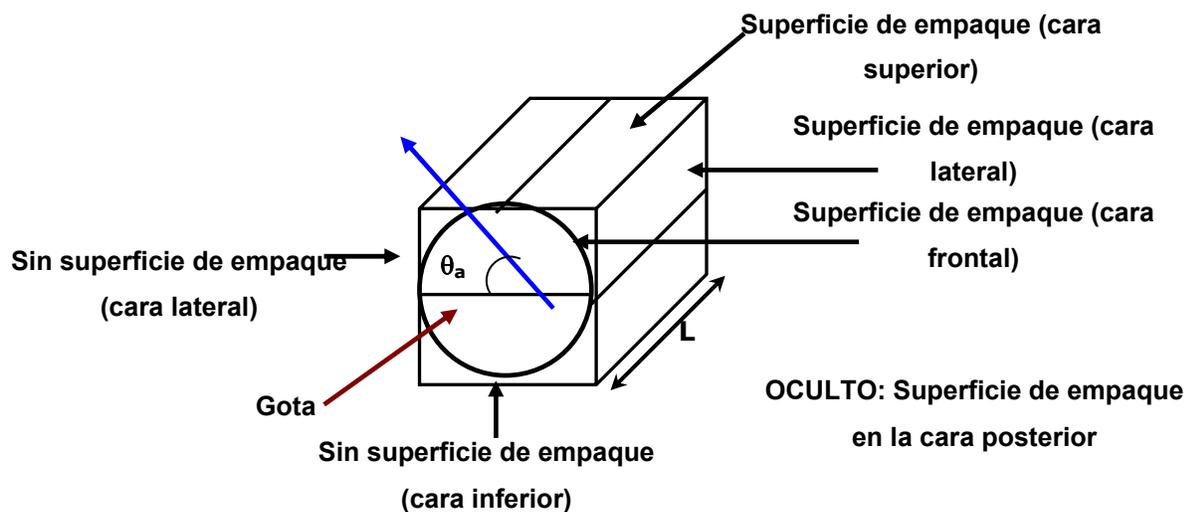
$$f(\phi_d) = \text{Exp}\left(\frac{-6 \cdot \phi_d}{\pi}\right) \quad (17)$$

Esta función puede ser extendida a condiciones diferentes a las aquí indicadas.

### Corrección por el empaque

Está claro que el empaque altera la velocidad de la gota e incrementa la trayectoria recorrida por esta. De aquí que sea necesario contabilizar su efecto dentro de la hidráulica de la gota. Para ello, considérese una gota encerrada en una caja de dimensiones  $d_{vs}:d_{vs}:d_{vs}$  como se muestra en la Figura N° 11.

La gota viaja con un ángulo de ascenso con el fin de evitar la superficie del empaque en su recorrido. Este ángulo,  $\theta_a$ , alcanza un valor de  $90^\circ$  con la horizontal para una columna de rocío (spray), y será menor para un equipo empacado. El ángulo de ascenso depende del tamaño de gota, la cantidad de superficie de empaque y el volumen de la caja.



La superficie del empaque está siendo distribuida en las cuatro paredes internas con una anchura  $d_{vs}$  y una longitud  $L$ .

Figura N° 11.– Efecto de la superficie del empaque.<sup>[18]</sup>

Considerando que la retención estática es despreciable y tomando la caja como volumen de control, se tiene que la cantidad de superficie de empaque contenida en las paredes internas puede ser calculada a partir de la superficie específica del empaque,  $a_p$ , (área total de la superficie del relleno por unidad de volumen de la columna vacía) y el volumen de la caja.

Si la gota se está moviendo puede considerarse que dos caras de la caja no tienen contacto con el empaque, por lo que la superficie disponible de este se distribuye entre las cuatro restantes que tienen una anchura de  $d_{vs}$  y una longitud  $L$ . Así, partiendo de la definición de  $a_p$  se puede escribir: <sup>[18]</sup>

$$L = \frac{1}{4} \cdot a_p \cdot (d_{vs})^2 \quad (18)$$

Se obtiene de este modelo que cuando la longitud del empaque ( $L$ ) es igual al diámetro de la gota, es teóricamente imposible para esta ascender axialmente, lo que propicia el que se verifique un ángulo de ascenso de  $0^\circ$ . Por lo tanto, existe una superficie máxima teórica de empaque ( $a_{p,max}$ ) para un sistema dado, y puede ser calculada a partir de la siguiente expresión: <sup>[18]</sup>

$$a_{p,max} = \frac{4}{d_{vs}} \quad (19)$$

El ángulo de ascenso medio,  $\theta_a$ , puede ser determinado teóricamente a partir de las condiciones límites que se presentan a continuación: <sup>[18]</sup>

$$\theta_a = \frac{\pi}{2} - \frac{\pi\zeta}{4} \quad (20)$$

donde: <sup>[39]</sup>

$$\zeta \cong \frac{a_p \cdot d_{vs}}{2} \quad (21)$$

La variable adimensional  $\zeta$  es una medida física del recorrido tortuoso seguido por la gota y se denomina tortuosidad.

Los autores finalmente retoman las expresiones tradicionales de velocidad y consideran que la tasa de flujo de las gotas varía proporcionalmente con el ángulo de ascenso de las mismas, pudiendo escribir de esta forma:<sup>[18]</sup>

$$U_g = \left( U \cdot \text{Exp}\left(\frac{-6 \cdot \phi_d}{\pi}\right) - \frac{U_c}{\varepsilon \cdot (1 - \phi_d)} \right) \cdot \text{Cos}\left(\frac{\pi \cdot \zeta}{4}\right) \quad (22)$$

### 6.2.3. Retención de la fase dispersa

Los autores proponen que la retención de la fase dispersa sea determinada a partir de la componente axial de la velocidad de la gota, la longitud de la trayectoria de esta y la tasa de flujo de la fase dispersa.<sup>[18]</sup>

$$\phi_d = \frac{U_d \cdot \left[ \text{Cos}\left(\frac{\pi \cdot \zeta}{4}\right) \right]^2}{\varepsilon \cdot \left( U \cdot \text{Exp}\left(\frac{-6 \cdot \phi_d}{\pi}\right) - \frac{U_c}{\varepsilon \cdot (1 - \phi_d)} \right)} \quad (23)$$

En la inundación habrá un valor máximo para la retención de la fase dispersa. Esta puede ser calculada teóricamente suponiendo que la fase dispersa viaja en gotas esféricas uniformes. Para el caso de un arreglo cúbico de esferas, la máxima retención de la fase dispersa es:<sup>[18]</sup>

$$\phi_{d,\max} = \frac{\pi}{6} = 0,52 \quad (24)$$

### 6.2.4. Inundación

Manipulando la ecuación (23) y haciendo uso del valor máximo de retención teórico, puede obtenerse la siguiente expresión: <sup>[18]</sup>

$$\frac{U_{c,fl}}{\frac{6}{\pi} - 1} + \left[ \text{Cos}\left(\frac{\pi \cdot \zeta}{4}\right) \right]^{-2} U_{d,fl} = \frac{\pi}{6} \cdot \varepsilon \cdot U \cdot \text{Exp}(-1) \quad (25)$$

La cual se simplifica a: <sup>[18]</sup>

$$1,08 \cdot U_{c,fl} + \left[ \text{Cos}\left(\frac{\pi \cdot \zeta}{4}\right) \right]^{-2} U_{d,fl} = 0,192 \cdot \varepsilon \cdot U \quad (26)$$

donde la tortuosidad está definida por la ecuación (21).

La expresión (26) proporciona un panorama general de fundamental importancia, pues permite precisar los parámetros más importantes que controlan la inundación: la fracción vacía del empaque, el factor de tortuosidad y la velocidad de gota. La desviación promedio de los valores experimentales para la retención de fase dispersa es de un 12%. <sup>[18]</sup>

En resumen, las proposiciones teóricas planteadas por estos investigadores, necesarias para aplicar su modelo, se cumplen a cabalidad por el sistema y el empaque en estudio. Todos los parámetros y constantes relacionados con el empaque y/o el sistema son conocidos o se pueden determinar a partir de las experiencias desarrolladas en la planta piloto. Con estas ecuaciones se obtiene la velocidad terminal, la retención de la fase dispersa, la velocidad de deslizamiento, la capacidad máxima y el diámetro medio Sauter de las gotas.

### **6.3. Modelo de Mackowiak y Billet.**

El objetivo del trabajo realizado por Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup> era encontrar un método de cálculo de las principales dimensiones de columnas de extracción que contienen elementos empacados ordenados o al azar. Los empaques que consisten en elementos al azar, y empaques ordenados, se investigaron usando varios sistemas de prueba, entre los cuales se encuentran tolueno (D)/ácido acético/agua, tolueno (D)/acetona/agua, n-butanol/ácido succínico/agua. Los efectos del mezclado axial no son considerados en esta investigación.

Este modelo surge como respuesta a la necesidad de encontrar un método de cálculo para la determinación de las principales dimensiones de una columna de extracción rellena con elementos de empaque al azar u ordenados. Para lograr su objetivo se tomó como punto de partida un modelo teórico mejorado sobre la base de la experimentación, lo que condujo al establecimiento de parámetros empíricos que permitieran modelar adecuadamente el fenómeno objeto de estudio. Estos investigadores emplearon el sistema n-butanol-ácido succínico-agua, así como también trabajaron con columnas de empaques estructurados y al azar.

Sus experiencias permitieron la valoración de la influencia de la dirección de transferencia de masa en la retención de la fase dispersa, el diámetro promedio de gota, el límite de inundación y el área interfacial. La información disponible involucra principalmente empaques anillos Pall, Bialecki, Hiflow y empaques estructurados tipo Montz. <sup>[6]</sup>

#### **6.3.1. Diámetro medio de gota Sauter**

Para este estudio se partió de experimentos en los cuales se utilizó el método fotográfico. A lo largo de las pruebas la diferencia de densidad ( $\Delta\rho$ ) osciló entre 131,5 y 595,8 Kg/m<sup>3</sup> y la tensión interfacial entre 2,8 y 44,5 mN/m. A partir de los resultados obtenidos se tiene que el diámetro de gota es independiente de la carga dentro del rango que establece una relación lineal entre la retención y la velocidad superficial de la fase dispersa. <sup>[6]</sup>

El diámetro puede expresarse como una función de los siguientes parámetros: <sup>[6]</sup>

$$d_{vs} = f(\rho_d, \rho_c, \sigma, g) \quad (27)$$

para ser determinado a partir de la expresión incluida a continuación: <sup>[6]</sup>

$$d_{vs} = C_2 \cdot \sqrt{\frac{\sigma}{\Delta\rho \cdot g}} \quad (28)$$

donde  $C_2$  es un parámetro que puede tomar los siguientes valores: <sup>[6]</sup>

- 1 cuando  $\rho_d < \rho_c$
- 0,8 en el caso contrario.

La ecuación (28) sólo es aplicable cuando se cumple la condición: <sup>[6]</sup>

$$\frac{U_c}{U_{c,fl}} = \frac{U_d}{U_{d,fl}} \leq 0.65 \quad (29)$$

Al operar en el rango donde  $U_c > 0,65 \cdot U_{c,fl}$ , en el que la retención de la fase dispersa se incrementa con la velocidad superficial de la fase continua mientras  $U_d$  permanece constante (ver Figura N° 7), se observó experimentalmente un incremento en el tamaño de gota. Así, y para el caso límite de inundación, el diámetro de gota puede calcularse como sigue: <sup>[6]</sup>

$$d_{vs,fl} = 1,2 \cdot \sqrt{\frac{\sigma}{\Delta\rho \cdot g}} \quad (30)$$

El que la dirección de transferencia de masa sea de la fase dispersa a la fase continua ( $D \rightarrow C$ ) produce aproximadamente un 30% o más de incremento en el diámetro de gota, en comparación con los valores obtenidos para el mismo sistema estudiado sin transferencia de masa y bajo las mismas condiciones de operación. Se considera necesario señalar que el tamaño de gota para la dirección de transferencia opuesta ( $C \rightarrow D$ ) puede ser

calculado con la suficiente precisión a través de la expresión (28). Estos investigadores encontraron que:

$$d_{vs,fi} \approx 1,2d_{vs} \quad (31)$$

esto se cumple para  $U_c \leq 0,65 U_{c,fi}$ .

### 6.3.2. Cargas límite (Inundación)

Un modelo teórico se tomó como punto de partida para la determinación de la velocidad característica de deslizamiento, incluyéndose dentro de su estructura matemática el cálculo de la velocidad de la gota. [6]

Así, la ecuación teórica presentada a continuación: [6]

$$U = \left[ \frac{4 \cdot g \cdot \Delta\rho \cdot \sigma}{\rho_c^2 \cdot C_D} \right]^{\frac{1}{4}} \quad (32)$$

puede ser empleada para determinar la velocidad característica de deslizamiento, donde  $C_D$  representa un factor de fricción, el cual, de acuerdo a las recomendaciones de Levich, puede ser tomado como la unidad. Pajak confirmó la validez de la ecuación aquí citada con una exactitud de  $\pm 10\%$  en sus experimentos con sistemas líquido-líquido. [6]

La ecuación (32) es válida siempre y cuando se cumpla la condición:

$$1 < \frac{d_{vs}^2 \times \Delta\rho \times g}{\sigma} < 9 \quad (33)$$

En una columna empacada, las gotas pierden una parte de su energía cinética cuando colisionan con los internos de la unidad. Por esta razón, su velocidad característica

( $U_0$ ) no es tan alta como aquella de una gota individual y la siguiente expresión es entonces válida: [6]

$$U_0 = C \cdot U \text{ donde } C < 1 \quad (34)$$

En esta ecuación, C representa un parámetro que es proporcional al factor de fricción.

Luego de manipular varias ecuaciones, para las condiciones de inundación se tiene que:

$$U_{c,fl} = C \cdot U \cdot \varepsilon \cdot (1 - \phi_{d,fl})^2 \cdot (1 - 2 \cdot \phi_{d,fl}) \quad (35)$$

$$U_{d,fl} = 2 \cdot C \cdot U \cdot \varepsilon \cdot (1 - \phi_{d,fl}) \phi_{d,fl}^2 \quad (36)$$

De este modo el diagrama de cargas límites  $U_{d,fl} = f(U_{c,fl})$  puede ser calculado a partir de las constantes experimentales de los elementos del empaque y las propiedades físicas del sistema.

Combinando la ecuación (35) y la (36), y haciendo uso de la siguiente expresión para la tasa de flujo de las fases ( $\lambda = U_d/U_c$ ), llegaron a la siguiente expresión para la retención de la fase dispersa en el punto de inundación: [6]

$$\phi_{d,fl} = \frac{(\lambda^2 + 8 \cdot \lambda)^{\frac{1}{2}} - 3 \cdot \lambda}{4 \cdot (1 - \lambda)} \quad (37)$$

En la siguiente tabla se presentan los valores del parámetro C (ver Tabla N° 9) para

los empaques estructurados trabajados por Mackowiak y Billet. Se incluyen adicionalmente los valores de C que se define como:

$$\frac{U_{\text{slip}}}{U} = C(1 - \phi) \quad (38)$$

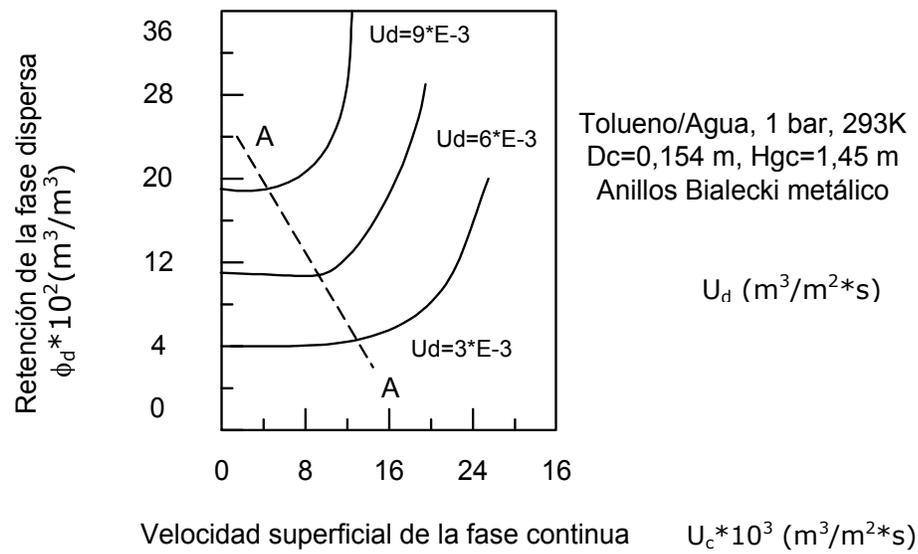
Es importante destacar que para el empaque Sulzer SMVP no se tienen valores de la constante C, pero se puede determinar experimentalmente empleando la ecuación (32) y las ecuaciones (35) ó (36), a partir de los valores experimentales de la retención en la inundación, ya que estas ecuaciones provienen de un desarrollo de las condiciones de inundación, con ello se podrá determinar los valores de la velocidad de deslizamiento, usando el valor de retención, a partir de la ecuación (38).

**Tabla N° 9.- Constantes adimensionales  $C_{0a}$  y C para la determinación de la velocidad de inundación, por el modelo de Mackowiak y Billet. <sup>[6]</sup>**

Tipo de Empaque	$C_{0a}$	C
Anillos Bialecki 25 mm	0,465	0,670
Empaque Metálico Filip I-13	0,470	0,600
Anillos Pall 25 mm	0,336	0,450
Anillos Hiflow 25 mm	0,420	0,565
Anillos Hiflow 35 mm	0,470	0,570
Empaque de hojas metálicas Montz B1-300	0,475	0,600
Empaque plástico Montz C1-300	0,617	0,600

### 6.3.3. Retención de la fase dispersa

El comportamiento general de la fase dispersa en el rango entero en el que opera, es ilustrado cualitativamente en la Figura N° 12. La retención de la fase dispersa,  $\Phi_d$  es graficada como una función de la velocidad superficial  $U_c$  de la fase continua, con la velocidad superficial  $U_d$  de la fase dispersa, como parámetro. Las medidas se llevaron a cabo para el sistema de prueba Tolueno (D) / agua bajo las condiciones normales, en columnas de 0,154 o 0,0532 m de diámetro y 2,5 o 1,45 m de alto. <sup>[6]</sup>



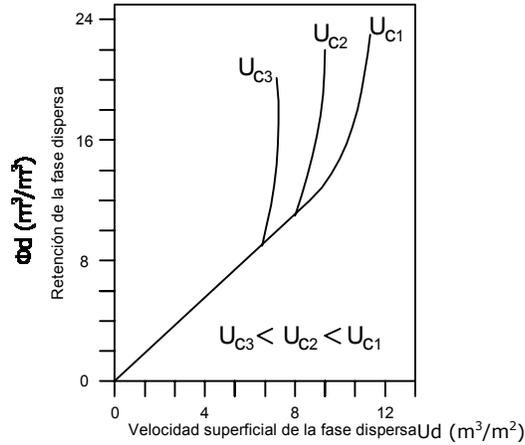
**Figura N° 12.- Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase continua para empacados apilados. Parámetro: velocidad superficial de la fase dispersa. [6]**

La gráfica de  $\Phi_d = f(U_c, U_d)$  es similar para ambos tipos de columna, como se muestra en el diagrama; a una distancia dada del punto de inundación  $U_c < 0,65 U_{c,fl}$ , es decir, línea A-A, la retención de la fase dispersa,  $\phi_d$ , es independiente de la velocidad superficial  $U_c$ .

La gráfica de retención de la fase dispersa  $\phi_d$  como una función de la velocidad superficial  $U_D$ , con la velocidad superficial de la fase continua  $U_c$  como el parámetro, (Figura N° 13), resulta en una línea prácticamente recta en el rango donde  $\Phi_d \neq f(U_c)$  aplica. Esta función se describe por la siguiente ecuación: [6]

$$\phi_d = C_1 \cdot U_D \quad (39)$$

donde  $C_1$  denota la constante del empaque, específica del sistema, válida en el rango de operación  $U_c < 0,65 U_{c,fl}$ .



**Figura N° 13.- Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase dispersa. Parámetro: velocidad superficial de la fase continua.** [6]

Las medidas de retención de la fase dispersa  $\Phi_d$ , llevan a la conclusión que, para los empaques ordenados y al azar, existe un rango de operación a aproximadamente 65% del límite de inundación, en que la retención de la fase dispersa, para un sistema dado, depende prácticamente sólo de la velocidad superficial de la fase dispersa,  $U_d$ .

El modelo que describe la retención de la fase dispersa, se presenta en la siguiente expresión: [6]

$$\phi_d \cong \frac{1}{C_{0a} * \varepsilon} \left[ \frac{\rho_c^2}{4 * g * \Delta\rho * \sigma} \right]^{1/4} U_d \quad (40)$$

Si la constante del empaque  $C_1$  de la ecuación (39), la cual es específica del sistema, es conocida de los experimentos (que para el caso del sistema n-butanol/agua es desconocido), la constante del empaque  $C_{0a}$  puede determinarse de la siguiente ecuación: [6]

$$C_{0a} = \frac{1}{C_1 * \varepsilon} * \frac{1}{U} = \frac{1}{C_1 * \varepsilon} \left[ \frac{\rho_c^2}{4 * g * \Delta\rho * \sigma} \right]^{1/4} \quad (41)$$

Experimentos usando diferentes sistemas de prueba muestran que  $C_{0a}$  puede considerarse como una constante del empaque que es independiente del sistema y no se afecta por la geometría de la planta de prueba.

Para obtener la constante  $C_{0a}$  a partir de las experiencias desarrolladas en este Trabajo Especial de Grado, se obtiene primeramente de la ecuación (39) el valor de la constante  $C_1$  gracias a que se conoce experimentalmente el valor de  $U_d$  y  $\Phi_d$ . Luego con la ecuación (41) se obtiene el valor de  $C_{0a}$ .

Puede concluirse de los datos experimentales presentados por los autores, que las constantes  $C$  y  $C_{0a}$  (Tabla N° 9) para varios empaques metálicos, sólo difiere ligeramente de diseño a diseño. Debido a que las cargas límites de las columnas estructuradas, también difieren ligeramente entre sí de anillos y empaques metálicos, puede suponerse que el comportamiento hidráulico de estos internos de la unidad es similar y las reglas que gobiernan la retención de la fase dispersa, el diámetro de gota y la carga límite, pueden ser aplicados a estos diseños, de esto se establece que al determinar este grupo de constantes y verificar el orden de magnitud respecto a los resultados para otros empaques, se puede comprobar la aplicabilidad de este modelo al empaque SMVP y sistema de estudio.

#### 6.4. Modelo de Streiff y Jancic.

Utilizaron como relleno el Sulzer SMV. Se seleccionó este empaque pues cumplía con la configuración que se consideraba más apropiada para una operación con un elemento de mezclado con la estructura de un relleno regular.

Proponen la siguiente correlación para el tamaño de gota:

$$\frac{d_{vs}}{d_h} = C_F \cdot \left( \frac{d_h \cdot \rho_c \cdot U_{slip}^2}{\sigma} \right)^{-0.5} \cdot \left( \frac{d_h \cdot \rho_c \cdot U_{slip}}{\mu_c} \right)^{0.15} \quad (42)$$

donde  $C_F = 0,12$  para sistemas sin transferencia de masa. No se indican los valores de esta constante para el caso en el que si se verifique una redistribución de soluto, únicamente se

afirma que esto afecta considerablemente el tamaño de gota. <sup>[23]</sup>

Este modelo contabiliza razonablemente bien la influencia de las propiedades físicas en la fluidodinámica de la columna, sin embargo, este no es el caso con las interacciones empaque – gotas. <sup>[23]</sup>

Proponen estas dos ecuaciones para la velocidad de deslizamiento:

$$U_{\text{slip}} = \frac{U_d}{\phi_d} + \frac{U_c}{(1 - \phi_d)} \quad (43)$$

$$U_{\text{slip}} = U_0 \cdot (1 - \phi_d)^n \quad (44)$$

Adicionalmente los autores sugieren que la velocidad terminal puede ser calculada a partir de la relación entre el coeficiente de arrastre y el número de Reynolds para una esfera aislada moviéndose en un medio infinito. Esta expresión se incluye seguidamente: <sup>[19]</sup>

$$U = \frac{4}{3} \cdot \left( \frac{d_{vs} \cdot \Delta\rho \cdot g}{\rho_c \cdot C_D} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (45)$$

El modelo también plantea una expresión para la retención en la inundación que se reproduce seguidamente; sin embargo, esta se encuentra reñida con la realidad física puesto que indica una retención fraccional de la unidad a una tasa de flujo de la fase continua de cero. <sup>[19]</sup>

$$\phi_{d,fl} = \frac{\lambda^{\frac{1}{2}}}{1 + \lambda^{\frac{1}{2}}} \quad (46)$$

## 7. DESCRIPCIÓN DE LA UNIDAD PILOTO

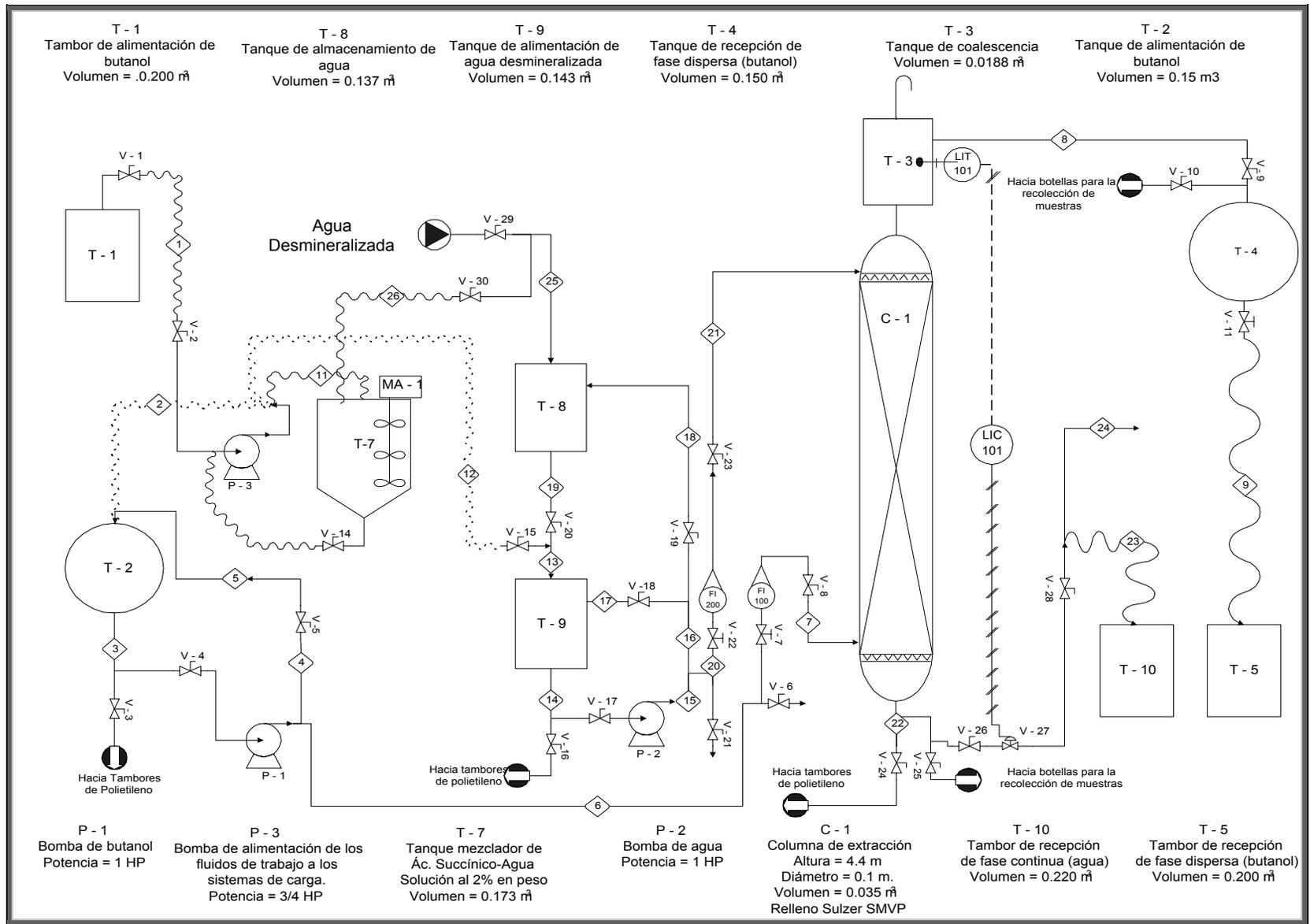
Para facilitar la comprensión del procedimiento experimental, es necesario realizar un bosquejo de la unidad piloto, en la cual se realizaron las pruebas fluidodinámicas y de transferencia de masa. Para ello se realizará una revisión del diagrama de flujo de la unidad piloto, presentado en el trabajo de pre-grado de Ávila y García <sup>[25]</sup>. Las hojas de especificación de los equipos que forman parte de la columna fueron presentadas en el trabajo de pre-grado de Di Sarli y García. <sup>[19]</sup>

A continuación se describe brevemente la planta piloto:

El tanque T-1 representa los bidones de n-butanol virgen, con el fin de saturar la fase orgánica se bombea a el tanque mezclador T-7 empleando la bomba P-3 y uniendo la línea flexible 11 a T-7. El agua requerida para saturar la fase dispersa se envía a T-7 abriendo V-30 y conectando la línea flexible 26 en T-7. Este procedimiento se repite para saturar la fase acuosa. El contenido de T-7 se puede enviar a T-2 si su contenido es fase orgánica a T-8 y T-9 si la fase es acuosa, empleando la bomba P-3. La bomba P-1 se encarga de alimentar la fase orgánica o dispersa por el fondo de la columna C-1, este flujo se regula mediante el rotámetro FI-200. La fase acuosa o continua se alimenta al tope de C-1 empleando la bomba P-2, este flujo de alimentación se regula con el rotámetro FI-100. La fase dispersa sale por el tope de la columna y se dirige al tanque T-3 donde coalesce, seguidamente se desplaza hacia T-4 de donde por gravedad se almacena en T-5, que representa los bidones empleados para tal fin.

La fase continua sale por el fondo de la columna, su flujo es regulado por el sistema de control automático, el cual decide abrir o cerrar la válvula automática V-27 para mantener constante el nivel en T-3, esta fase se envía por gravedad a T-10, que son una serie de bidones en donde se almacena la fase continua.

A continuación, y para facilitar la descripción de la planta piloto, se presenta el diagrama de flujo (DFP) de esta, así como un esquema de la columna de extracción, Figura N° 14 y Figura N° 15 respectivamente.



**Figura N° 14.- Diagrama de flujo de la planta piloto.**

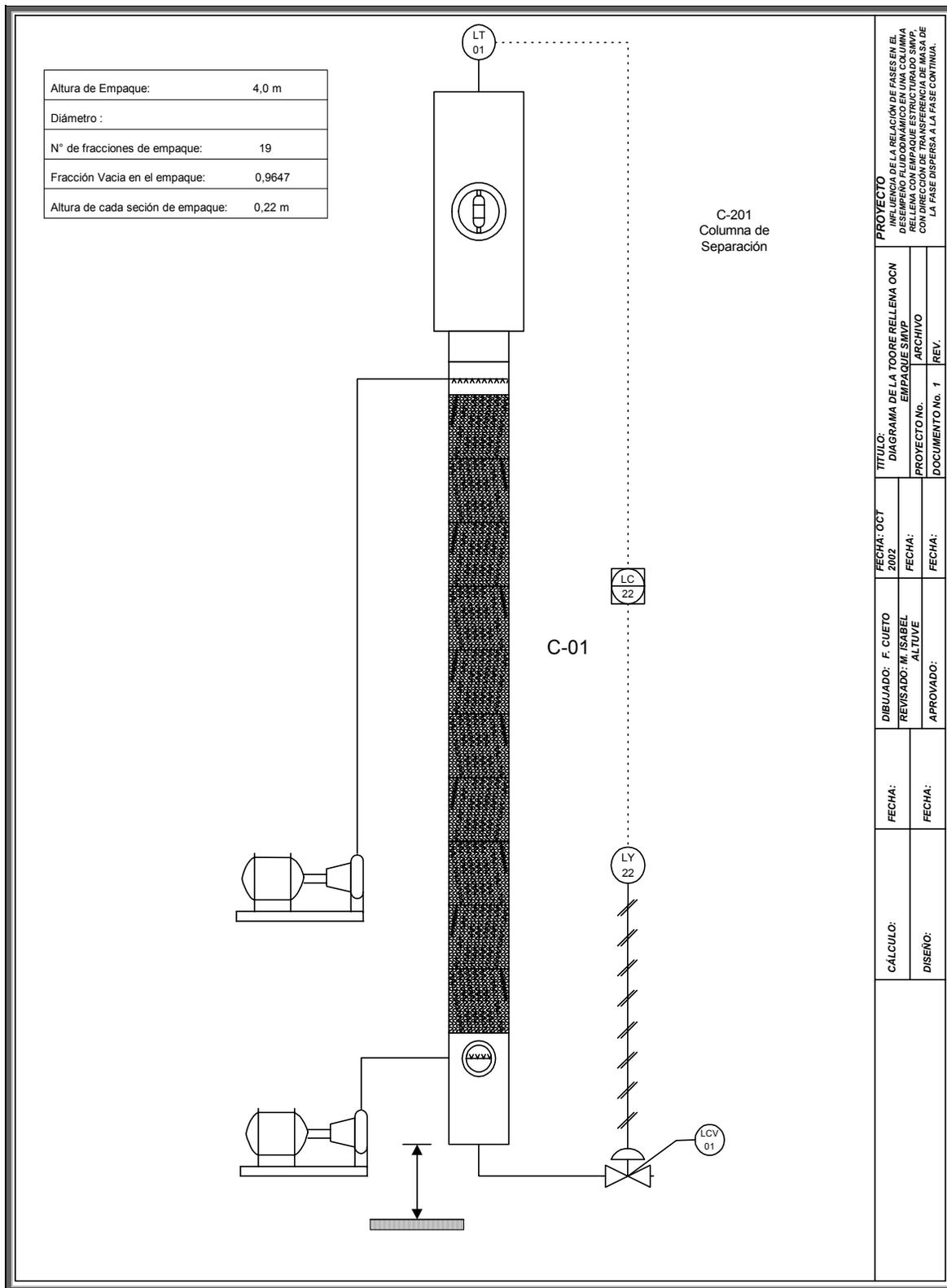


Figura N° 15.- Esquema de la columna de extracción.

## 8. METODOLOGÍA

Al inicio de la presentación de este Trabajo Especial de Grado, se establecieron una serie de objetivos tanto generales como específicos. En la siguiente sección se reseñarán los procedimientos realizados con el fin de cumplir cada uno de los objetivos señalados, realizando una descripción general de los procedimientos experimentales y los cálculos matemáticos requeridos.

### **8.1. Recopilación de la información**

La recopilación de la información teórica así como resultados experimentales obtenidos por otros grupos de investigadores, se basó en un principio en el análisis de los autores consultados para la realización de trabajos de grado anteriores a este y que involucraban el manejo de torres rellenas en aplicaciones para extracción líquido-líquido con el tipo de empaque que posee la planta piloto en estudio, así como el sistema químico empleado. También se consultaron investigadores que aportaron información sobre el empaque aunque no realizaron experiencias de laboratorio con el mismo sistema empleado en esta investigación.

En relación a los trabajos de grado realizados con anterioridad y relacionados con la planta y/o el sistema, se revisaron con el fin de verificar la posibilidad de aplicar mejoras a la planta, procedimientos experimentales, etc. De la información recopilada, se determinaron las variables y modelos fluidodinámicos que se ajustaban al tipo de empaque y sistema empleados. También fue necesario encontrar la curva de equilibrio para el sistema a 28°C y 1 atm la cual no se presentaba en ninguna de las bibliografías consultadas a la temperatura requerida, solo se encontró a 20°C por lo que se hizo necesario realizar pruebas de laboratorio para determinar la curva de equilibrio a esta temperatura.

### **8.3 Determinación de las curvas de equilibrio para el sistema *n*-Butanol/Ácido succínico/Agua @ 20°C.**

Estas pruebas se realizaron antes de las pruebas en la planta piloto, su finalidad era determinar la curva de equilibrio a 20°C para el sistema estudiado. Para determinar la curva de equilibrio se emplearon concentraciones de 0,3; 0,5; 0,9 %p/p en ácido succínico.

Se llenaba con agua destilada el equipo de baño térmico y luego se procedía a elevar su temperatura hasta a 20°C, posteriormente se preparaba en un beacker una solución de 100 ml Agua + masa escogida de ácido succínico, una vez preparada se agregaba al reactor, y se introducía el agitador al reactor a fin de que disolviera bien el ácido contenido en la solución; una vez disuelto se procedía a agregar una cantidad de masa equivalente a la solución de *n*-Butanol-Ácido succínico, se ponía nuevamente en funcionamiento el agitador y se esperaban las horas necesarias para la estabilización del sistema, transcurrido este tiempo se tomaban las muestras a titular con NaOH al 0,05N.

Al titular las fases en el estado estacionario se obtuvieron las concentraciones de ácido en cada fase, y se calculó la concentración (fracción másica) de soluto presente en cada fase, graficando estos resultados se obtuvo la curva de equilibrio. Los datos obtenidos fueron comparados con los obtenidos a partir de modelos y gráficos propuestos en la bibliografía.

Durante la realización de estas experiencias el grupo de trabajo observó la transferencia de masa que se producía entre los componentes del sistema debido a que el agua y el *n*-butanol son parcialmente miscibles, para minimizar este error en las experiencias que a posterior se realizarían en la planta piloto, se decidió pre-saturar parcialmente las corrientes a emplear.

#### **8.3 Pre-saturación parcial de las fases**

Durante la realización de las experiencias anteriores, el grupo de trabajo observó la transferencia de masa que se producía entre los componentes del sistema debido a que el agua y el *n*-butanol son parcialmente miscibles, para minimizar este error en las experiencias

que a posterior se realizarían en la planta piloto, se decidió pre-saturar parcialmente las corrientes a emplear.

Para este procedimiento lo que se hizo fue tomar en un beacker n-butanol, colocarlo en agitación, e ir agregando poco a poco agua; cada cierto tiempo se dejaba reposar a fin de observar si se formaba o no la interfase, se tomaba una muestra y se le medía el índice de refracción. Con los datos obtenidos se realizó una curva, la cual se empleó para pre-saturar las fases alimentadas a la columna de extracción líquido-líquido. (Ver Anexo 2) Este proceso se realizó tanto para la fase orgánica como para la fase acuosa.

## **8.2. Familiarización y diagnóstico de la planta piloto**

Sobre la base del diagrama de flujo del proceso de la planta piloto, realizado por Di Sarli y García <sup>[19]</sup> y las posteriores modificaciones realizadas por Ávila y García <sup>[25]</sup>, se estudiaron las líneas de procesos y los equipos que conforman la unidad a fin de lograr la evaluación del estado de la misma.

De acuerdo con las recomendaciones sugeridas por Ávila y García <sup>[25]</sup>, las modificaciones hechas a la planta fueron:

- Selección e instalación de medidores de flujo a la salida de cada una de las fases.
- Instalación de un conductímetro en línea para la planta desmineralizadora de agua.

El procedimiento de familiarización de la planta se basó en la observación y conocimiento a fondo del manejo de cada una de las partes y equipos que la conforman; para mejorar la experticia en el manejo de la planta se realizaron corridas con agua como único elemento, con el fin de apreciar el funcionamiento completo de la misma. A su vez se limpiaron todos los tanques de almacenamiento así como bombas y tuberías para evitar la presencia de cualquier compuesto que pudiese afectar los resultados de las experiencias realizadas.

Durante este proceso de familiarización, el grupo de investigación observó ciertas irregularidades en las mediciones de caudales realizadas con los rotámetros, por lo cual se decidió hacer una curva de calibración para los mismos, empleando como soporte mediciones de caudal hechas con los medidores de flujo adquiridos durante la realización del proyecto, colocándolos a las salidas de las corrientes controladas por los rotámetros en cuestión, y verificando estos valores de forma manual con el empleo de un cilindro graduado de 2000 ml y un cronómetro. Estas irregularidades se pueden explicar por el hecho de que los fluidos con los que operó y opera la planta (naftas y soda cáustica y ahora n-butanol y ácido succínico) pueden atacar los flotadores, conduciéndolos a su descalibración, (tal vez uno más que otro ya que los componentes de las corrientes con las que se operan están presentes en distintas proporciones para cada rotámetro), razón por la cual se recomienda a grupos de investigación posteriores, realizar nuevas calibración antes de proceder a efectuar las pruebas experimentales.

Los valores considerados de fábrica fueron obtenidos de los manuales que traen estos equipos, cabe destacar que según estos manuales ambos rotámetros deberían trabajar con la misma calibración, pero por las razones explicadas anteriormente, se tuvo que hacer el procedimiento de calibración para cada uno, por lo cual se obtuvieron curvas diferentes. Se tomaron cinco (5) valores experimentales para cada uno. Los valores obtenidos en las pruebas con los medidores de flujo pueden ser observados en la Tabla N° 26 y la Tabla N° 27. Luego se procedió a en un mismo gráfico a representar los valores estimados por el software del fabricante y los resultados experimentales a fin de ver en forma más clara las diferencias existentes (Ver Figura N° 26 y Figura N° 27) para obtener posteriormente las ecuaciones de las curvas de calibración para cada uno, con la cual se calcularon los nuevos valores de caudal con los que se operó la planta.

Dentro de los equipos que integran la planta se hizo especial énfasis en la operación y puesta a punto del sistema automático de control, a fin de garantizar las condiciones estacionarias en la torre durante todo el proceso.

En esta etapa también se observaron irregularidades en la toma de caudales por los medidores de flujo, ya que los mismos no reflejaban lecturas cuando los rotámetros se fijaban en marcas inferiores a 30 (aprox. 1 L/min). Para la programación de estos hay que introducir un factor  $K$  que depende de la cantidad de flujo de las corrientes de salida, si es

alto se emplea una  $K$  y si es bajo se emplea otra, durante las pruebas dichos flujos de salida oscilaban en función de las diferentes relaciones de fases empleadas, es decir, para algunas relaciones los flujos se mantenían altos, pero para otras relaciones los flujos se mantenían bajos; razón por la cual se decidió contactar nuevamente al fabricante, a fin de que solicitar personal calificado para realizar la calibración correcta de los mismos, pero este no emitió una respuesta. Sin embargo, las pruebas experimentales no se podía paralizar, y dicho problema fue solventado con la utilización del mismo método manual empleado para la calibración de los rotámetros, se tomaron tres valores de los caudales de salida con un cilindro graduado de 2000 ml y un cronómetro, método que como se sabe arroja error de tipo humano, razón por la cual se recomienda realizar la calibración de dichos equipos.

### ***8.3. Pruebas en la planta piloto en el estado estacionario de transferencia de masa y en la inundación, para lo cual se empleó una concentración de soluto del 1% en peso y dirección de transferencia de masa $D \rightarrow C$ .***

Lo primero que se hacía era verificar que la columna estuviera vacía, en caso contrario se procedía a vaciarla. Una vez preparadas las mezclas de alimentación, se llenaba la columna con fase continua hasta que el indicador del controlador llegara a aprox. 53%, a fin de que el empaque se empapara con esta fase para minimizar la coalescencia de la fase dispersa. Una vez alcanzado el nivel esperado se procedía a alimentar la fase dispersa hasta que esta comenzara a salir por la parte superior de la columna cayendo al tanque de recepción destinado a esta corriente. Una vez que esto sucedía se procedía a colocar los rotámetros en los caudales seleccionados para la operación; se tomaban muestras de las corrientes de entrada entonces y se procedía a esperar que transcurriera el tiempo de estabilización teórico, cinco minutos antes de que se cumpliera se tomaba una muestra de la corriente de salida de fase acuosa y se procedí a titular con NaOH al 0,05N; a partir de allí cada cinco minutos hasta que las titulaciones arrojaran tres valores consecutivos, lo cual era indicativo de que había sido alcanzado el estado estacionario de transferencia de masa, entonces se procedía a tomar muestras de ambas corrientes de salida.

Una vez que se tomaban las muestras necesarias se procedía a cerrar al unísono todas las corrientes que permitían acceso de fluidos a la columna, así como aquellas que permitían la salida de los mismos, de igual forma se procedía a apagar las bombas.

Se tomaron muestras de las corrientes de salida y de entrada de la torre con el fin de llevar a cabo pruebas para determinar distintas propiedades físicas de dichas corrientes, las propiedades requeridas fueron: tensión interfacial ( $\sigma$ ), concentración de soluto (ácido succínico), densidad ( $\rho$ ), viscosidad ( $\mu$ ). Con la data obtenida se procedió a realizar los cálculos necesarios para obtener los balances de masa global, en ácido, y el porcentaje de separación del empaque, así como la altura de empaque equivalente a una etapa teórica de separación HETP.

### ***8.3. Determinación experimental de la retención en el estado estacionario de transferencia de masa y en la inundación.***

Una vez que se cerraban todas las corrientes que tenían acceso a la columna y las bombas, se esperaban 90 min a fin de que las fases dentro de la torre se separaran, posteriormente se procedía a alimentar a caudales muy bajos fase continua a fin de desplazar la fase dispersa contenida en el tanque de coalescencia, la cual caía al tanque de recolección. Se esperaba que el indicador de nivel de la interfase marcara 53% para cerrar la válvula de alimentación de la fase continua, y luego se trasvasaba al recipiente paralelepípedo, que era pesado con la finalidad de saber qué cantidad había sido desplazada, una vez hecho esto se tomaba una muestra de la misma para su posterior estudio. A dicha muestra se le tomaban propiedades de densidad ( $\rho$ ) y viscosidad ( $\mu$ ).

Para la obtención de la retención en la inundación, lo primero que se hacía era inundar la torre, para lo cual se colocaba nuevamente en funcionamiento la planta piloto, a los caudales normales de operación, y se esperaba a que el controlador dejara de fluctuar; una vez alcanzado este punto se procedía a aumentar los caudales de alimentación manteniendo siempre la relación de fases empleada en la operación. Todo este proceso se realizaba hasta que se observaba que la columna estaba inundada (como se explica en el Procedimiento Experimental), momento en el cual se tomaba nota de los caudales empleados y se procedía a cerrar todas las válvulas que tenían acceso a la columna. Nuevamente se dejaban transcurrir 90 min y se repetía el procedimiento para desplazar la fase dispersa (explicado anteriormente), así como la toma de la muestra y sus propiedades.

En cada una de las corridas, se trabajó empleando una velocidad de la fase continua por debajo del 65% de su valor en la inundación aproximado. De cada corrida se obtuvo el siguiente grupo de datos: velocidades de salida y entrada de cada una de las fases tanto en la inundación como en el estado estacionario ( $U_c$ ,  $U_d$ ,  $U_{c,fl}$ ,  $U_{d,fl}$ ). Para determinar la retención de cada una de las fases se estableció la cantidad de cada una presente no sólo en el estado estacionario, sino también en el punto de inundación dentro de la torre, este procedimiento se describe en la sección 9.

### **8.3. Tratamiento de los datos obtenidos**

Los caudales de entrada y salida de las fases se emplearon para los cálculos de balances de masa globales, para los cuales se obtuvo un % de desviación entre los flujos másicos de cada fase alimentados a la columna y los flujos másicos que salían de la misma.

La razón por la cual se requirieron de las concentraciones de salida de cada una de las fases, se justifica con la necesidad de obtener los balances de masa en ácido succínico, el porcentaje de separación de la columna y la altura de empaque equivalente a una etapa teórica de separación (HETP).

Conocidas las concentraciones de entrada y salida se obtenían los flujos másicos de ácido succínico presente en las distintas corrientes una vez realizada la extracción, el tratamiento que se le dio a los datos fue el mismo empleado para los balances de masa global. Así mismo conocida la cantidad de ácido que salía de la columna, se pudo calcular el porcentaje de separación o eficiencia de la torre, como la cantidad de ácido que entraba a la torre entre la cantidad total que salía de la misma.

Como se aprecia en la Tabla N° 10, cada una de las variables que se obtuvieron en este trabajo no necesariamente se generó a partir de los mismos modelos o involucraron procedimientos experimentales. Lo que respecta al diámetro de gota, requirió para su determinación únicamente las propiedades físicas de cada fase, propiedades como densidad de cada fase y tensión interfacial. Estas propiedades se obtuvieron como un promedio entre el tope y el fondo de la torre, siguiendo las recomendaciones de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>. Es importante aclarar que para las corridas a las cuales se practico una repetición, es decir, se

Se duplicaron, se realizaron los cálculos independientes una de la otra y los resultados se promediaron. Para los modelos empleados para esta variable, no se requirió de otros datos aparte de la fracción vacía del empaque.

En relación a la velocidad de deslizamiento, esta no se puede obtener experimentalmente, para cada uno de los modelos empleados, se requieren los valores de densidades, tensiones interfaciales y viscosidades de cada fase, también la fracción vacía de empaque así como el área específica de este. Para el modelo de Streiff y Jancic se requieren valores experimentales de retención, los cuales se obtienen pesando la cantidad de fase dispersa desplazada siguiendo el procedimiento experimental respectivo y la densidad de la fase dispersa.

Para la retención de la fase dispersa, esta se obtiene de forma experimental como se explico con anterioridad, para el caso de los modelos de Kumar y Hartland así como Seibert y Fair, no se requiere calcular ninguna constante típica, caso contrario para el modelo de Mackowiak y Billet, para este se requiere de una constante calculada a partir de la retención experimental y los valores de las velocidades de alimentación de la fase dispersa, estos resultados se ajustan a una recta que pasa por el origen, la recta de esta pendiente se emplea en una ecuación para determinar la constante requerida.

En el caso de las velocidades de inundación de cada fase, estas se obtuvieron experimentalmente observando ciertas características que se presentan en el comportamiento de la torre como: arrastre de la fase dispersa, presencia de una segunda interfase y fluctuaciones importantes en el sistema de control. Para los modelos empleados, Kumar y Hartland como Seibert y Fair no se requirió de constantes obtenidas a partir de resultados experimentales, pero para el modelo de Mackowiak y Billet se requiere de una constante que se obtiene graficando el resultado de dividir la velocidad de deslizamiento entre la velocidad terminal en función del resultado de restar a la unidad la retención de la fase dispersa, estos datos se ajustan a una línea recta que pase por el origen y la pendiente de esta recta es la constante requerida.

Para la retención de la fase dispersa en la inundación, se requiere el mismo procedimiento experimental descrito para la retención en condiciones normales de

operación. Para los modelos solo se requiere únicamente la relación de fases de cada corrida.

**Tabla N° 10.- Métodos mediante los cuales se puede determinar cada variable**

Variable	Se puede determinar mediante:
Diámetro de gota $d_{vs}$	Kumar y Hartland Seibert y Fair Mackowiak y Billet Streiff y Jancic
Velocidad de deslizamiento $U_{slip}$	Kumar y Hartland Seibert y Fair Streiff y Jancic
Retención de la fase dispersa $\Phi_d$	Experimentalmente Kumar y Hartland Seibert y Fair Mackowiak y Billet
Velocidades de inundación de las fases $U_{c,fi}$ y $U_{d,fi}$	Experimentalmente Kumar y Hartland Seibert y Fair Mackowiak y Billet
Retención de la fase dispersa en la inundación $\Phi_{d,fi}$	Experimentalmente Mackowiak y Billet Streiff y Jancic

Para obtener la altura equivalente a un plato teórico de separación, al conocer las concentraciones de entrada y salida de cada fase se trazó la línea de operación de la torre en el mismo gráfico en el que se representó la curva de equilibrio a 28°C, y empleando el método de McCabe-Thiele se determinó este parámetro. De la bibliografía consultada se obtuvieron valores representativos de este parámetro para el tipo de empaque, sistema y dirección de transferencia de masa (Dispersa→Continua) empleados en este Trabajo Especial de Grado, pero con distinta concentración a la estudiada, y otros con distinta dirección. Estos valores sirvieron como referencia para establecer la eficiencia del empaque cuando opera en una dirección de transferencia de masa igual y distinta, si el valor de HETP para dirección de transferencia de masa D→C es menor que en la dirección C→D, se concluirá que es más eficiente la operación de la torre en este sentido para este sistema, caso contrario se demostrará su menor eficiencia.

## 9. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Debido a lo complicado que puede resultar la operación de una planta piloto como la aquí estudiada y la peligrosidad de los fluidos de trabajo, fue necesario ser precisos y claros al momento de diseñar el procedimiento que se siguió para realizar las experiencias que generaron los valores sobre los que se hizo posible alcanzar los objetivos planteados. Se desalojaron los fluidos empleados en cada prueba antes de ejecutar cada uno de los procedimientos que se indicarán a continuación.

### **8.1. Procedimiento para preparar las cargas de alimentación**

Para preparar la solución orgánica (fase dispersa), se procede a agregar en el tanque de mezclado con ayuda de una bomba n-butanol (el cual se encuentra almacenado en la presentación en que fue adquirido de fábrica, tambores de 160 kg) hasta aproximadamente  $\frac{3}{4}$  de la altura máxima del tanque, posteriormente se pre-satura el n-butanol con agua desmineralizada hasta obtener aproximadamente la concentración deseada, que es comprobada midiendo el índice de refracción de la mezcla luego de deja mezclar por cinco minutos, una vez alcanzada la concentración se añade ácido succínico y se deja mezclar por un tiempo estimado de 15 min., pasado este tiempo se toma una muestra de la solución, se titula y así se comprueba que la concentración de ácido en la mezcla es de 1% p/p. Una vez preparada la solución a las condiciones deseadas se envía su contenido al tanque de boro silicato dispuesto para el almacenamiento de la fase dispersa, empleando la bomba con que se extrajo el n-butanol de los tambores.

En el caso de la solución acuosa (fase continua), primero se agrega al tanque de mezclado el agua (previamente tratada en la planta desmineralizadora) hasta aproximadamente  $\frac{3}{4}$  de la altura máxima del tanque, seguidamente se pre-satura el agua con n-butanol hasta alcanzar el nivel de saturación deseado, esto se verifica midiendo el índice de refracción de la mezcla luego de dejar mezclar por 5 minutos. Una vez preparada la solución a las condiciones deseadas se envía su contenido al tanque de acero inoxidable dispuesto para el almacenamiento de la fase continua, empleando la bomba con que se extrajo el n-butanol de los tambores.

## **9.2. Procedimiento de arranque de la planta de extracción líquido-líquido.**

Como primer paso, se debe verificar que todas las válvulas de la planta piloto se encuentren cerradas y el sistema de control esté en funcionamiento, se coloca en marcha la bomba encargada de desplazar la fase continua del tanque de almacenamiento a la columna, luego se da paso al flujo manipulando el rotámetro encargado de regular el caudal de la fase continua y también se abre la válvula que permite su alimentación a la columna, a su vez. Es necesario abrir la válvula que permite el vaciado por desbordamiento del tanque de coalescencia. Se deja llenar la columna con la fase continua hasta que se observe que el medidor de nivel del sistema de control indique un porcentaje de altura del nivel igual a 45%, una vez que esto se observa se detiene la bomba y se cierra la válvula que da paso a la fase continua.

Después de ejecutar el procedimiento antes descrito, se bombea la fase dispersa a la torre hasta que se aprecia que esta cae al tanque de recepción de la fase dispersa. En ese momento se abre la válvula que da paso a la alimentación de la fase continua así como la que permite la salida de esta fase de la columna, se coloca en marcha la bomba que desplaza a la fase continua y se regulan los caudales de las fases con el fin de obtener la relación de fases deseada. Para verificar si el sistema ya ha alcanzado el estado estacionario de transferencia de masa, se toma una muestra de la fase continua diez minutos antes de cumplirse el tiempo de estabilización teórico (que es igual a cinco veces el tiempo de residencia de la fase continua) y se titula. Una vez que se alcanza el tiempo de estabilización teórico se toma otra muestra y se titula, si el volumen empleado se repite se estima que el sistema se encuentra en el estado estacionario de transferencia de masa, si esto no se verifica se toman tantas muestras como sea necesario cada cinco minutos, hasta que se verifique que coincidan dos valores consecutivos.

## **9.3. Procedimiento para la determinación experimental de la retención en el estado estacionario de transferencia de masa.**

Una vez que se verifica que el sistema ha alcanzado el estado estacionario de transferencia de masa, se inicia el procedimiento para determinar la retención de la fase

dispersa. Como primer paso cierran al mismo tiempo todas las válvulas que permiten la entrada o salida de las fases a la columna, se detienen las bombas y se espera que transcurran noventa (90) minutos con el fin de permitir que decanten las dos fases, seguidamente se abre la válvula que permite la salida de la fase dispersa para vaciar la tubería, se espera hasta que se vacíe completamente el tanque de recepción de la fase dispersa y se cierran las dos últimas válvulas mencionadas.

Se procede a alimentar a la torre la fase dispersa a un caudal muy bajo con el fin de evitar que se perturbe el líquido que se encuentra en la columna, observándose que el nivel en el tanque de coalescencia empieza a aumentar, una vez que el medidor indique una altura igual al set point fijado en el controlador, se cierran de inmediato la válvula de salida de la fase dispersa y se detiene la bomba.

Se recolecta la fase dispersa almacenada en el tanque receptor en el recipiente paralelepípedo de PVC, este se pesa en una balanza y se registra la pesada. Se toma una muestra del líquido recolectado.

#### **9.4. Procedimiento para la determinación experimental de la inundación.**

Se procede a alimentar las fases con los caudales empleados en la operación de la planta para la corrida en curso, una vez que se observe que el sistema de control no presenta fluctuaciones importantes, se varían los caudales de alimentación, manteniendo la relación de fases fijada para la corrida. Se presta atención si en el visor inferior de la torre se forma el arrastre de la fase dispersa por la continua que sale por el fondo de la torre, en cuyo caso se forma una segunda interfase o el sistema de control fluctúa considerablemente, si se presenta alguno de estos síntomas, se considera que la columna esta inundada y se registran los caudales de alimentación, de lo contrario se siguen aumentando los caudales hasta observar alguno de estos síntomas.

### **9.5. Procedimiento para la determinación experimental de la retención en la inundación.**

El procedimiento es el mismo empleado para la retención en el estado estacionario de transferencia de masa, con la diferencia que se opera la columna con los caudales de inundación obtenidos en el procedimiento anterior.

Una vez se termine con esta experiencia, se vacía la torre y se lava con agua desmineralizada su interior, se deja la torre llena con agua desmineralizada si no se van a realizar más corridas por el resto del día.

### **9.8. Procedimiento para la determinación experimental de la curva de equilibrio a 20°C del sistema n-butanol-ácido succínico-agua.**

Para comenzar, se conectan las mangueras de salida y entrada de la camisa de enfriamiento que rodea al mezclador al equipo que se encarga de enfriar el agua destinada a mantener el mezclador y la solución que contiene a 20°C, se coloca en funcionamiento el equipo de enfriamiento. Se prepara una solución conformada por agua desmineralizada y ácido succínico a la concentración deseada, esta se agrega al mezclador y se deja agitar por media hora, se toma una pequeña muestra y se titula para verificar la concentración de la solución.

Una vez se obtiene la concentración deseada, se agrega el n-butanol, es importante señalar que las cantidades de masa de agua y n-butanol deben ser iguales, y se mezcla todo el sistema por media hora, al finalizar este tiempo se detiene el mezclado se dejan decantar las fases y se toma una muestra de la fase acuosa para verificar la concentración de ácido en la fase, se pone en agitación de nuevo el sistema por treinta minutos más y se vuelve a titular, esta operación se repite hasta que dos valores consecutivos de titulación sean iguales.

Cuando la condición anterior se repita, se desaloja la fase pesada por el fondo del mezclador y luego la liviana, se titulan ambas fases y su resultado representa la concentración de ácido succínico en cada fase una vez alcanzado el equilibrio.

## 10. PLAN DE EXPERIENCIAS

A continuación se exponen las cuatro etapas experimentales para la obtención de una serie de datos que permitieron cumplir con los objetivos establecidos, siguiendo el procedimiento descrito en la sección 9.

- Determinación de la curva de equilibrio a 20°C.
- Evaluación de transferencia de masa de la fase dispersa a la fase continua utilizando una velocidad de la fase continua por debajo del 65% de su valor en la inundación aproximado, con once pruebas experimentales de siete diferentes relaciones de fases y una concentración de soluto (ácido succínico) al 1% en peso.
- Determinación de la retención de la fase dispersa luego de establecer el estado estacionario de transferencia de masa.
- Determinación de las velocidades de las fases en la inundación ( $U_{c,fl}$ ,  $U_{d,fl}$ ) y la retención de la fase dispersa en la inundación para una concentración de soluto de 1% en peso a siete relaciones de fases distintas, luego de haber evaluado la transferencia de masa.

### **10.1. Pruebas para la determinación de la curva de equilibrio a 20°C.**

Como se ha mencionado con anterioridad, las condiciones de operación de la planta en lo que a temperatura y presión se refieren, son 28°C y la presión presente en el laboratorio al momento de la ejecución de la corrida de la planta es aproximadamente de 700 mmHg. La necesidad de obtener la curva a 28°C se debe a que en la bibliografía sólo se encuentran referencias a 20°C, y como el equilibrio de fases se ve afectado por la temperatura, es necesario poseer datos de equilibrio a 28°C. Cabe destacar que para la obtención de los datos a 28°C se empleó el mismo procedimiento llevado a cabo por otro grupo de investigadores (Riccelli, R. y Zghun, A.) que trabajaron de forma conjunta al presente estudio.

Las pruebas de equilibrio arrojaron como resultado las concentraciones de soluto en cada una de las fases una vez alcanzado el estado estacionario; luego de haber realizado las pruebas vino la etapa de recopilación de los datos y resultados experimentales, con esta serie de puntos obtenidos a partir de diferentes concentraciones iniciales de soluto, tres en total 0,5; 0,9 y 0,3 % p/p, se dibujó la curva de equilibrio correspondiente a la temperatura de 20°C, luego estos valores fueron comparados con los obtenidos a partir de modelos y gráficos propuestos en la bibliografía. También se realizaron las recomendaciones pertinentes a la operación de la planta, con el objetivo de producir mejores resultados en investigaciones posteriores.

## **10.2. Pruebas de transferencia de masa**

Este punto se refiere al grupo de pruebas fluidodinámicas ejecutadas para obtener cada una de los parámetros fluidodinámicos de la torre. Con el fin de determinar la influencia de la relación de fases en el desempeño general de la torre, se realizaron cada una de estas pruebas con relaciones de fases distintas (siete relaciones de fase en total,  $\lambda=0,35$ ; 0,45; 0,55; 0,75; 1,20; 1,50 y 2,00; y con un total de once pruebas de las cuales cuatro se realizaron para repeticiones de  $\lambda=0,55$ ; 0,75; 1,50 y 2,00), de la comparación de cada uno de los parámetros obtenidos en cada corrida entre sí, se estableció la influencia de dicha variación en el desempeño fluidodinámico y de transferencia de masa de la torre.

Lo primero que se hizo fue tomar aquellos datos del laboratorio considerados como generales, como son temperatura y presión del laboratorio, masa y volumen del picnómetro vacío, y masa del recipiente paralelepípedo vacío (empleado en las mediciones de retención).

Se tomaron muestras en ciertos instantes de tiempo, estos instantes se establecieron en función de que se esperaba que el Estado Estacionario de Transferencia de Masa (E.E.T.M.) dentro de la torre se alcanzara aproximadamente a 5 veces el tiempo de residencia de la fase continua. En función de lo antes descrito, las muestras se tomaron de la siguiente forma: la primera diez minutos antes de alcanzar 5 veces el tiempo de residencia de la fase continua, la segunda: justo a 5 veces el tiempo de residencia de la fase continua, y la tercera y a partir de allí en adelante cada cinco

minutos después de la anterior, hasta comprobar que se alcanzó el E.E.T.M. La concentración de estas muestras se verificó con un análisis químico (titulación volumétrica).

Así mismo para poder realizar los diferentes balances de masa se requirieron los valores de los caudales tanto de entrada como de salida de la torre. De igual forma se requirieron ciertas propiedades de dichas corrientes: masa del picnómetro lleno (para obtener densidad ( $\rho$ )), tiempo de escurrimiento (para obtener viscosidad ( $\mu$ )), y tensiones interfaciales ( $\sigma$ ).

### **10.3. Pruebas de retención en el estado estacionario de transferencia de masa.**

Los experimentos para obtener la retención de la fase dispersa en el sistema se realizaron antes y después de la inundación, manipulando las válvulas de entrada y salida de fluido dentro de la torre, para luego determinar la cantidad de fluido retenido dentro de la unidad piloto.

Este conjunto de pruebas es el más importante para el desarrollo de este Trabajo Especial de Grado. En cada una de las corridas, se trabajó empleando una velocidad de la fase continua por debajo del 65% de su valor en la inundación aproximado. De cada corrida se obtuvo el siguiente grupo de datos: velocidades de salida y entrada de cada una de las fases tanto en la inundación como en el estado estacionario ( $U_c$ ,  $U_d$ ,  $U_{c,fl}$ ,  $U_{d,fl}$ ). Para determinar la retención de cada una de las fases se estableció la cantidad de cada una presente no sólo en el estado estacionario, sino también en el punto de inundación dentro de la torre, este procedimiento se describe en el Procedimiento Experimental (sección 9).

Se tomaron muestras de las corrientes de salida y de entrada de la torre con el fin de llevar a cabo pruebas para determinar distintas propiedades físicas de dichas corrientes, las propiedades requeridas fueron: tensión interfacial ( $\sigma$ ), concentración de soluto (ácido succínico), densidad ( $\rho$ ), viscosidad ( $\mu$ ).

El conjunto de resultados obtenidos en cada una de las pruebas realizadas en la planta piloto antes mencionadas, se emplearon para corroborar, cotejar y establecer la aplicabilidad y la validez de los modelos fluidodinámicos que fueron planteados en la sección 6.

#### **10.4. Pruebas de inundación**

Luego de obtener el estado estacionario de transferencia de masa y retención a distintas relaciones de fases con una concentración de soluto de 1% en peso de ácido succínico en la alimentación de la fase continua, se procedió a realizar la prueba de inundación a las distintas relaciones de fases fijadas. Tomándose como data la altura inicial del flotador (%), masa del picnómetro lleno (para conocer luego la densidad ( $\rho$ )) y la masa del recipiente paralelepípedo lleno (para conocer la cantidad de fase orgánica desplazada).

## 11. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la siguiente sección, se presentan el conjunto de resultados obtenidos a partir de los datos experimentales, se realiza la discusión de estos comparándolos con los obtenidos a partir de cada uno de los modelos fluidodinámicos empleados.

En principio, se expondrán los datos experimentales, haciendo mención de su comportamiento respecto a la variación con la relación de fases, seguidamente se discutirá el comportamiento predicho por cada uno de los modelos empleados, comparando los resultados obtenidos teóricamente con los experimentales. Es importante destacar que para algunas corridas se realizaron duplicados con el fin de comprobar la reproducibilidad de los resultados experimentales, tomándose el promedio aritmético de estos como resultado final.

### 11.1 Diámetro de gota

A continuación, se presentan los resultados obtenidos al aplicar cada uno de los modelos fluidodinámicos empleados en este estudio, es importante resaltar que no se presentan resultados experimentales debido a que para obtener el diámetro de gota de forma experimental, se requiere de un equipo fotográfico especializado, el cual no estaba disponible.

Como se observa en la Tabla N° 11 los valores promedio obtenidos para el diámetro de gota son distintos según el modelo, pero se conserva el orden de magnitud. Es interesante apreciar que los modelos propuestos por Seibert y Fair como Streiff y Jancic los resultados promedios son muy similares, de hecho, solo se diferencian en a partir del segundo decimal, si tomamos en cuenta que las unidades se expresan en milímetros, es posible afirmar que tal diferencia no es tan trascendente.

**Tabla N° 11.– Valores de diámetro de gota obtenidos a partir de los modelos empleados.**

	<b>Kumar y Hartland</b>	<b>Seibert y Fair</b>	<b>Mackowiak y Billet</b>	<b>Streiff y Jancic</b>
<b>Relación de fases <math>\lambda (U_d/U_c)</math></b>	<b>dvs (mm)</b>	<b>dvs (mm)</b>	<b>dvs (mm)</b>	<b>Dvs (mm)</b>
0,35	1,630	1,258	0,781	1,306
0,45	1,604	1,241	0,771	1,119
0,55	1,621	1,252	0,778	1,053
0,75	1,619	1,250	0,776	1,245
1,20	1,635	1,263	0,784	1,153
1,50	1,642	1,269	0,788	1,327
2,00	1,643	1,269	0,788	1,518
<b>Promedio</b>	<b>1,628</b>	<b>1,257</b>	<b>0,781</b>	<b>1,246</b>

Para el caso de los modelos de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> y Mackowiak y Billet<sup>[6]</sup>, se observa que los resultados son extremos, es decir el mayor valor de diámetro de gota es aportado por el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>, mientras que para el caso de lo obtenido por la ecuación de Mackowiak y Billet<sup>[6]</sup> se observan los menores valores.

Es difícil establecer a priori que modelo aporta los valores más cercanos a la realidad, debido a la falta de resultados experimentales, ahora bien, investigadores como Streiff y Jancic<sup>[11]</sup> presentan resultados experimentales en los que indican un valor promedio de diámetro de gota de aproximadamente 1,5 mm (valor medido en el sistema n-butanol/agua, sin transferencia de masa y emplean el empaque SMV) mientras que Seibert y Fair reportan diámetros de gota de 1,8 mm promedio (para el sistema n-Butanol/ Ácido succínico (1%p/p) /Agua, dirección de transferencia de masa de la fase dispersa a la continua, empaque SMV), como se aprecia estos investigadores obtienen resultados experimentales en el mismo orden de magnitud emanado de los modelos empleados en el presente trabajo.

Más importante aún, es observar los resultados reportados por Ávila y García<sup>[25]</sup>, ellos trabajaron con el mismo sistema a la misma concentración de ácido succínico, dirección de transferencia de masa y emplearon la misma columna empacada que se empleó para este estudio; este grupo de investigadores obtuvieron que para el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> el diámetro de gota fue de 1,5 mm en promedio y para Seibert y Fair<sup>[22]</sup> 1,2 mm en promedio, como se aprecia los resultados son los muy similares a los reportados en este trabajo, con lo cual se afirma que al menos en el caso de estos dos modelos, arrojan resultados confiables en lo que respecta a la reproducibilidad de los resultados.

A priori, se puede decir que el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> es el que reporta los mejores resultados, esta afirmación se basa en los resultados aportados por Streiff y Jancic<sup>[11]</sup> como también Seibert y Fair<sup>[22]</sup>, es importante mencionar que estos investigadores no trabajaron en condiciones similares, debido a que no emplearon el mismo tipo de empaque (ambos casos) y dirección de transferencia de masa (Streiff y Jancic<sup>[11]</sup>). A pesar de esto, los resultados obtenidos en este trabajo se ajustan a la realidad, si se compara lo obtenido experimentalmente por Seibert y Fair<sup>[22]</sup> y los resultados teóricos alcanzados en este trabajo empleando el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>, estos últimos son mayores a los primeros, lo que concuerda con lo que se espera teóricamente, como se sabe, el proceso de transferencia de masa de la fase dispersa a la continua genera efectos sobre la tensión interfacial los cuales provocan que esta sea menor a la obtenida en un proceso sin transferencia de masa, esta disminución favorece la coalescencia entre las gotas y por consecuencia se generan gotas de mayor tamaño, es por esto que las gotas obtenidas en la en este trabajo mediante el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> sean mayores en tamaño a las reportadas por Seibert y Fair<sup>[22]</sup>.

En relación a lo reportado por Seibert y Fair<sup>[22]</sup> y en comparación a lo obtenido para su modelo en este trabajo, se aprecia que los datos reportados experimentalmente por estos investigadores, son superiores a los obtenidos en este trabajo al aplicar su modelo, si se observa la ecuación propuesta por estos investigadores, es de notar que todas las variables requeridas por el modelo deberían ser muy similares a las obtenidas en este trabajo, debido a que se empleó el mismo sistema, en teoría, pero es necesario recalcar que Seibert y Fair<sup>[22]</sup> encontraron que para el sistema n-Butanol/Ácido succínico/Agua al 1% p/p en ácido, la tensión interfacial en promedio fue  $1,2E^{-03}$  N/m, en nuestro caso se obtuvo un valor en

promedio de  $8,8E^{-04}$  N/m, esta discrepancia puede ser factor clave en la discrepancia entre resultados.

Continuando con el análisis anterior, el modelo de Seibert y Fair<sup>[22]</sup> no toma en cuenta el tipo de empaque, este puede ser un error, debido a que la distribución de la fase dispersa dentro de la columna, así como su interacción con el empaque, afectan el tamaño de la gota, el empaque empleado por estos investigadores, como ya se ha mencionado, fue el SMV, en comparación con el SMVP, es menos eficiente desde el punto de vista de distribución del fluido dentro de la torre, es decir, el SMV tiende a formar canales dentro de la columna en donde la fase dispersa se comporta de forma continua, mientras que el SMVP gracias a los platos de flujo dual, redistribuye a cada una de las fases, evitando este fenómeno y produciendo gotas de menor tamaño.

Si tenemos que concluir en función de cual modelo se acerca más a los resultados experimentales, sería arriesgado mencionar un modelo en particular, debido a que no se tienen resultados experimentales que permitan establecer de forma certera el modelo que presenta menor desviación. Lo que si se puede afirmar es que el modelo de Mackowiak y Billet<sup>[6]</sup> es el peor de los cuatro, debido a lo alejado de sus resultados, no solo de los reportados teóricamente en este trabajo, sino también de los presentados experimentalmente por otros investigadores. La conclusión general a la que se puede llegar, es que los valores arrojados en este trabajo por los modelos de Seibert y Fair<sup>[22]</sup> como por Steriff y Jancic<sup>[11]</sup>, deberían ser los mejores, esto debido a que en el caso del modelo de Streiff y Jancic<sup>[11]</sup>, este toma en cuenta las características del empaque empleado, y en función de la mayor eficiencia de distribución del SMVP sobre el SMV, es de esperar que el tamaño de las gotas generadas por el SMV sean mayores que las del SMVP, por lo cual es factible afirmar que el modelo que mejor comportamiento presenta es el de Streiff y Jancic<sup>[11]</sup>.

## **11.2 Velocidad de deslizamiento**

A continuación, se presentan los resultados obtenidos al aplicar cada uno de los modelos fluidodinámicos empleados en este estudio, es importante resaltar que no se

presentan resultados experimentales debido a que no se han diseñado equipos que determinen este parámetro, el cual tiene como fuente únicamente suposiciones teóricas.

**Tabla N° 12.– Valores de velocidad de deslizamiento obtenidos a partir de los modelos empleados.**

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Velocidad de Deslizamiento		
	Kumar y Hartland	Seibert y Fair	Streiff y Jancic
	Uslip (m/s)	Uslip (m/s)	Uslip (m/s)
0,35	0,035	0,036	0,039
0,45	0,035	0,038	0,047
0,55	0,035	0,037	0,051
0,75	0,035	0,033	0,041
1,20	0,034	0,029	0,044
1,50	0,034	0,026	0,037
2,00	0,035	0,022	0,032

Como se observa en la Tabla N° 12 los resultados obtenidos por el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> son prácticamente iguales sin importar las velocidades empleadas en la corrida, lo cual concuerda con lo esperado teóricamente, debido a que el modelo solo depende de las propiedades del sistema y el tipo de empaque, esta afirmación se confirma al comparar los resultados de este trabajo con los reportados por Ávila y García<sup>[25]</sup> los cuales obtuvieron para el mismo modelo una velocidad de deslizamiento en promedio de 0,036 m/s, muy similar a la presentada en este trabajo.

En lo que respecta al modelo de Seibert y Fair<sup>[22]</sup>, se aprecia como a medida que aumentan las relaciones de fases, es menor la velocidad de deslizamiento, si tratamos estos resultados desde el punto de vista netamente teórico, tenemos que a medida que aumenta la relación de fases, aumenta la retención del sistema, esto debido a la mayor presencia de gotas de fase dispersa en la columna, este aumento en la cantidad de gotas produce una

mayor interacción entre ellas y el empaque, lo cual ocasiona que la velocidad de estas sea menor, esto concuerda a la perfección con el comportamiento de los resultados obtenidos con el modelo de Seibert y Fair<sup>[22]</sup>, pero contrasta con el comportamiento constante de los resultados obtenidos a partir de modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>.

El modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> no toma en cuenta el efecto de la retención sobre la velocidad de deslizamiento, lo cual sin duda es un error de apreciación de estos investigadores, ellos solo establecen que la velocidad se ve afectada por variaciones de las propiedades del sistema y tipo de empaque, lo cual explica el comportamiento constante de este modelo para esta propiedad fluidodinámica.

En cuanto al modelo de Streiff y Jancic<sup>[11]</sup>, si se observa sin hacer mayores justificaciones, se aprecia un comportamiento algo errático, esto se debe a que los investigadores basan su modelo en las velocidades de cada una de las fases alimentadas dentro de la columna y la retención. Lo más indicado sería, por ejemplo, mantener la velocidad de la fase continua constante y comparar los valores al modificar la velocidad de la fase dispersa, esto se puede observar para las relaciones de fases: 1,20; 1,50 y 2,00 las cuales se desprenden de una misma velocidad de fase continua y variando la fase dispersa, se observa que a medida que aumenta la relación de fases, disminuye la velocidad de deslizamiento, lo cual coincide con lo explicado anteriormente, lo que si es importante destacar la diferencia entre los resultados obtenidos por el modelo de Seibert y Fair<sup>[22]</sup> y el modelo de Streiff y Jancic<sup>[11]</sup>, el último arroja resultados superiores en comparación a los del otro modelo, esto puede deberse a la diferencia entre cada modelo, en función de las variables que cada uno maneja, si tomamos en cuenta que el modelo de Seibert y Fair<sup>[22]</sup> es mucho más complejo y maneja más variables, es posible que de los tres modelos, este último sea el de mejor comportamiento.

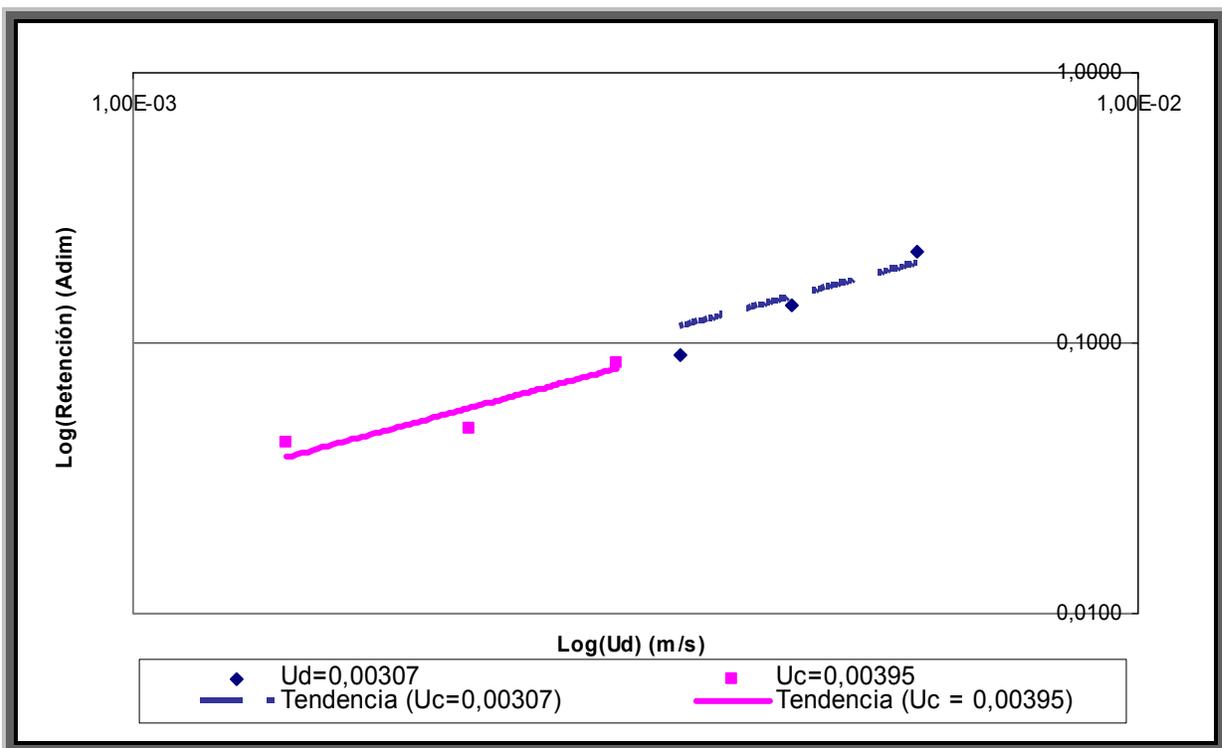
### **11.3 Retención**

Como se ha mencionado anteriormente, en este trabajo se estudió la retención operacional de la fase dispersa, la estática no se toma en cuenta debido a que su valor es

tan pequeño en comparación a la operacional, que se considera despreciable su efecto sobre el sistema <sup>[12]</sup>.

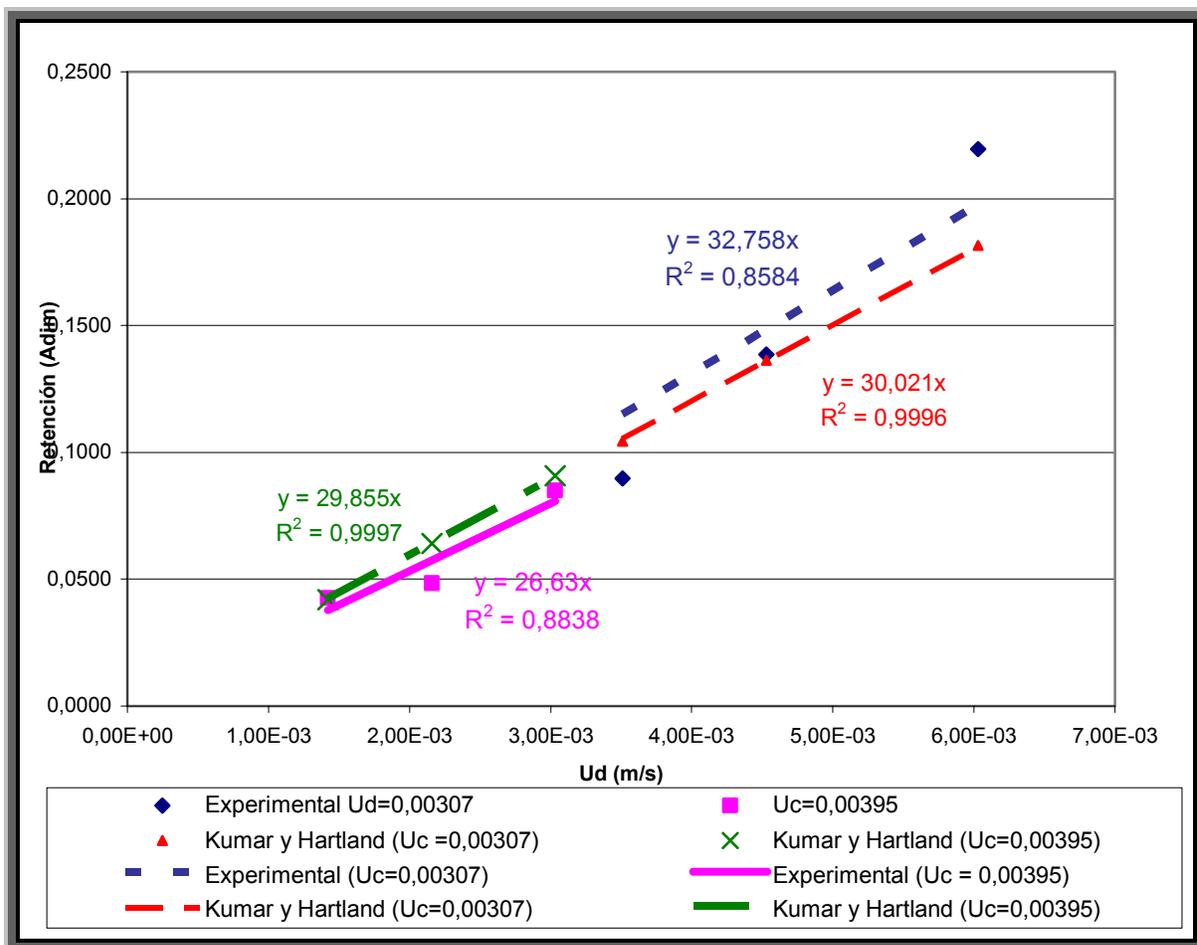
En general y para recordar, se describe a la retención operacional como a las gotas de fase dispersa que ascienden o descienden libremente a través de los espacios vacíos del empaque, en contracorriente a la fase continua. En la investigación desarrollada, se estudió la retención por debajo del 65% del valor de la velocidad de inundación de la fase continua, así como en el estado de inundación. <sup>[16]</sup>

A continuación se presentan los resultados obtenidos para cada caso:



**Figura N° 16.- Logaritmo de los valores de retención de la fase dispersa para distintas velocidades de la fase continua para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol / Agua / Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.**

En la Figura N° 16, se comprueba una de las teorías más difundidas sobre la dependencia entre la retención de la fase dispersa y las velocidades de cada una de las fases, esta teoría indica que por debajo del 65% del valor de la velocidad de inundación de la fase continua, la retención solo depende de la variación de la velocidad de la fase dispersa, sin importar el valor de la fase continua. Como se aprecia en la figura, a pesar de que ambas rectas se obtuvieron empleando velocidades de la fase continua distintas, estas presentan una pendiente muy similar, lo cual indica que son independientes de la velocidad de la fase continua, tal como se indica en la teoría.



**Figura N° 17.- Valores de retención de la fase dispersa para distintas velocidades de la fase continua para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol / Agua / Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.**

En la Figura N° 17 se observa el comportamiento de la retención a distintas velocidades de la fase dispersa, manteniendo para dos casos distintos la velocidad de la fase continua constante, se aprecia en esta figura como el comportamiento de los resultados experimentales tiene la tendencia de dos líneas rectas prácticamente paralelas, este resultado es muy representativo de las suposiciones que realizan Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>, el cual si se mantiene constante la velocidad de la fase continua y tomando en cuenta que las propiedades del sistema no varían considerablemente, se debe obtener una línea recta para ambos casos graficados, y estos entre si, deben comportarse como rectas paralelas, este comportamiento se aprecia en la figura antes mencionada, por lo cual el modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> presenta un comportamiento apropiado a las suposiciones de estos autores, en el caso de los resultados obtenidos en este estudio.

En la Tabla N° 13 se presentan los valores experimentales de retención para el caso en que no se encuentra inundada la torre, para cada una de las relaciones de fases empleadas en el estudio. Para determinar esta variable, se desplazó la fase dispersa una vez que coalescía en el tanque de coalescencia, siguiendo el procedimiento descrito en la sección 9. De igual forma, se aprecia en esta tabla los valores de retención predichos por cada modelo.

De la Figura N° 18 a la Figura N° 19, se grafican estos resultados y los obtenidos para las dos velocidades de fase continua, ambas por debajo de 65% de la velocidad de inundación, es importante destacar que las velocidades empleadas en el estudio se estimaron a partir de los modelos de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>.

La velocidad de la fase continua no se mantuvo constante para todos los casos debido a que, cuando se determinaba la velocidad de la fase dispersa respectiva a la relación de fases a emplear, el valor resultante se salía del rango de medición de los medidores de salida, para compensar esto, se emplearon velocidades de fase continua que garantizaran la lectura de dichos medidores. A su vez, se garantizó que para cada una de las velocidades empleadas de la fase continua, estuviesen por debajo del 65% de la velocidad de inundación.

Tabla N° 13.- Valores de retención de la fase dispersa.

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Retención de la Fase Dispersa ( $m^3/m^3$ )							
	Exp.	Kumar y Hartland			Seibert y Fair		Mackowiak y Billet	
	$\Phi_d$ (adim)	$\Phi_d$ (adim)	Des. (%)	$\Phi_d$ (adim)	Des. (%)	$\Phi_d$ (adim)	Des. (%)	
0,35	0,043	0,042	1	0,044	4	0,050	17	
0,45	0,080	0,101	27	0,119	49	0,106	33	
0,55	0,049	0,064	32	0,051	4	0,076	57	
0,75	0,085	0,091	7	0,106	25	0,107	26	
1,20	0,090	0,104	16	0,140	56	0,124	38	
1,50	0,141	0,136	3	0,212	51	0,160	16	
2,00	0,220	0,181	17	0,313	42	0,213	3	
			<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>	
			15%		33%		27%	

\*Valores promediados por haberse duplicado

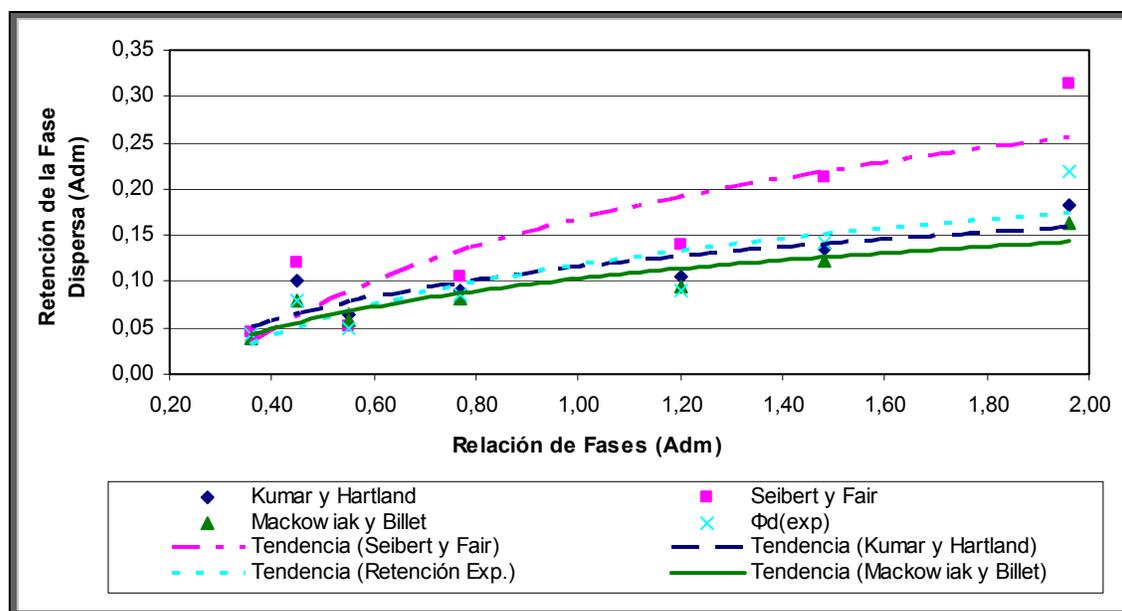
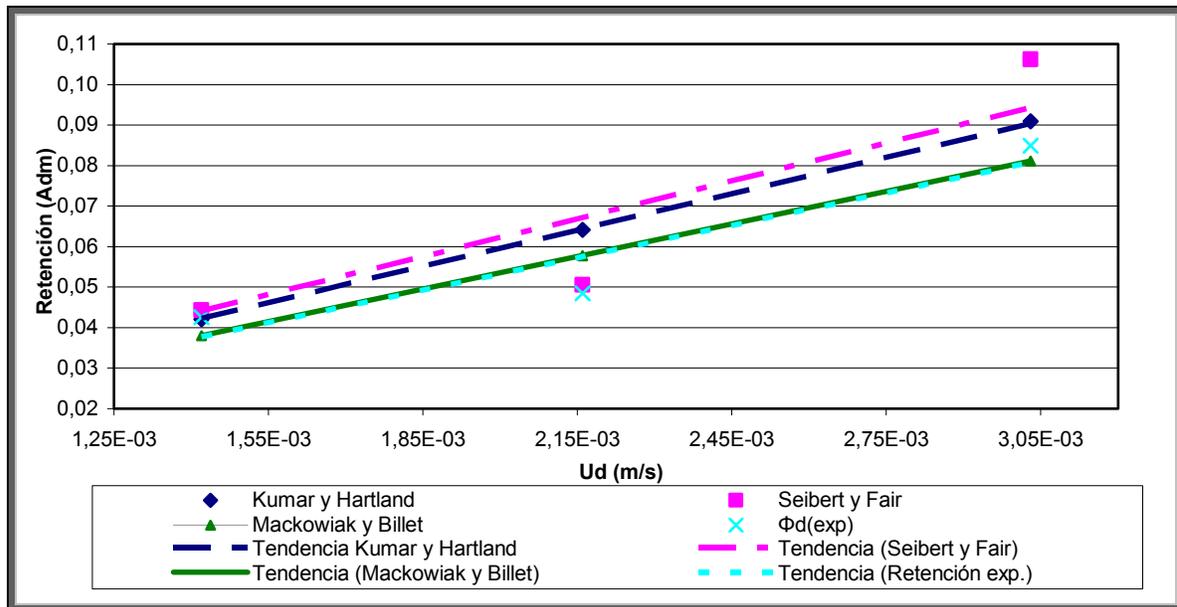
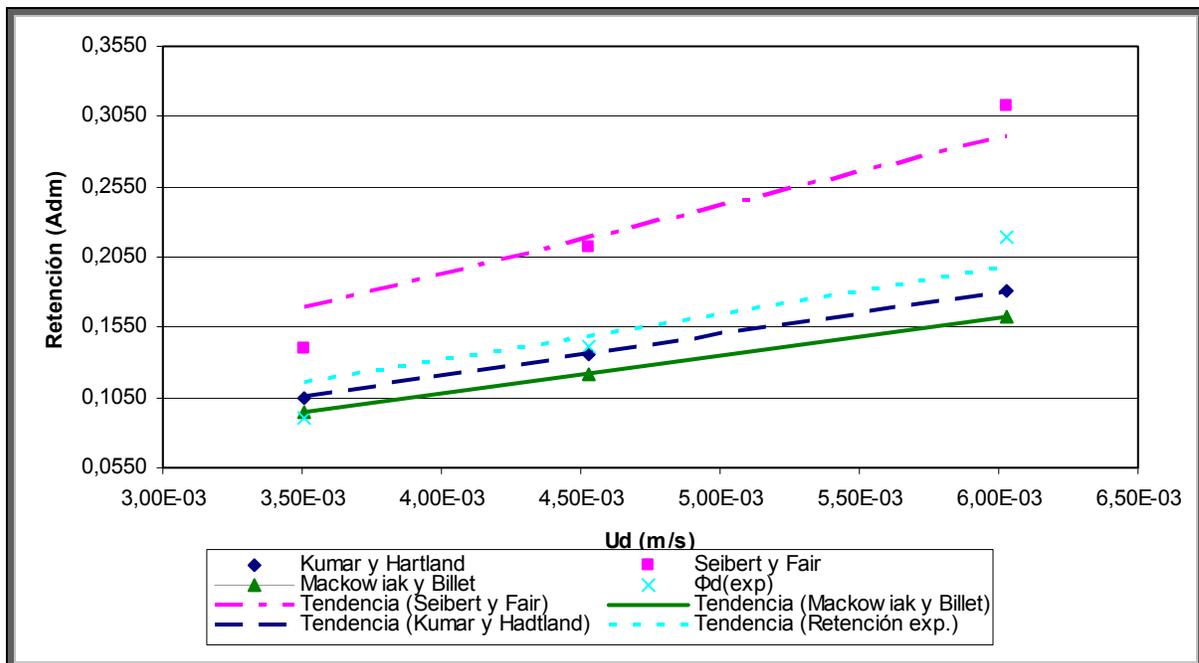


Figura N° 18.- Valores de Retención de la fase dispersa antes de la inundación para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol / Agua / Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.



**Figura N° 19.- Valores de Retención para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua  $U_c=3,95E^{-03}$  m/s.**



**Figura N° 20.- Valores de Retención para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico (1% p/p), con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua  $U_c=3.07E^{-03}$  m/s.**

Es importante destacar que los modelos de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> y Seibert y Fair<sup>[22]</sup> son directos, es decir, no requieren de valores experimentales previos; mientras que Mackowiak y Billet<sup>[6]</sup> si se necesitan para obtener un conjunto de constantes, a las cuales se hará referencia más adelante, las que requieren como única condición para ser válidas que se cumpla que la velocidad de operación de la fase continua se inferior al 65% de la velocidad de inundación.

Para iniciar el análisis y discusión de los resultados obtenidos para la retención, en la Figura N° 18 se observa el comportamiento típico de la retención al modificar la relación de fases, si se observa la línea de tendencia de los datos experimentales, se aprecia que al aumentar la relación de fases, se incrementa la retención. Este comportamiento se debe a que al aumentar la relación de fases aumenta, de igual forma, el caudal de fase dispersa que ingresa en la columna, por lo que es de esperar una mayor presencia de gotas dentro de el empaque. Esta tendencia se corresponde con la arrojada con los modelos presentados en la bibliografía empleando los mismos valores de relación de fases.

Analizando el comportamiento propuesto por los tres modelos mediante los cuales se predice los valores de la retención, se observa una tendencia similar. Uno de los valores más interesantes a resaltar es la desviación promedio que se observa para cada modelo. En el caso de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup> se aprecia que el valor absoluto promedio de la desviación relativa (VAPDR) fue del 15%, respecto a los resultados experimentales siendo el menor valor de VAPDR. (Ver Tabla N° 13)

Se puede observar en la Figura N° 18 y la Figura N° 19, que el comportamiento de la retención, al variar la velocidad de la fase dispersa y mantener constante la fase continua, posee el comportamiento de línea recta ascendente. Si se analiza la ecuación (10) (modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>), se aprecia que si se establece que las variables:  $\Delta\rho$ ,  $\rho_c$ ,  $\mu_c$ ,  $\mu_d$ ; que dependen únicamente del sistema, y si se asume que estas no varían considerablemente, se aprecia que el modelo queda reducido a una línea recta que pasa por el origen. En los resultados obtenidos en las experiencias, se observa que efectivamente el modelo presenta un comportamiento cercano a una línea recta, pero se evidencia que esta no pasa por el origen, esta discrepancia entre el comportamiento esperado y el observado en los resultados experimentales, se atribuye a la variación que se apreció en cada una de las constantes

físicas medidas, las cuales fueron mencionadas con anterioridad. Sin duda, los errores inherentes a estas mediciones son los causantes de que la recta de tendencia observada no pase por el origen.

Es destacable que estos investigadores afirman que su modelo, resultado de la recopilación de 2.023 puntos de un grupo de diez investigadores, que incluyen sistemas sin transferencia de masa y con ella, un número apreciable de distintos empaques (entre los que se encuentra el SMV) y siempre tomando en cuenta que la fase continua moja el empaque; obtuvieron una desviación de 18,7% <sup>[16]</sup> para el caso de la retención de la fase dispersa.

Si se realiza una exploración del conjunto de variables involucradas en la ecuación propuesta por Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>, se destaca que si se comparan los valores de las distintas propiedades físicas empleadas, así como, el de las velocidades de las fases de operación de la columna, con el rango en el que se ubicaron las variables de los investigadores en los que Kumar y Hartland <sup>[16]</sup> basaron su modelo, se observa que las utilizadas se encuentran dentro de este. Sin duda, el número tan elevado de puntos empleados por estos autores, son garantía de generar un modelo que se ajuste a una gran cantidad de sistemas y empaques.

En cuanto a el modelo de Seibert y Fair <sup>[22]</sup>, se aprecia un VAPDR del 33%, vale la pena destacar que su modelo fue desarrollado a partir de un desarrollo teórico sustentado en una serie de experiencias de laboratorio, en las que emplearon distintos sistemas, entre los cuales se encuentra el sistema estudiado en este trabajo, así como empaques al azar, ordenados (SMV) y torres tipo spray.

Estos investigadores afirman que su modelo generó desviaciones entre 20-30%, en sistemas considerados como “muy limpios”, es decir, sistemas que emplean fases libres de contaminación. Afirma Seibert <sup>[28]</sup> que para sistemas con impurezas, o que emplean productos de grado industrial, se esperan desviaciones alrededor del 40%.

Tomando en cuenta que la desviación, para el caso particular en estudio, es en promedio de 33%, es factible considerar que los resultados generados por el modelo Seibert y Fair <sup>[22]</sup> se ajustan a los márgenes de error esperados. Igual análisis se puede hacer de la

Figura N° 18 y la Figura N° 19, al que se empleó para Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>, en este caso se observa el comportamiento lineal de los resultados, se aprecia de igual forma que esta recta no cruza por el origen, esto se debe a las desviaciones producidas por los errores experimentales cometidos en las mediciones realizadas y los efectos sobre las propiedades del sistema que tienen los contaminantes presentes en el sistema.

En lo que respecta al análisis del modelo de Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup>, es de destacar que el VAPDR es inferior al obtenido para el modelo de Seibert y Fair <sup>[22]</sup>, en este modelo el valor fue de 27% (Ver Tabla N° 13), la justificación de este resultado es que el principal factor que podría afectar el resultado final es la constante  $C_{0a}$ , la cual depende únicamente del tipo de empaque. Los autores no mencionan en la bibliografía la constante apropiada para el empaque empleado en la columna (SMVP), por lo que fue necesario obtener el valor de esta constante a partir de los resultados experimentales.

Dicha constante se obtuvo graficando la retención en función velocidad de la fase dispersa obteniéndose un valor igual a  $C_1=31,102$  s/m, este valor se ingresa en la ecuación (41) obteniéndose la constante  $C_{0a} = 0,64$ . Si comparamos el valor de esta constante con los obtenidos para otros tipos de empaques (ver Tabla N° 9) se evidencia que este presenta el mismo orden de magnitud de las constantes obtenidas para otros tipos de empaques. Como se aprecia la desviación que presentó este modelo es algo elevada, a pesar de que el valor de la constante determinada para el modelo se encuentra dentro de los valores obtenidos para otros tipos de empaques.

Antes de decidir emplear el método antes descrito, se graficaron los resultados obtenidos para cada juego de puntos de resultantes de operar la torre a velocidades de la fase continua distintas, se observó que para  $U_c=0,00307$  m/s, el valor de  $C_1$  fue 27 s/m y para el conjunto de datos de  $U_c= 0,00395$  m/s fue de 33 s/m, como se observa el promedio entre estos resultados es aproximadamente 30 s/m, muy cercano al valor obtenido si se emplean todos los resultados para obtener  $C_1$ , por lo cual se decidió establecer el valor de esta constante expuesto en el párrafo anterior como el adecuado, ya que, involucra a todos los valores obtenidos experimentalmente para su determinación.

Obsérvese la Figura N° 18 y Figura N° 19, al variar la velocidad de la fase dispersa y mantener constante la de la fase continua, se advierte que el comportamiento es de una línea recta, que no pasa por el origen; si se aprecia la ecuación (40) (del modelo de Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup>), se observa que todos los factores que multiplican a  $U_d$ , se mantienen prácticamente constantes, tomando en cuenta este detalle se entiende que si no se altera el tipo de empaque y sistema empleado, la ecuación se transforma en una recta que debería pasar por el origen. Como se mencionó, los datos obtenidos a partir del modelo no presentan un comportamiento similar a una recta que pasa por el origen, esto evidencia que las propiedades físicas del sistema no necesariamente permanecen constantes, lo que produce un error que desvía a la tendencia del origen, siendo más preciso se evidenció que variaciones en las densidades de cada fase generan cambios importantes en los resultados obtenidos de los modelos, lo cual es fuente de desviaciones.

Es interesante mencionar, que Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup> indican que si se grafica la retención de la fase dispersa como variable dependiente de la velocidad superficial de la fase dispersa, se debe observar que la pendiente de la recta que se genera debe encontrarse entre  $m = 0,015 \text{ s/mm}$  y  $0,032 \text{ s/mm}$ . Para los datos experimentales de este estudio se encontró, que para  $U_c = 3,95 \text{ mm/s}$ , la pendiente fue  $0,027 \text{ s/mm}$  y para un segundo caso donde  $U_c = 3,07 \text{ mm/s}$ , la pendiente fue  $0,027 \text{ s/mm}$ , ambos valores obtenidos caen en el rango de los resultados arrojados por el modelo de Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup>. Para el resto de los modelos, los resultados se observan en la Tabla N° 17.

**Tabla N° 14.– Valores de las pendientes resultantes de las rectas, al graficar Retención vs  $U_d$  (mm/s).**

	Modelos		
	Experimental	Kumar y Hartland	Mackowiak y Billet
Pendientes (s/mm)	0,0329	0,0300	0,0268

Es importante destacar que esta pendiente, viene a depender no solo del tipo de empaque, sino también del sistema empleado; resaltando el hecho de que Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup> no trabajaron con SMVP ni el sistema empleado por nosotros, la pendiente se ajusta al rango establecido por ellos.

#### **11.4 Capacidad Máxima y Velocidades de Inundación**

La capacidad máxima es la cantidad de líquido límite que es capaz de manejar la torre, esta variable se obtiene a partir de la sumatoria de las velocidades de inundación de cada una de las fases, para distintas relaciones de fases.

Esta variable es de vital importancia a la hora de diseñar torres de extracción líquido-líquido, debido a que permite la estimación de la cantidad máxima de líquido que puede manejar la torre, antes de alcanzar el punto de inundación. Como se ha comentado, en el punto de inundación se presenta cuando la retención dentro de la torre se hace tan grande que la fase dispersa coalesce en algún punto de la columna y pasa a ser continua. Este fenómeno se origina en el hecho de que las gotas más pequeñas de la fase dispersa no pueden superar la velocidad opuesta de la fase continua. La inundación causa que la eficiencia de la separación caiga drásticamente.

A continuación, se presentan el conjunto de datos experimentales obtenidos en las distintas experiencias, representados en un conjunto de tablas y figuras:

**Tabla N° 15.– Valores de Velocidades de inundación de la fase continua, experimentales y teóricos ( $U_{c,fl}$ ).**

Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	Velocidad de Inundación Fase Continua						
	Exp.	Kumar y Hartland		Seibert y Fair		Mackowiak y Billet	
	$U_{c,fl}$ (m/s)	$U_{c,fl}$ (m/s)	Des. (%)	$U_{c,fl}$ (m/s)	Des. (%)	$U_{c,fl}$ (m/s)	Des. (%)
0,35	1,15E-02	9,90E-03	14	5,07E-03	56	1,01E-03	12
0,45	1,16E-02	9,21E-03	20	5,63E-03	51	9,00E-03	22
0,55*	1,04E-02	8,45E-03	18	4,60E-03	56	8,07E-03	22
0,75	9,00E-03	7,26E-03	19	4,04E-03	55	6,57E-03	27
1,20	5,45E-03	5,71E-03	5	3,00E-03	45	4,88E-03	10
1,50*	5,58E-03	5,09E-03	9	2,72E-03	51	4,20E-03	25
2,00*	4,28E-03	4,35E-03	2	2,33E-03	46	3,40E-03	21
			<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>
			12%		51%		20%

\*Valores promediados por haberse duplicado

**Tabla N° 16.– Valores de Velocidades de inundación de la fase dispersa, experimentales y teóricos ( $U_{d,fl}$ ).**

Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	Velocidad de Inundación Fase Dispersa						
	Exp.	Kumar y Hartland		Seibert y Fair		Mackowiak y Billet	
	$U_{d,fl}$ (m/s)	$U_{d,fl}$ (m/s)	Des. (%)	$U_{d,fl}$ (m/s)	Des. (%)	$U_{d,fl}$ (m/s)	Des. (%)
0,35	4,02E-03	3,56E-03	11	1,82E-03	55	2,76E-03	10
0,45	5,20E-03	4,20E-03	19	2,57E-03	51	3,12E-03	21
0,55*	6,15E-03	4,62E-03	25	2,52E-03	59	3,35E-03	28
0,75	6,74E-03	5,57E-03	17	3,10E-03	54	3,83E-03	25
1,20	5,41E-03	6,84E-03	26	3,60E-03	33	4,44E-03	8
1,50*	8,36E-03	7,52E-03	10	4,02E-03	52	4,72E-03	26
2,00*	8,57E-03	8,54E-03	0	4,57E-03	47	5,08E-03	22
			<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>
			16%		50%		20%

\*Valores promediados por haberse duplicado

Tabla N° 17.- Valores de capacidad máxima, experimentales y teóricos ( $B_{\max}$ ).

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Capacidad Máxima ( $m^3/m^2 h$ )						
	Exp.	Kumar y Hartland		Seibert y Fair		Mackowiak y Billet	
	$B_{\max}$ ( $m^3/m^2 h$ )	$B_{\max}$ ( $m^3/m^2 h$ )	Des. (%)	$B_{\max}$ ( $m^3/m^2 h$ )	Des. (%)	$B_{\max}$ ( $m^3/m^2 h$ )	Des. (%)
0,35	55,92	48,47	13	24,81	56	49,44	12
0,45	60,34	48,25	20	29,50	51	47,15	12
0,55*	59,46	47,06	21	25,64	57	44,91	22
0,75	56,67	46,20	18	25,68	55	41,79	24
1,00	39,07	45,16	16	23,76	39	38,60	26
1,50*	50,17	45,39	10	24,27	52	37,47	1
2,00*	46,27	46,41	0	24,83	46	36,27	25
			<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>
			14%		51%		19%

\*Valores promediados por haberse duplicado

De la Figura N° 21 a la Figura N° 24, se grafican estos resultados y los obtenidos de capacidad máxima y velocidades de inundación para las diferentes relaciones de fases empleadas en este estudio.

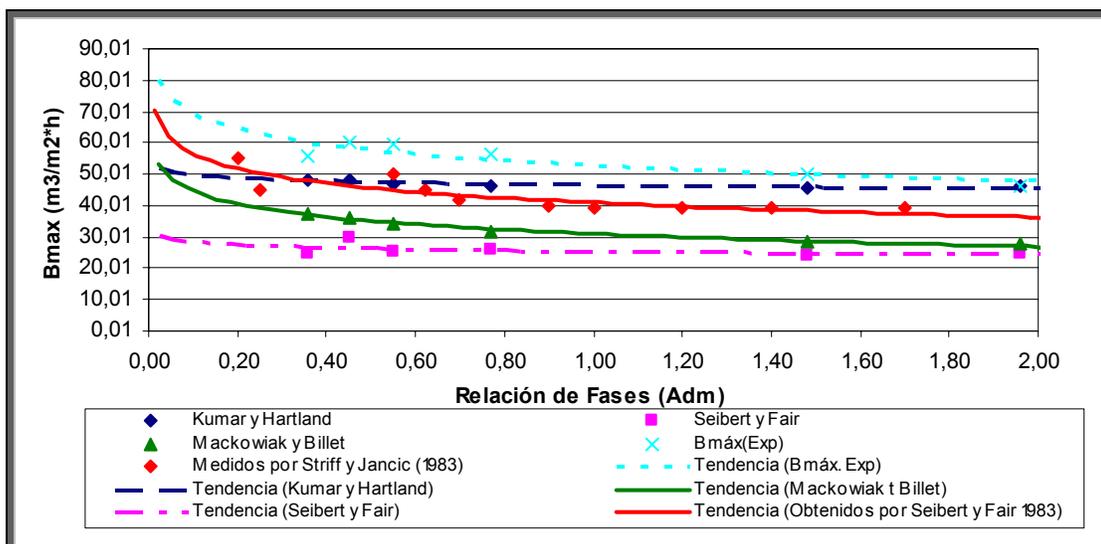


Figura N° 21.- Valores de Capacidad Máxima ( $B_{\max}$ ) para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, (sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico) con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.

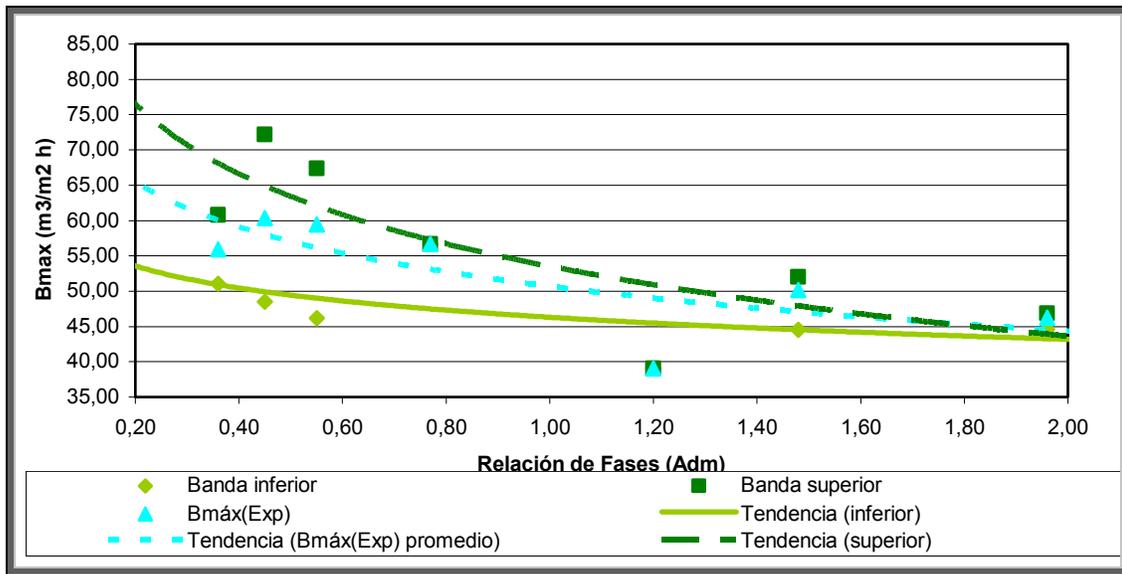


Figura N° 22.- Valores de Capacidad Máxima ( $B_{m\acute{a}x}$ ) para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, (sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico) con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua. Banda de resultados experimentales.

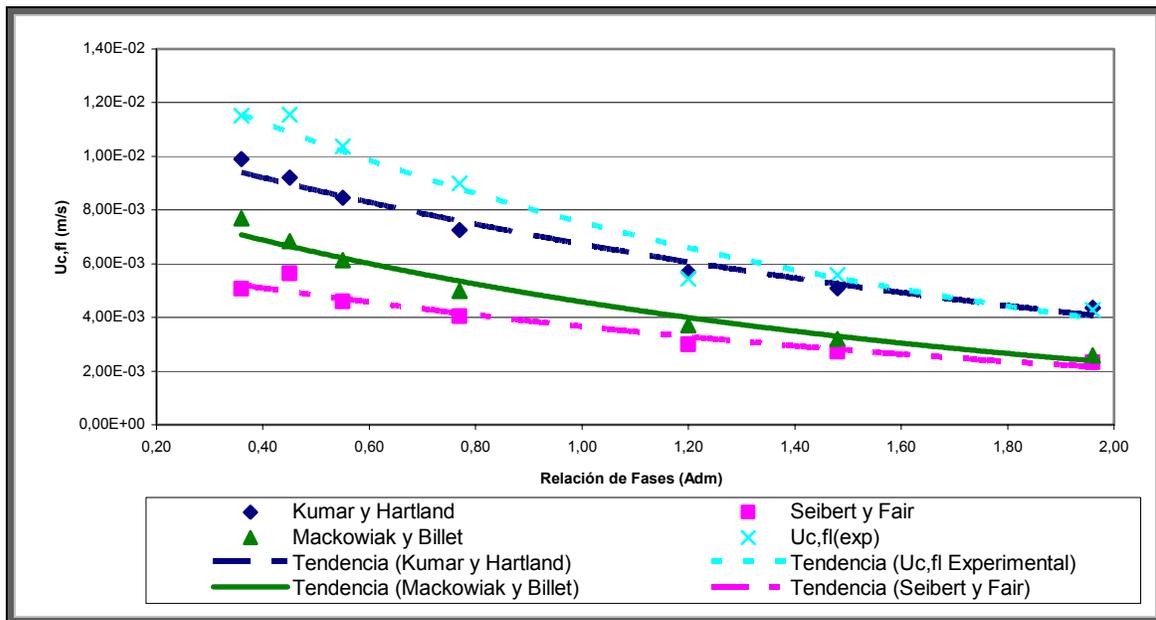
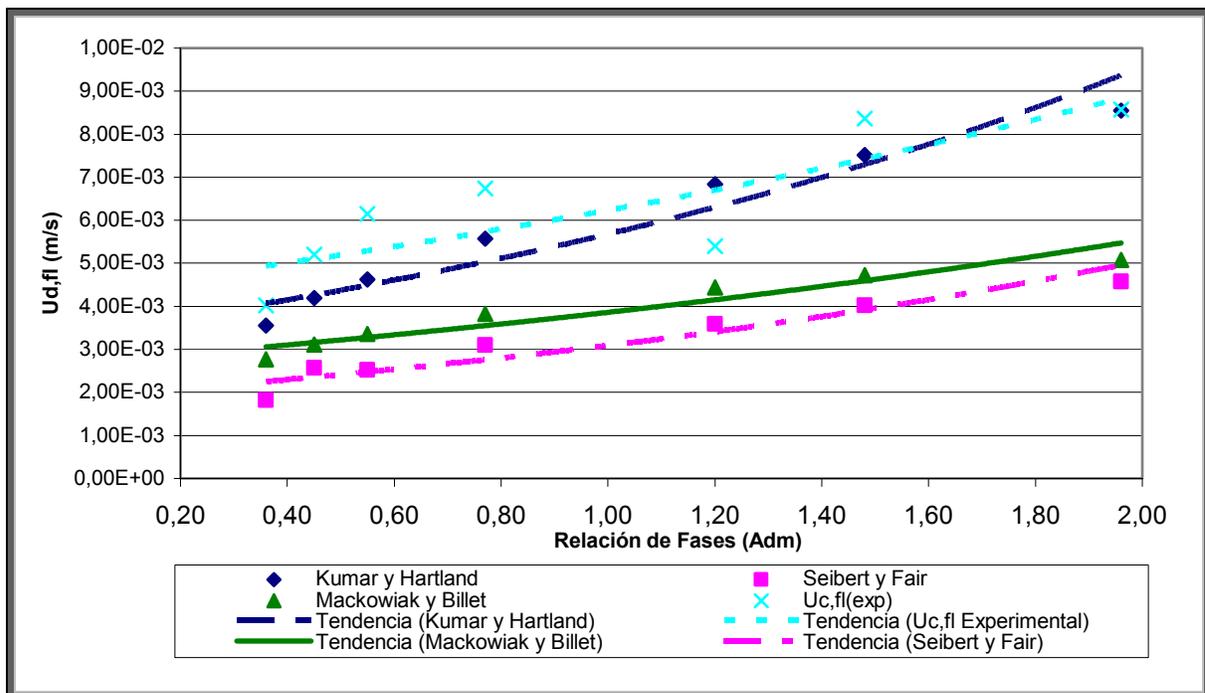


Figura N° 23.- Comportamiento de  $U_{c,fl}$  al variar la relación de fases en una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.



**Figura N° 24.- Comportamiento de  $U_{d,fl}$  al variar la relación de fases en una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando el sistema n-Butanol/Agua/Ácido Succínico, con dirección de transferencia de masa de dispersa a continua.**

Obsérvese la Tabla N° 15, Tabla N° 16 y Tabla N° 17; en estas se aprecia como para el modelo de Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>, el VAPDR para  $U_{c,fl}$ ,  $U_{d,fl}$  y  $B_{max}$  son: 12%, 16% y 14% respectivamente. Estos investigadores afirman que su modelo presentará desviaciones promedio de la capacidad máxima, respecto a los resultados experimentales, no superiores al 19,5%.

Para iniciar con el análisis de este grupo de resultados, se observa en la Tabla N° 17 que la capacidad máxima experimental se ubicó entre 39 y 60  $m^3/(m_2 \cdot h)$ , presentando un comportamiento errático, a pesar de esto, se aprecia que la tendencia general de los resultados es una curva tipo exponencial que tiende a hacerse constante a medida que aumenta la relación de fases. Lo antes expuesto concuerda con lo planteado en la teoría. El comportamiento errático para algunos puntos, se atribuye a la dificultad de determinar con precisión la velocidad a la cual se inunda la torre, lo cual genera un error considerable sobre los valores de capacidad máxima.

El modelo que predice el comportamiento de las velocidades de inundación para cada fase, fue obtenido a partir de un conjunto de 845 puntos, vale la pena destacar, que Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>, tomaron en cuenta datos que involucraran transferencia de masa, pero el número de resultados disponibles fue tan escaso (representa solo el 10% de los resultados recopilados) que basaron su modelo en variaciones del tipo de empaque, esto se refleja en la constante  $C_1$ , y cual de las dos fases es la que moja el empaque, esto se refleja en el hecho de que su modelo incluye una constante ( $\alpha$ ), la cual depende exclusivamente de si el empaque es mojado por la fase dispersa o la continua.

Este modelo empírico, refleja, si se analiza la ecuación (17) (modelo de Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>), que la velocidad de inundación de la fase continua ( $U_{c,fi}$ ), depende únicamente de la relación de fases empleada, si se toma en cuenta que el resto de las variables involucradas, prácticamente no varían si se trata siempre del mismo sistema.

De esta ecuación se desprende que: a medida que aumenta la relación de fases, será menor el valor de  $U_{c,fi}$ , en la Figura N° 22 se aprecia este comportamiento, se observa que a medida que aumenta el valor de la relación de fases, el valor de  $U_{c,fi}$ , no sólo desciende, sino que también tiende a ser menor el cambio entre valores continuos. Esta tendencia coincide con los valores experimentales aunque los modelos arrojan valores conservadores (los modelos todos arrojan valores por debajo de lo obtenido experimentalmente).

Vale la pena destacar, lo que se aprecia en la Figura N° 21, el hecho de que el modelo de Kumar y Hartland <sup>[16]</sup>, la carga máxima aumente a menores relaciones de fase se debe a que se alimenta una baja cantidad de fase dispersa, produciéndose de esta manera una menor interacción gota-gota y por lo tanto una mayor fluidez en el ascenso de dicha fase. De igual forma se aprecia, que al comparar con los resultados obtenidos por Streiff y Jancic <sup>[11]</sup> en 1.983, empleando el mismo sistema que nosotros, pero sin transferencia de soluto y el empaque SMV, se observa la menor capacidad que posee el empaque SMV al compararlo con el SMVP. Este resultado contrasta con lo esperado, ya que el SMV debe poseer una mayor capacidad que el SMVP, debido a que la presencia de las placas de flujo duales que se emplean en el SMVP, restringen el paso de fluido. Esta tendencia se explicaría en el hecho de que cuando la dirección de transferencia de masa es  $D \rightarrow C$ , el diámetro de gota es mayor al que se observa en la dirección  $C \rightarrow D$ , esto debido a los efectos

interfaciales originados por la presencia del soluto difundándose a la fase continua, este efecto teóricamente produce que las gotas coalescan más fácilmente incrementando su tamaño. Las gotas de mayor diámetro tienen una velocidad de ascenso mayor y por lo tanto, un tiempo de residencia menor, lo que incrementa la capacidad de la columna.

En la Figura N° 24, se aprecia como el comportamiento de la velocidad de inundación de la fase dispersa ( $U_{d,fi}$ ), es opuesto a lo observado para  $U_{c,fi}$ , es decir, a medida que aumenta la relación de fases, es mayor  $U_{d,fi}$ .

En el caso del modelo de Seibert y Fair <sup>[22]</sup>, se aprecia que a pesar de que el modelo representa bien la tendencia descrita por los resultados experimentales, el VAPDR es considerablemente alto, 51% para  $U_{c,fi}$  y 50% para  $U_{d,fi}$  (Ver Tabla N° 15 y Tabla N° 16 respectivamente). Estos autores expresan que para su modelo, se puede esperar que para sistemas que trabajen con componentes grado industrial, es decir con un grado de impurezas apreciable, las desviaciones que se presenten pueden ser de hasta un 40% <sup>[28]</sup>. Tomando en cuenta lo antes descrito, es necesario mencionar que en la interfase principal se formó una capa considerable de suciedad, esto evidencia la existencia de sustancias surfactantes las cuales tienden a ubicarse precisamente en esa zona, junto con la acumulación de impurezas que puede acarrear el n-butanol. Sumado a este hecho se encuentran los distintos errores experimentales que se cometen en la corrida, como la imprecisión en la lectura de los rotámetros y la dificultad de determinar el punto exacto de inundación.

Retomando la idea anterior, determinar el punto de inundación es particularmente difícil si no se dispone de una columna con una estructura transparente, que permita apreciar la formación de la segunda interfase a cualquier altura que se presente. En la torre, solo se puede apreciar la interfase en el momento que esta descendía hasta el visor inferior de la torre, por lo que, si esta se formaba con anterioridad, no era perceptible. Con el fin de evitar un error de apreciación muy elevado, se optó por tomar la velocidad de cada fase una vez se apreciaba que en el visor inferior que la fase continua que sale de la torre pasara de ser totalmente transparente a un color blancuzco, estos valores son los que conforman la llamada “banda inferior”. Este cambio visual es indicativo de la presencia de arrastre de la fase dispersa por la fase continua, este es un síntoma de la cercanía del proceso de

inundación. Después de esto, se continuó aumentando las velocidades de las fases (siempre manteniendo la relación de fases) hasta observar la formación de la interfase en el visor inferior, en este momento se registran de nuevo velocidades de cada fase, estos valores son los que conforman la llamada “banda superior”. Este rango de medición de la inundación puede observarse en la Figura N° 22. Se observa en esta figura que a mayor relación de fases es menor la incertidumbre en los valores obtenidos experimentalmente, esto debido a que al aumentar la relación de fases en la torre el sistema se acerca más a la capacidad máxima de la torre la cual como se ha mencionado tiende a ser constante a medida que se aumenta esta relación.

En la Tabla N° 18, se aprecia la desviación de los resultados obtenidos al emplear el modelo de Kumar y Hartland <sup>[16]</sup> respecto de los valores de banda obtenidos experimentalmente, se aprecia como el modelo se ajusta a las mediciones inferiores del rango, mucho mejor que a los resultados obtenidos al observar la formación de la interfase.

**Tabla N° 18.– Valores de capacidad máxima obtenidos a partir del modelo de Kumar y Hartland<sup>[16]</sup>, límites máximos y mínimos.**

Capacidad Máxima de la Torre				
Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	Banda inferior	Des. (%)	Banda superior	Des. (%)
0,35	51,04	5	60,81	20
0,45	48,51	1	72,17	33
0,55*	46,19	2	67,42	30
1,50*	44,56	2	52,05	13
2,00*	44,57	4	46,84	1
		<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>
		3%		19%

\*Valores promediados por haberse duplicado

Es necesario mencionar, que se empleo otro procedimiento para determinar si se alcanzó el estado de inundación, este consistió en verificar si el controlador no alcanzaba el punto de estabilización deseado, pero en varios casos, a pesar de que la interfase se presentaba en el visor, el controlador ejercía su función a la perfección.

Para el modelo de Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup>, se aprecia que el valor de VAPDR es de 20% para  $U_{c,fl}$  y  $U_{d,fl}$  (Ver Tabla N° 15 y Tabla N° 16 respectivamente). Es interesante destacar, que a pesar de que Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup> no trabajaron con el empaque SMV ó SMVP, se puede obtener constante típica para el empaque mediante los datos experimentales, la cual es requerida para el cálculo de las velocidades de inundación. Si se compara el valor de esta constante ( $C=0,8098$ ) con los valores propuestos para otros tipos de empaque (ver Tabla N° 9), se aprecia como el valor a pesar de ser superior a los sugeridos para otros empaques, conserva el mismo orden de magnitud. Esta constante se emplea para estimar los valores de velocidades de inundación que se observan en la Figura N° 22.

En general se puede comentar de la Figura N° 22 y la Tabla N° 17 que todos los modelos arrojan una capacidad máxima por debajo de la experimental, siendo el modelo de Kumar y Hartland <sup>[16]</sup> el que menor desviación promedio presenta (14%), seguido por Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup> (19%) y finalmente Seibert y Fair <sup>[22]</sup> (51%). Se debe destacar que los resultados antes mencionados se obtuvieron como un promedio entre los puntos obtenidos para la banda superior y la banda inferior respectivamente.

### **11.5 Retención de la fase dispersa en la inundación**

La determinación de la retención en la inundación, se realizó de misma forma que la retención antes de alcanzar este estado, a continuación, se muestran en la Tabla N° 19 y la Tabla N° 21 se presentan los resultados obtenidos.

Tabla N° 19.- Valores de Retención en la Inundación, experimentales y teóricos ( $\Phi_{fl,exp}$ ,  $\Phi_{fl,teo}$ ).

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Retención de la Fase Dispersa en la Inundación ( $m^3/m^3$ )				
	Exp.	Mackowiak y Billet		Streiff y Jancic	
	$\Phi_{d,fl}$ (adim)	$\Phi_{d,fl}$ (adim)	Des. (%)	$\Phi_{d,fl}$ (adim)	Des. (%)
0,35	0,324	0,256	21	0,375	16
0,45	0,285	0,274	4	0,403	41
0,55*	0,357	0,288	19	0,425	19
0,75	0,490	0,313	36	0,467	5
1,20	0,414	0,347	16	0,523	26
1,50*	0,491	0,361	26	0,548	11
2,00*	0,495	0,381	23	0,584	18
			<b>VAPDR</b>		<b>VAPDR</b>
			21%		19%

\*Valores promediados por haberse duplicado

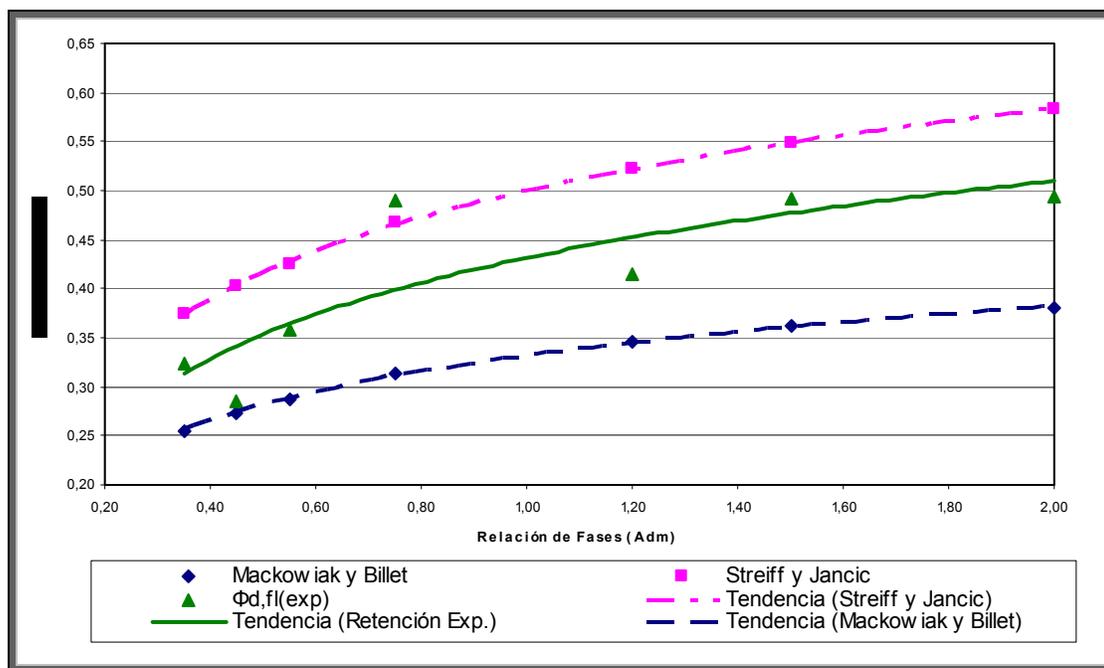


Figura N° 25.- Valores de Retención en la Inundación para una columna rellena con empaque estructurado SMVP, sistema n-Butanol-Agua-Ácido Succínico

Para iniciar con el análisis, observemos la Figura N° 25, en esta se aprecia claramente el comportamiento de la retención en la inundación, al ser modificada la relación de fases con que se alimenta la columna, a medida que aumenta la relación de fases, aumenta la retención en el punto de inundación, siendo este aumento mayor a relaciones de fases bajas. Este resultado concuerda con lo obtenido para la carga máxima, ya que al aumentar la retención mas rápidamente en relaciones de fases bajas, la carga máxima disminuye.

Seibert y Fair <sup>[22]</sup> manifiestan en su trabajo que la retención en la inundación tiene un valor máximo, independiente del sistema, dirección de transferencia de masa y tipo de empaque igual a 0,52 (ver ecuación (24)); como se observa en la Tabla N° 19 experimentalmente el máximo valor que se obtiene es de 0,495; como se evidencia esta por debajo del valor predicho por estos investigadores, con lo cual se le da validez, para nuestro estudio en particular, a su suposición.

Se observó que para el modelo de Mackowiak y Billet <sup>[6]</sup> (21%) el VAPDR es prácticamente igual al que presentan los resultados obtenidos por Streiff y Jancic <sup>[11]</sup> (19%), los cuales trabajaron con el empaque SMV y el sistema que empleamos en este trabajo. En ambos modelos se evidencia que un incremento del flujo de fase dispersa con respecto a la continua produce un incremento de la retención. Vale la pena destacar, que en trabajos realizados por otros grupos de investigadores en la torre empleada para este estudio, tanto Di Sarli y García <sup>[19]</sup> como Ávila y García <sup>[25]</sup>, obtuvieron que el modelo de Streiff y Jancic <sup>[26]</sup> fue el que menor desviación presentó.

### **11.6 Resultados de Transferencia de masa**

A continuación se presentan los resultados obtenidos en este trabajo, que guardan relación con el fenómeno de transferencia de masa que se presenta al difundirse el ácido succínico desde la fase dispersa a la continua. Se observa que los valores obtenidos para una misma relación de fases no se promediaron debido a que la concentración de

alimentación no fue la misma para todos los casos, siempre se presentaron diferencias entre los valores.

Es importante destacar que los rotámetros empleados para regular el flujo de entrada de las corrientes a la columna, poseen un software que se encarga de su calibración, este sistema emplea las propiedades típicas de las corrientes como densidad y viscosidad medidas a la temperatura de operación, se comprobó que el programa no es preciso, ya que, los caudales que indicaba el programa no coincidían con lo medido en operación, por lo cual fue requerido obtener una curva de calibración sin emplear el software.

**Tabla N° 20. Balance de masa global del sistema**

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Fase Orgánica		Fase Acuosa		Flujos totales		Balance de Masa Global (%Des.)
	Flujo de entrada (Kg/min)	Flujo de salida (Kg/min)	Flujo de entrada (Kg/min)	Flujo de salida (Kg/min)	Flujo entrada (Kg/min)	Flujo de salida (Kg/min)	
0,35	1,33	0,69	4,33	5,04	5,66	5,73	1
0,35	0,59	0,37	1,91	2,30	2,49	2,67	7
0,45	1,25	1,95	3,23	3,38	4,48	5,32	16
0,55	0,89	0,46	1,91	1,88	2,80	2,34	20
0,55	0,88	0,51	1,91	2,38	2,79	2,89	3
0,75	1,25	0,76	1,91	2,37	3,16	3,13	1
1,20	1,45	0,46	1,43	1,72	2,88	2,18	32
1,50	1,88	1,80	1,49	1,78	3,36	3,58	6
1,50	1,86	1,44	1,49	1,70	3,35	3,13	7
2,00	2,49	2,14	1,48	2,08	3,98	4,21	6
2,00	2,48	2,01	1,48	1,72	3,97	3,73	6
<b>PROMEDIO</b>							10%

Como se observa en la Tabla N° 20, se aprecia una discrepancia importante entre la masa que entra y sale de la columna, para ambas fases. Si se analizan con detenimiento cada uno de los valores obtenidos para cada relación de fases empleada, se aprecia que a la salida se observa menos cantidad de fase dispersa que de la que entra, lo contrario ocurre con la fase continua. Como se mencionó en secciones anteriores, el agua y el n-butanol son miscibles entre sí hasta cierto grado, lo resaltante es que el agua disuelve más n-butanol, de lo que este último puede disolver de agua. Por esta razón es que fue necesario pre-saturar las fases, para que no se presentara transferencia de agua y n-butanol entre las fases en contacto, en este procedimiento de pre-saturación se comete un error experimental considerable, esto debido a que las grandes cantidades de cada fase que eran requeridas para cada fase hacían difícil guardar una precisión lo suficientemente alta en el proceso de saturación que garantizase los resultados requeridos.

Evidencia de la imprecisión antes mencionada fue el hecho de que a nivel de laboratorio, cuando se obtuvo la curva de saturación de las fases, nunca se evidenció la formación de una segunda interfase a ciertas concentraciones, mientras que al preparar las soluciones en la planta piloto se observó como a valores de índice de refracción a los cuales se suponía que no se estaba cerca del punto de saturación, so formaba una segunda interfase, por lo cual se requirió de un proceso de ensayo y error para determinar el índice de refracción al cual se formaba una segunda interfase.

El hecho de que parte del n-butanol de la fase dispersase transfiriera a la fase continua, genera una especie de transferencia de masa ficticia, debido a que parte del ácido presente en la fase continua no se desplazó a esta por motivos de que se difundiese de una fase a otra, sino más bien, a que se desplazó con el n-butanol que se disolvió en la fase continua, esto explicaría en parte, el grado de separación tan elevado que se obtuvo en la torre, por lo cual se debe tener en cuenta en todo el análisis del fenómeno de transferencia de masa desarrollado en esta sección, que aparte de otros posibles factores que influyeron en los resultados, sin duda este fue tal vez el más importante.

En la Tabla N° 21 se reportan los errores obtenidos tanto en el balance de masa global como en ácido, expresadas en porcentaje de desviación del valor a la salida con respecto a la entrada.

Si se observa la Tabla N° 21, se aprecia la desviación que presentaron los balances de masa, esta discrepancia se puede adjudicar no solo a lo mencionado con anterioridad, también se asocia esta discrepancia a la baja concentración de ácido lo que origina un error experimental asociado a las titulaciones, como también las impurezas presentes en el n-butanol y residuos que pudieran permanecer en la torre de corridas anteriores (nafta y soda cáustica). Para explicar esto mejor, si el ácido reacciona aunque sea en pequeñas cantidades, con las impurezas, esto se ve reflejado en el balance de masa como si se hubiese perdido masa al observarse que es menor la masa de ácido a la salida en comparación con lo que entraba, esto sin duda, representa una de las posibles causas de esta desviación. Con el fin de minimizar este error se procedió a limpiar la torre. Cabe destacar que para el cálculo del valor promedio de los balances de masa en ácido se eliminaron las corridas marcadas con (\*) en la tabla anterior, ya que presentan un muy elevado valor de desviación.

**Tabla N° 21. Porcentajes de desviación de los diferentes Balances de Masa.**

Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	Balance de Masa Global (%Des.)	Balance de Masa en Ácido (%Des.)
0,35	1	40
0,35	7	66
0,45	16	62
0,55*	20	111
0,55	3	63
0,75	1	38
1,20*	32	126
1,50	6	50
1,50	7	39
2,00	6	13
2,00	6	25
<b>PROMEDIO</b>	10%	44%

\*Valores despreciados para el promedio del balance de masa en ácido

### 11.7 Porcentaje de extracción de ácido succínico.

En la Tabla N° 22 se presenta el porcentaje de extracción de ácido. Así mismo se presenta un cálculo del porcentaje de extracción de ácido, tomando como base la cantidad de ácido que sale por ambas fases, esto para determinar un porcentaje de extracción normalizado.

**Tabla N° 22.- Porcentaje de extracción de ácido.**

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Porcentaje de Extracción de Ácido Experimental (%)	Porcentaje de Extracción de Ácido normalizado (%)
0,35	71,3	99,7
0,35	60,0	99,5
0,45	60,7	98,2
0,55❖	47,2	99,6
0,55	61,1	99,6
0,75	72,0	99,7
1,20❖	43,9	99,3
1,50	56,9	85,6
1,50	63,0	87,8
2,00	63,5	71,9
2,00	54,0	67,4
<b>PROMEDIO</b>	<b>62,5%</b>	<b>89,9%</b>

❖Valores despreciados para el promedio del porcentaje de extracción de ácido

La teoría indica, que al aumentar la relación de fases, disminuye el porcentaje de separación, es decir, se desmejora la transferencia de masa, esto se debe a que al aumentar la relación de fases disminuye la cantidad de solvente con respecto a la alimentación, por lo que se tiene dentro de la torre una menor cantidad de fase continua encargada de extraer el ácido succínico y esto genera que el proceso de transferencia de masa sea menos eficiente.

Como se observa en la Tabla N° 22, el comportamiento general del porcentaje de separación de ácido succínico tiende a ser aleatorio, esto se debe en gran medida a la

pequeña cantidad de ácido que se empleó en la mezcla de alimentación, la cual ante cualquier presencia de impurezas reacciona y altera el resultado final, a esto se suma el grado de imprecisión de el procedimiento de titulación. A pesar de lo antes descrito, si comparamos el porcentaje de separación obtenido empleando una relación de fases igual a 0,35 con una igual a 2,00; se aprecia el resultado esperado teóricamente, mientras menor sea la relación entre las fases, mayor será el porcentaje de separación.

Si comparamos los resultados experimentales con los normalizados, se observa una tendencia similar, pero el porcentaje de separación es superior al reportado experimentalmente. Cabe destacar que para el cálculo del valor promedio de porcentajes de extracción de ácido se eliminaron las corridas marcadas con ❖ en la tabla anterior, ya que presentan un elevado valor de desviación en el balance de masa en ácido.

### **11.8 Altura equivalente a una etapa teórica (HETP)**

Es necesario hacer la salvedad, de que las corridas correspondientes a  $\lambda=0,55$  y  $\lambda=1,20$ ; no se emplearon en los cálculos de la altura equivalente a una etapa teórica (HETP), debido a la elevada desviación que presentaron los balances de masa en ácido, lo cual hace suponer su poca fiabilidad.

Para aplicar el método de McCabe-Thiele, se necesitó la curva de equilibrio del sistema a la temperatura de operación del sistema. Se disponía de datos de equilibrio a 20°C, pero no a la temperatura de operación de la planta (28°C aprox.). Para obtener la curva de equilibrio se diseñó un procedimiento experimental, y para corroborar si el procedimiento era adecuado, se obtuvo la curva a 20°C y se comparó la pendiente de esta con los resultados reportados por Seibert y Fair <sup>[22]</sup> a la misma temperatura. Como se observa en la Figura N° 31, la pendiente obtenida mediante el método aplicado presentó una desviación de 0,11% a la reflejada por dichos investigadores, con lo cual se validó el procedimiento y luego se ejecutó la experiencia de laboratorio para determinar la curva de equilibrio a 28°C. Los resultados correspondientes al equilibrio a 28°C se muestran en la Tabla N° 23.

**Tabla N° 23.- Datos de equilibrio a 28°C para el sistema n-Butanol/Ácido succínico/Agua.**

<b>Composición Fase Orgánica (%p/p)</b>	<b>Composición Fase Acuosa (%p/p)</b>
0,0	0,0
0,45826	0,56697
0,92861	1,14093
1,38521	1,71016
1,86985	2,28180

La altura equivalente a una etapa teórica (HETP), en una torre de extracción es simplemente la altura de la torre “Z<sub>T</sub>” dividida entre el número de etapas teóricas obtenidas.

El método empleado, para determinar el HETP fue el de McCabe-Thiele. Para lo cual es necesario obtener la curva de equilibrio del sistema así como la línea de operación de la torre. Para la aplicación de este método se asume el sistema isobárico e isotérmico, e inmiscibilidad entre diluyente y solvente. Como la torre opera a condiciones ambientales, se garantiza que el sistema sea isotérmico e isobárico.

Es importante destacar, que la concentración de soluto en la alimentación es tan baja que se considera una solución diluida y por ende los porcentajes molares (x, y) son prácticamente iguales a las concentraciones libres de soluto (X, Y). También se presaturó parcialmente la fase continua con n-butanol y la fase dispersa con agua desmineralizada, con lo que se garantiza que las fases se mezclen lo menos posible entre si dentro de la columna, asegurando que los flujos de ambas sean lo más constantes posible.

Como se sabe, la línea de operación, mediante la cual se determina el número de etapas teóricas de la torre, debe ser de preferencia recta si se aplica el método de McCabe-Thiele, y como indica la teoría, la pendiente de esta recta resulta de la relación F/S (diluyente/solvente) (en el presente Trabajo Especial de Grado se empleó S=F, a fin de presentar diferencias con el Trabajo Especial de Grado de Riccelli, R. y Zghun A., que como se indicó anteriormente, estos investigadores trabajaron en forma conjunta a este. Si el flujo

másico no se mantiene constante en toda la torre, esta relación sería distinta en diversas zonas a lo largo de la torre. Este fenómeno se evidencia si las fases son miscibles, caso contrario, la pendiente es única en toda la torre. Al presaturar parcialmente las fases, se garantiza que las se comporten como si fuesen inmiscibles

En la Tabla N° 24 se presentan los resultados del trazado de las etapas y HETP.

**Tabla N° 24.– Número de etapas teóricas y HETP, para el sistema en estudio a 28°C.**

Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	N° Etapas	HETP (m)
0,35	3,0	1,33
0,45	3,7	1,08
0,55	4,0	1,00
0,75	6,0	0,67
1,50	4,7	0,85
1,50	6,7	0,59
2,00	5,3	0,75
2,00	5,7	0,70
<b>PROMEDIO</b>	4,9	0,59 – 1,08

**Tabla N° 25.– HETP, resultados reportados por Seibert, Humphrey y Fair<sup>[26]</sup>.**

Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	HETP (m)
0,30	0,74
0,57	0,54
1,34	0,59
1,96	0,56
<b>RANGO</b>	0,54 – 0,74

Como se observa en la Tabla N° 24, el promedio obtenido en el número de etapas es de 4,9; lo que corresponde a un valor de HETP de un rango de 0,59 m – 1,08 m, siendo el valor promedio, de 0,87 m. Si se comparan estos resultados con los obtenidos por Seibert <sup>[26]</sup> y colaboradores; quienes trabajaron con el mismo sistema con una concentración de ácido succínico de 0,8% en peso, dirección de transferencia de masa D→C y empaque SMV, (ver Tabla N° 25) se observa que para el sistema en estudio, se obtiene un valor de HETP mayor.

Según lo establecido por el fabricante del empaque (ver Tabla N° 6), el SMVP posee una mayor eficiencia de separación (entre 0,2 m - 0,3 m para SMVP y 0,6 m - 1,2 m para SMV, con dirección de transferencia de masa C→D), por lo que, el HETP para el empaque empleado en la torre debería ser menor que el valor correspondiente al SMV. Como se aprecia esto no se cumple, esto puede deberse a las condiciones a las que operaron estos investigadores, como por ejemplo, emplearon una torre de menor altura (altura: 1,52 m; 0,10 m de diámetro) lo cual facilita el control de todas las variables involucradas en la operación de la torre, también emplearon n-butanol grado técnico con un 99,95% de pureza; en el mismo empleado el presente estudio, sin embargo cabe destacar que al abrir algunos tambores de estos, los mismos presentaban óxido, estas impurezas pueden producir elementos surfactantes que afecten las propiedades físicas del sistema.

Todos los factores antes descritos introducen incertidumbre, e influyen en el número y magnitud de los errores experimentales que afectan el balance de masa. A pesar de esta diferencia, es positivo indicar que el HETP obtenido en el estudio, se ubica en el mismo orden de magnitud que lo reportado por Seibert y colaboradores <sup>[26]</sup> y el fabricante del empaque.

## 12. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 12.1 Conclusiones

Para resumir las ideas principales que resultaron del análisis y posterior discusión de los resultados alcanzados del desarrollo experimental elaborado en este Trabajo Especial de Grado, se presentan a continuación las conclusiones principales que se obtuvieron, que contribuyen a futuras experiencias a ser desarrolladas en la planta de extracción líquido-líquido.

- La retención de la fase dispersa presenta un comportamiento lineal ascendente al incrementar la velocidad superficial de la fase dispersa, e independiente de la velocidad de la fase continua. Para velocidades de fase continua por debajo del 65% de la velocidad de inundación.
- A medida que se incrementa la relación de fases ( $\lambda=U_d/U_c$ ) se observó un aumento exponencial en la retención de la fase dispersa, esto debido a la mayor presencia de fase dispersa dentro de la torre.
- El modelo que describe con menor desviación promedio, el comportamiento de la retención ante variaciones de la relación de fases, fue el propuesto por Mackowiak y Billet (11%), seguido por el de Kumar y Hartland (15%) y por último Seibert y Fair (33%).
- Los valores de las constantes del modelo de Mackowiak y Billet requeridas para determinar la retención de la fase dispersa, las cuales dependen del tipo de empaque y sistema, fueron:  $C_1=31,102$  s/m y  $C_{0a}=0,64$ . Para el cálculo de las velocidades de inundación la constante tuvo un valor de  $C=0,8098$ .
- La capacidad máxima de la torre para el sistema ácido succínico/n-butanol/agua y empaque SMVP, se ubicó entre 46-60  $m^3/m^2h$ .

- La capacidad máxima presenta una tendencia descendente a medida que aumenta la relación de fases.
- Los modelos de capacidad máxima evaluados arrojan resultados por debajo de los experimentales, observándose que el modelo que predice mejor la capacidad máxima y las velocidades de inundación de cada fase es el propuesto por Kumar y Hartland con una desviación promedio de 14%.
- A medida que aumenta la relación de fases, la velocidad de inundación de la fase dispersa aumenta exponencialmente, para el caso de la fase continua el comportamiento es totalmente opuesto.
- Tanto el modelo de Mackowiak y Billet como el Streiff y Jancic presentaron desviaciones promedio similares (21% y 19%), para el cálculo de la retención en la inundación.
- Las desviaciones promedio que arrojaron todos los modelos para cada una de las variables fluidodinámicas analizadas, se mantuvieron dentro de los valores máximos predichos por los investigadores.
- Para el sistema, empaque y dirección de transferencia de masa estudiados, la altura equivalente a una etapa teórica está en el rango de 0,59 m – 1,08 m; considerándose un promedio de 0,87 m.
- A medida que aumenta la relación alimentación/solvente, disminuye el porcentaje de separación de la torre, es decir, es menos eficiente la transferencia de masa.
- El porcentaje de extracción de ácido succínico para la dirección de transferencia de masa D→C, bajo las condiciones de operación estudiadas, osciló entre 43,9% y 72,0%, siendo en promedio un 62,5%

## 12.2 Recomendaciones

- Realizar una limpieza profunda de la torre, para eliminar todos los contaminantes presentes adheridos a las paredes y el relleno de la torre.
- Realizar una calibración lo más precisa posible de los rotámetros que regulan los flujos de alimentación.
- Calibrar los medidores de flujo a la salida de la torre.
- Colocar un medidor de nivel de líquido en el tanque de almacenamiento de agua desmineralizada.
- Realizar las mediciones de concentración de ácido succínico empleando un método distinto y más preciso que la titulación, como por ejemplo cromatografías de líquidos.
- Revisar el procedimiento de pre-saturación de las fases, a fin de minimizar la transferencia del agua y/o n-butanol entre las corrientes.
- Tomar mediciones del Índice de Refracción de las corrientes de alimentación y de salida, a fin de cuantificar las cantidades de agua y n-butanol presentes en estas para saber que tanto se desplazan.
- Instalar el sistema de extracción de vapores, para disminuir la concentración del n-butanol en el ambiente del laboratorio.
- Reemplazar las válvulas que regulan el flujo que pasa por los rotámetros de la planta, por unas de tipo globo, más precisas.

- Revisar las empaaduras de las bombas de alimentación de las fases, en especial la que se encarga de bombear la fase orgánica.
  
- Recalibrar el medidor de tensión interfacial y verificar el procedimiento de determinación de la tensión interfacial entre las fases.

### 13. BIBLIOGRAFÍA

1. HUMPREY J, Keller George, "Separation Process Technology". Editorial McGraw-Hill. U.S.A. 1997, pp 156-158.
2. CUSACK, Roger W., Pierre Fremeaux y Don Glatz. "A Fresh Look at Liquid-Liquid Extraction, Part 1: Extraction Systems", Chemical Engineering, Febrero de 1991, pp.66-74.
3. SULZER CHEMTECH, "SMV mixer-packing for extraction and reaction columns", Sulzer Brothers Limited Mixing and Reaction Technology, SUIZA, 1991.
4. BAILES, P. J., C. Hanson y M. A. Hughes, "Liquid-liquid extraction: The process, the equipment", Chemical Engineering, 1976, Vol. 83, pp 86-99.
5. HANSON, Carl. "A 23-page report on... Solvent Extraction: Theory, Equipment, Commercial Operations, and Economics", Chemical Engineering, 1968, pp 76-98.
6. MACKOWIAK, Jerzy y Reinhard Billet, "New Method of Packed Column Design for Liquid-Liquid Extraction Processes with Random and Stacked Packings", Ger. Chem. Eng, 1986, 1, pp. 48-64.
7. RODRÍGUEZ, Ricardo, "Evaluación de solventes para la extracción de mercaptanos", Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado, Junio de 1999, 141 p.p.
8. CUSACK, Roger W., Pierre Fremeaux y Don Glatz. "A Fresh Look at Liquid-Liquid Extraction, Part 2: Inside the Extractor", Chemical Engineering, Marzo de 1991, pp. 132-138.
9. BILLET, Reinhard. "Packed Towers in Processing and Environmental Technology", Weinheim (República Federal Alemana): VCH, 1995.

10. SULZER CHEMTECH, "Liquid-liquid extraction with structured packings", Sulzer Chemtech Ltd, Mass Transfer / Separation Columns, Suiza.
11. STREIFF, Felix A. y S. J. Jancic, "Use of Static Mixer Packing in Countercurrent Extraction Columns", German Chemical Engineering, 1984, No. 7, pp. 178 – 183.
12. TREYBAL, Robert E., "Operaciones de Transferencia de Masa", Dtto. Federal (México): Editorial McGraw-Hill, 1988, Segunda Edición, pp. 858.
13. PÉREZ, Anubis, "I Seminario: Selección de Sistemas Ternarios para Realizar Pruebas de Extracción Líquido-Líquido. Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química. Julio 2000.
14. BERBERIAN, Manuel y Raúl Salazar, "Simulación dinámica de una columna de extracción líquido-líquido con relleno estructurado", Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado, Diciembre de 1998, 190 p.p.
15. TREYBAL, Robert E., "Extracción en Fase Líquida", Dtto. Federal (México): Unión tipográfica Editorial Hispano Americana, 1968, 1<sup>ra</sup> Edición, 729 pp.
16. KUMAR, A., y Hartland S., "Prediction of drop size, dispersed-phase holdup, slip velocity, and limiting throughputs in packed extraction columns", Trans IChemE, 1994, Vol. 72, Parte A, pp 89-104.
17. PERRY, Robert, Don W: México D.F.: Editorial McGraw-Hill, tercera edición en español, 1992. Tomo V. Green y James O. Maloney, "Perry: Manual del Ingeniero Químico".
18. SATTLER, Klaus y Hans Jacob Feindt, "Thermal Separation Processes: Principles and Design", Weinheim (República Federal Alemana): VCH, 1995.
19. DI SARLI, Giuseppe y García Hugo. "Arranque y evaluación fluidodinámica de una columna rellena con empaque estructurado SMVP", Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado, Octubre de 2000, 515 p.p.

20. Mc CABE W. y Smith J., "Operaciones Básicas de Ingeniería Química", Editorial Reverté S.A., Barcelona-España, 1975, Vol II. p.p. 651.
21. MARTÍNEZ, Alexis y Ricardo E. Walker, "Instalación y Puesta en Marcha de una columna de Extracción Líquido-Líquido con Relleno Estructurado", Universidad Central de Venezuela, Fac. de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado, Noviembre de 1998, 124 p.p.
22. SEIBERT, A. Frank, y James R. Fair, "Hydrodynamics and Mass Transfer in Spray and Packed Liquid-Liquid Extraction Columns", Ind. Eng. Chem. Res., 1988, 27, pp 470-481.
23. MACKOWIAK, Jerzy, "Grenzbelastung von unpulsierten Füllkörperkolonnen bei der Flüssig/Flüssig – Extraktion" (Carga Límite de columnas empacadas sin pulsación en la extracción líquido-líquido), Chem. Ing. Tech, 1193, Nr. 4 Vol. 65, pp. 423-429.
24. SKOOG, Douglas, "Química analítica", Dtto. Federal (México): Editorial McGraw-Hill, 2000, 7ª. Edición, pp. 795.
25. ÁVILA, GARCÍA. "Estudio fluidodinámico en una columna empacada con relleno SMVP". Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado. Octubre, 2001.
26. SEIBERT, A. F., J. L. Humphrey y J. R. Fair, "Evaluation of Packings for use in Liquid-Liquid Extraction Columns", Separation Science and Technology, 1987, Vol. 22 (2-3), pp. 281-314.
27. WANKAT, Phillip, "Equilibrium staged separations", New Jersey, Estados Unidos, Prentice-Hall , 1988, pp. 520-540.
28. SEIBERT, A. F., Consulta directa realizada vía correo electrónico, Septiembre de 2002.

## 14. ANEXO 1: CALIBRACIÓN DE LOS ROTÁMETROS

Durante el proceso de familiarización con la planta, el grupo de investigación observó ciertas irregularidades en las mediciones de caudales realizadas con los rotámetros, por lo cual se decidió hacer una curva de calibración para los mismos, empleando como soporte mediciones de caudal hechas con los medidores de flujo adquiridos durante la realización del proyecto, colocándolos a las salidas de las corrientes controladas por los rotámetros en cuestión, y verificando estos valores de forma manual con el empleo de un cilindro graduado de 2.000 ml y un cronómetro.

Estas irregularidades se pueden explicar por el hecho de que los fluidos con los que operó y opera la planta (naftas y soda cáustica y ahora n-butanol y ácido succínico) pueden atacar los flotadores, conduciéndolos a su descalibración, (tal vez uno más que otro ya que los componentes de las corrientes con las que se operan están presentes en distintas proporciones para cada rotámetro), razón por la cual se recomienda a grupos de investigación posteriores, realizar nueva calibración antes de proceder a efectuar las pruebas experimentales.

Los valores considerados de fábrica fueron obtenidos de los manuales que traen estos equipos, cabe destacar que según estos manuales ambos rotámetros deberían trabajar con la misma calibración, pero por las razones explicadas anteriormente, se tuvo que hacer el procedimiento de calibración para cada uno, por lo cual se obtuvieron curvas diferentes. Se tomaron cinco (5) valores experimentales para cada uno. Los valores obtenidos en las pruebas con los medidores de flujo pueden ser observados en la Tabla N° 26 y la Tabla N° 27.

Luego se procedió a en un mismo gráfico representar los valores estimados por el software del fabricante y los resultados experimentales a fin de ver en forma más clara las diferencias existentes (Ver Figura N° 26 y Figura N° 27) para obtener posteriormente las ecuaciones de las curvas de calibración para cada uno, con la cual se calcularon los nuevos valores de caudal con los que se operó la planta.

**Tabla N° 26. Lecturas obtenidas por el medidor de flujo para el rotámetro que controla la fase continua (FI-200).**

<b>Escala Rotámetro Fase Continua</b>	<b>Medidor de flujo Caudal (L/min)</b>
0	0,0
20	0,3840
40	1,4118
60	3,4284
80	5,0526
100	7,5000

**Tabla N° 27. Lecturas obtenidas por el medidor de flujo para el rotámetro que controla la fase dispersa (FI-100).**

<b>Escala Rotámetro Fase Dispersa</b>	<b>Medidor de flujo Caudal (L/min)</b>
0	0,0
30	0,9375
40	1,7391
60	3,4286
80	5,4545

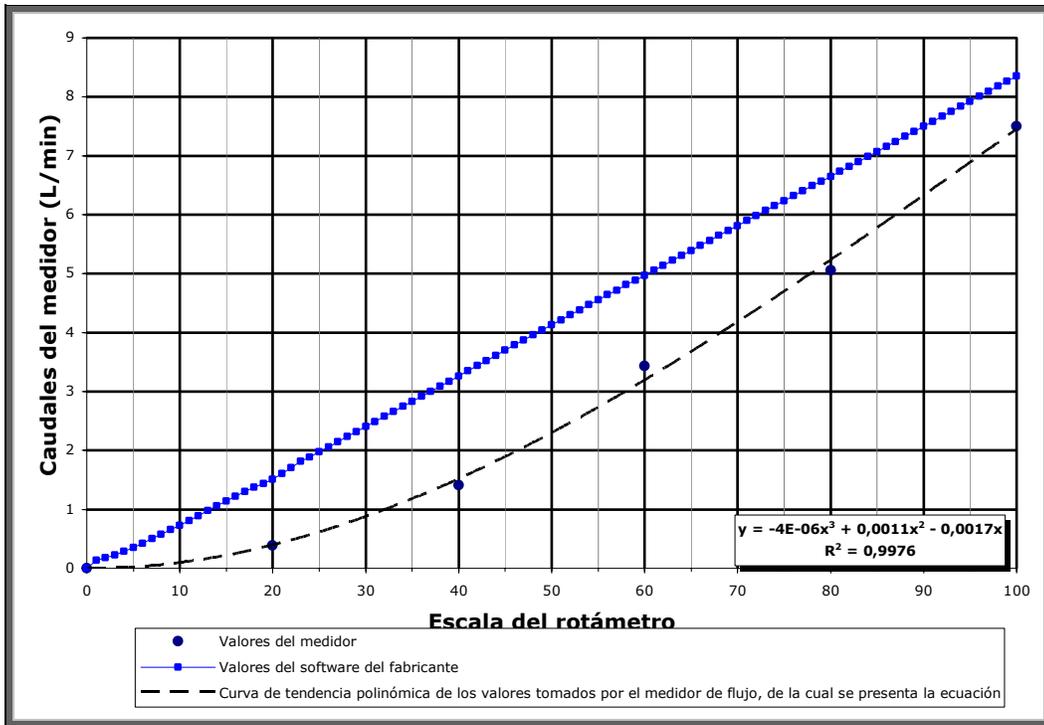


Figura N° 26.- Curva de calibración del Rotámetro FI-200.

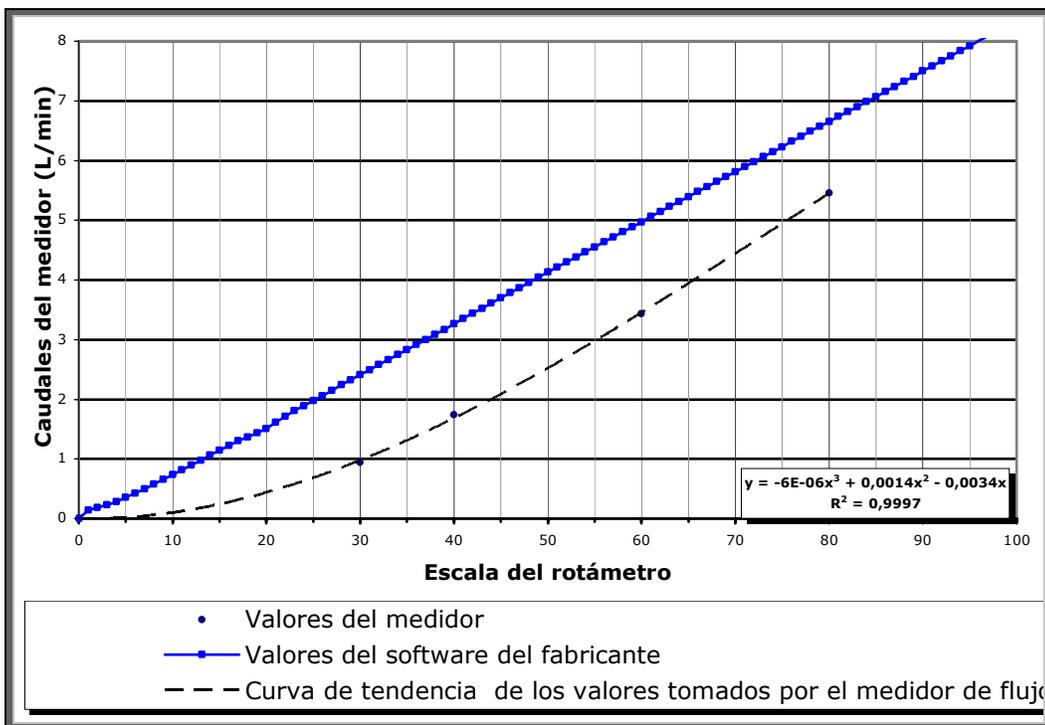


Figura N° 27.- Curva de calibración del Rotámetro FI-100.

## 15. ANEXO 2: CURVAS EMPLEADAS PARA LA PRE-SATURACIÓN DE LAS FASES

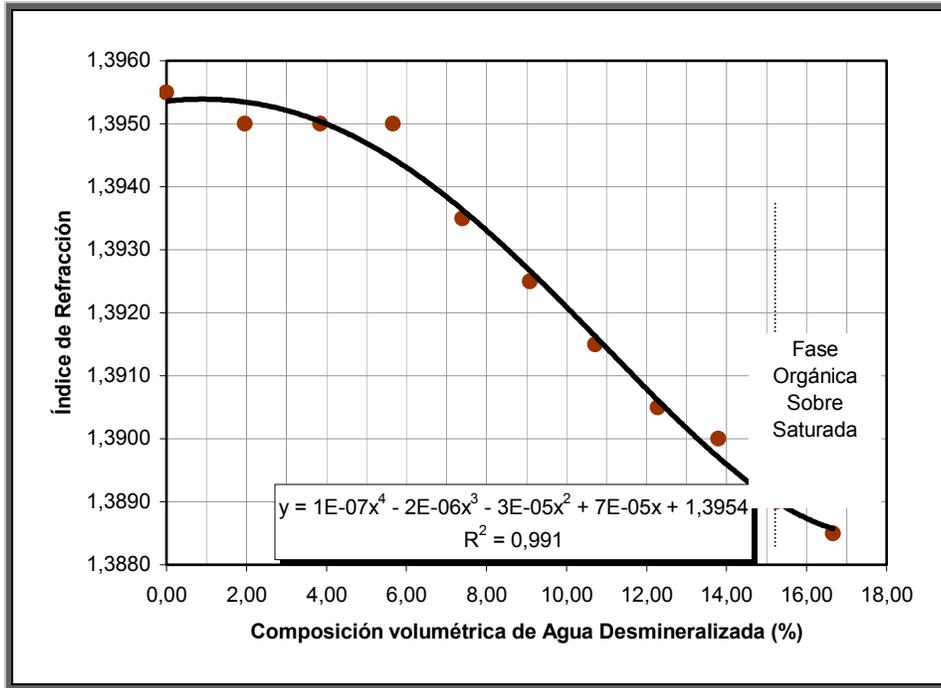


Figura N° 28.- Curva de pre-saturación de la fase orgánica.

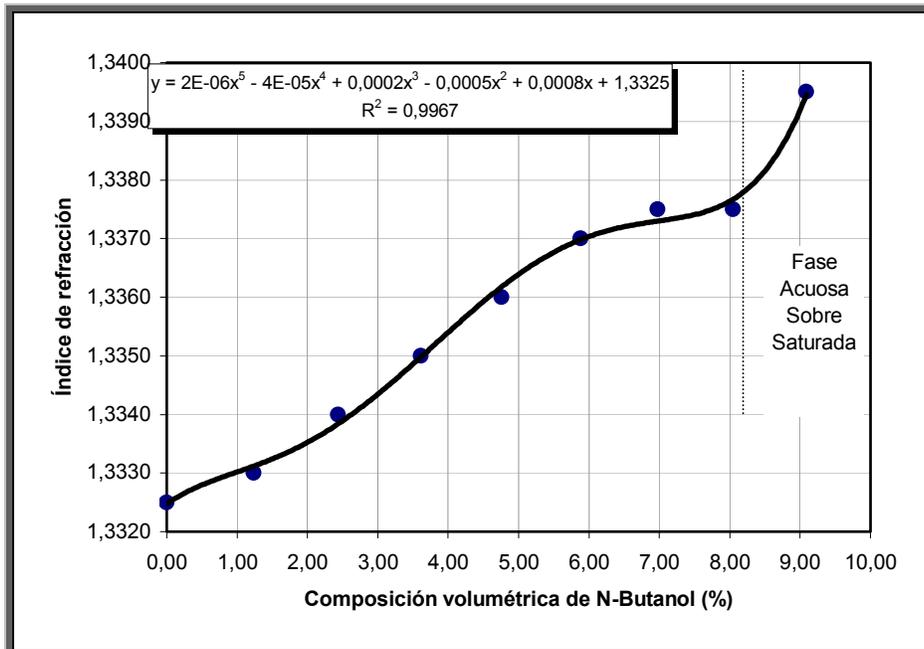


Figura N° 29.- Curva de pre-saturación de la fase acuosa.

## 16. ANEXO 3: HOJAS DE DATOS EXPERIMENTALES

### 16.1 Tablas de datos pruebas experimentales

Corrida código	5ADC
$\lambda$	1,50

FECHA: 02/Agosto/2002

Tiempo Estimado para alcanzar el E.E.T.M.: 1'04" (64 min)

Tabla N° 28.- Datos Iniciales.

Temperatura en el laboratorio ( $T_{lab} \pm 0,1$ )°C	26,0
Presión atmosférica en el laboratorio ( $P_{lab} \pm 0,1$ ) mmHg	697,1
Masa del picnómetro vacío ( $m_{pv} \pm 0,0001$ )gr	23,8015
Volumen del picnómetro ( $V_p$ )ml	25
Masa del recipiente paralelepípedo vacío ( $m_{RPV} \pm 0,001$ )Kg	3,750

Tabla N° 29.- Caudales y Velocidades de Operación en el E.E.T.M.

Marca RT*		Caudales		Velocidades	
Dispersa	Continua	$Q_{di}$ (l/min)	$Q_{ci}$ (l/min)	$U_{di}$ (m/s)	$U_{ci}$ (m/s)
46	41	2,22	1,50	4,53E-03	3,00 E-03

\*RT: Rotámetro

**Tabla N° 30.- Titulaciones realizadas en la fase continua para comprobar que se alcanzó el E.E.T.M. ante de la corrida.**

Volumen de la alícuota utilizada ( $V_{sol} \pm 0,1$ )ml	Tiempo (min)	Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación ( $V_{NaOH} \pm 0,01$ ml)
5,0	7	5,30
5,0	14	7,50
5,0	22	8,30
5,0	29	8,50
5,0	36	9,10
5,0	40	9,15
5,0	45	9,15

**Tabla N° 31.- Titulaciones realizadas en la fase continua para comprobar que se alcanzó el E.E.T.M. durante la corrida.**

Volumen de la alícuota utilizada ( $V_{sol} \pm 0,1$ )ml	Tiempo (min)	Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación ( $V_{NaOH} \pm 0,01$ ml)
5,0	56	9,40
5,0	63	9,50
5,0	70	9,50

Tabla N° 32.- Propiedades de la Fase Continua, hasta alcanzar el E.E.T.M.

Tiempo (min)	Volumen de la alícuota utilizada ( $V_{sol} \pm 0,1$ )ml	Masa de picnómetro lleno ( $m_{pc} \pm 0,0001$ )gr	Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación ( $V_{NaOH} \pm 0,01$ ml)		
			T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	$\bar{T}$
Inicial	-	48,5537	-	-	-
0	5,0	48,5445	8,65	8,70	8,68
7	5,0	48,5691	10,20	10,15	10,18
14	5,0	48,5552	10,65	10,70	10,68
21	5,0	48,5512	10,25	10,25	10,25
28	5,0	48,5490	9,65	9,60	9,63
35	5,0	48,5374	9,55	9,50	9,53
42	5,0	48,5547	9,40	9,45	9,43
49	5,0	48,5470	9,75	9,70	9,73
56	5,0	48,5559	9,40	9,45	9,43
63	5,0	48,5500	9,50	9,55	9,53
<b>E.T.T.M.</b>	70	48,5730	9,60	9,65	9,63

Tabla N° 33.- Propiedades de la Fase Dispersa, hasta alcanzar el E.E.T.M.

Tiempo (min)	Volumen de la alícuota utilizada ( $V_{sol} \pm 0,1$ )ml	Masa de picnómetro lleno ( $m_{pd} \pm 0,0001$ )gr	Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación ( $V_{NaOH} \pm 0,01$ ml)		
			T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	$\bar{T}$
Inicial	5,0	44,9271	13,65	13,70	13,68
0	5,0	44,9662	0,25	0,25	0,25
7	5,0	44,9549	0,40	0,40	0,40
14	5,0	44,9652	0,60	0,60	0,60
21	5,0	44,9571	0,80	0,80	0,80
28	5,0	44,9511	0,95	0,95	0,95
35	5,0	44,9543	1,10	1,10	1,10
42	5,0	44,9480	1,20	1,20	1,20
49	5,0	44,9529	1,30	1,25	1,28
56	5,0	44,9500	1,25	1,30	1,28
63	5,0	44,9643	1,30	1,30	1,30
<b>E.T.T.M.</b>	70	45,0280	1,35	1,40	1,38

Tabla N° 34.- Propiedades físicas de las muestras tomadas en el E.E.T.M.

Masa de picnómetro lleno Fase Continua ( $m_{pcf} \pm 0,0001$ )gr	48,5730		
Masa de picnómetro lleno Fase Dispersa ( $m_{pdf} \pm 0,0001$ ) gr	45,0280		
Tiempo de escurrimiento Fase Continua Inicial ( $T_{edf} \pm 0,01$ )s	15,30	15,38	15,26
Tiempo de escurrimiento Fase Continua Final ( $T_{ecf} \pm 0,01$ )s	16,02	16,16	16,17
Tiempo de escurrimiento Fase Dispersa Inicial ( $T_{edi} \pm 0,01$ )s	40,62	40,50	40,91
Tiempo de escurrimiento Fase Dispersa Final ( $T_{edf} \pm 0,01$ )s	42,18	42,11	42,23
Tensión Interfacial entre las corrientes de alimentación ( $\sigma \pm 0,1$ )dina/cm (valor leído a corregir)	1,6		
Tensión Interfacial entre las corrientes de salida ( $\sigma \pm 0,1$ ) dina/cm (valor leído a corregir)	1,6		

Tabla N° 35.- Caudales a la salida de la fase continua y dispersa experimental en el E.E.T.M.

Caudal de Salida Fase Dispersa	Volumen (ml)	1060
	Tiempo (sg)	30,00
	$Q_{df}$ (l/min)	2,12
Caudal de Salida Fase Continua	Volumen (ml)	900
	Tiempo (sg)	30,00
	$Q_{cf}$ (l/min)	1,80

Tabla N° 36.- Datos para evaluar la retención de la fase dispersa experimental.

Altura del flotador (%)	28,0
Masa del recipiente paralelepipedo lleno ( $m_{RPleno} \pm 0,001$ ) Kg	7,250
Masa de picnómetro lleno ( $m_p \pm 0,0001$ )g	44,9542

**Tabla N° 37.- Datos para evaluar la retención en la inundación de la fase dispersa experimental.**

<b>Altura del flotador (%)</b>	0,0
<b>Masa del recipiente paralelepípedo lleno</b> <b>(<math>m_{RPleno} \pm 0,001</math>)Kg</b>	16,500
<b>Masa de picnómetro lleno</b> <b>(<math>m_p \pm 0,0001</math>)g</b>	44,9412

## 16.2. Hojas de datos experimentales de las pruebas de equilibrio a 20°C

### Experiencia 3

Tabla N° 38.- Datos requeridos para aplicar el método de cálculo.

Masa del picnómetro vacío (g)	AGUA				ÁCIDO SUCCÍNICO	
	Masa del picnómetro lleno (g)	Densidad (g/ml)	Masa Empleada (g)	Volumen Requerido (ml)		
43,0149	93,4121	1,0079	105,3	104,5		
Volumen del picnómetro (ml)	N-BUTANOL					
50	Masa del picnómetro lleno (g)	Densidad (g/ml)	Masa Empleada (g)	Volumen Requerido (ml)	Porcentaje a emplear	Masa de ácido requerida (g)
	83,8570	0,8168	105,3	128,9	0,9	1,9126

Tabla N° 39.- Datos de la Fase Acuosa requeridos para aplicar el método de cálculo.

Tiempo	Volumen de Muestra (ml)	Volumen de NaOH al 0,05N (ml)	Equivalentes de Ácido Succínico	Masa de ácido (g)	Concentración	Densidad (g/ml)	Porcentaje en peso (%)
5 horas	2,0	6,10	0,00031	0,0180	0,0090	1,0079	0,89
	2,0	6,30	0,00032	0,0186	0,0093	1,0079	0,92
6 horas	2,0	6,05	0,00030	0,0179	0,0089	1,0079	0,89
	2,0	6,00	0,00030	0,0177	0,0089	1,0079	0,88
7 horas	2,0	6,10	0,00031	0,0180	0,0090	1,0079	0,89
	2,0	6,15	0,00031	0,0182	0,0091	1,0079	0,90
	2,0	6,20	0,00031	0,0183	0,0092	1,0079	0,91
10 horas	2,0	6,15	0,00031	0,0182	0,0091	1,0079	0,90
	2,0	6,15	0,00031	0,0182	0,0091	1,0079	0,90
	2,0	6,15	0,00031	0,0182	0,0091	1,0079	0,90

Tabla N° 40.- Datos de la Fase Orgánica requeridos para aplicar el método de cálculo.

Tiempo	Volumen de Muestra (ml)	Volumen de NaOH al 0,05N (ml)	Equivalentes de Ácido Succínico	Masa de ácido (g)	Concentración	Densidad (g/ml)	Porcentaje en peso (%)
10 horas	2,0	5,70	0,00029	0,0168	0,0084	0,8168	1,03
	2,0	5,70	0,00029	0,0168	0,0084	0,8168	1,03

## 17. ANEXO 4: RESULTADOS INTERMEDIOS

### 17.1. Resultados de las Pruebas Experimentales

Tabla N° 41. Propiedades obtenidas para las diferentes muestra tomadas hasta alcanzar el E.E.T.M. de la corrida 5ADC ( $\lambda=1,50$ ).

Tiempo (min)	Fase Acuosa		Fase Orgánica	
	$\rho_c$ (gr/ml)	Concentración (% p/p)	$\rho_d$ (gr/ml)	Concentración (% p/p)
Inicial	0,9900	0,00	0,8450	0,956
0	0,9897	0,52	0,8465	0,017
7	0,9906	0,61	0,8461	0,028
14	0,9901	0,64	0,8465	0,042
21	0,9899	0,61	0,8462	0,056
28	0,9898	0,57	0,8459	0,066
35	0,9894	0,57	0,8461	0,077
42	0,9901	0,56	0,8458	0,084
49	0,9898	0,58	0,8460	0,089
56	0,9901	0,56	0,8459	0,089
63	0,9899	0,57	0,8465	0,091
70 (E.E.T.M.)	0,9908	0,57	0,8490	0,096

**Tabla N° 42. Composiciones de ácido succínico en las diferentes corrientes de la torre de extracción en el E.E.T.M.**

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Composición (%p/p)		
	Acuosa Salida Extracto	Orgánica Entrada	Orgánica Salida Refinado
0,35	0,18	0,97	0,003
0,35	0,16	1,02	0,005
0,45	0,22	1,00	0,007
0,55	0,22	1,00	0,003
0,55	0,23	1,00	0,004
0,75	0,39	1,02	0,004
1,20	0,39	1,05	0,010
1,50	0,57	0,96	0,10
1,50	0,71	1,02	0,12
2,00	0,79	1,04	0,30
2,00	0,77	0,99	0,32

**Tabla N° 43. Propiedades físicas promedio.**

Relación de fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ )	Fase Acuosa		Fase Orgánica	
	$\rho_c$ (gr/ml)	$\mu_c$ (Pa.s)	$\rho_d$ (gr/ml)	$\mu_d$ (Pa.s)
0,35	0,9887	1,102E-03	0,8449	2,455E-03
0,35	0,9870	1,104E-03	0,8400	2,450E-03
0,45	0,9905	1,027E-03	0,8382	2,374E-03
0,55	0,9888	1,037E-03	0,8433	2,266E-03
0,55	0,9881	1,030E-03	0,8390	2,287E-03
0,75	0,9884	1,164E-03	0,8427	2,698E-03
1,20	0,9889	1,234E-03	0,8439	2,778E-03
1,50	0,9900	1,183E-03	0,8464	2,716E-03
1,50	0,9919	1,105E-03	0,8626	2,545E-03
2,00	0,9895	1,128E-03	0,8449	2,527E-03
2,00	0,9881	1,102E-03	0,8433	2,455E-03

Tabla N° 44. Tensiones interfaciales experimentales primera ronda de corridas.

Primera Ronda de Corridas					
Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	Punto de Muestreo	Valor Leído (Dina/cm)	Valor Real (Dina/cm)	Tensión Interfacial (N/m)	Tensión Interfacial Corregida Promedio (N/m)
0,35	Tope	1,8	4,1	8,836E-04	8,863E-04
	Fondo	2,2	5,0	8,889E-04	
0,55	Tope	1,7	3,8	8,783E-04	8,826E-04
	Fondo	2,1	4,7	8,870E-04	
0,75	Tope	1,7	3,6	8,765E-04	8,780E-04
	Fondo	1,6	3,8	8,794E-04	
1,20	Tope	2	4,5	8,850E-04	8,813E-04
	Fondo	1,6	3,6	8,776E-04	
1,50	Tope	1,6	3,6	8,778E-04	8,782E-04
	Fondo	1,6	3,6	8,787E-04	
2,00	Tope	2,1	4,7	8,871E-04	8,824E-04
	Fondo	1,6	3,6	8,776E-04	

Tabla N° 45. Tensiones interfaciales experimentales segunda ronda de corridas.

Segunda Ronda de Corridas					
Relación de fases $\lambda (U_d/U_c)$	Punto de Muestreo	Valor Leído (Dina/cm)	Valor Real (Dina/cm)	Tensión Interfacial (N/m)	Tensión Interfacial Corregida (N/m)
0,35	Tope	1,5	3,4	8,742E-04	8,797E-04
	Fondo	2,0	4,5	8,853E-04	
0,45	Tope	2,1	5,1	8,882E-04	8,782E-04
	Fondo	1,2	3,1	8,682E-04	
0,55	Tope	2,0	4,5	8,830E-04	8,812E-04
	Fondo	1,7	3,8	8,795E-04	
1,50	Tope	2,3	5,2	8,895E-04	8,930E-04
	Fondo	2,6	5,9	8,966E-04	
2,00	Tope	2,0	4,5	8,846E-04	8,822E-04
	Fondo	1,7	3,8	8,798E-04	

### 17.2. Trazado de Etapas por el método de McCabe-Thiele

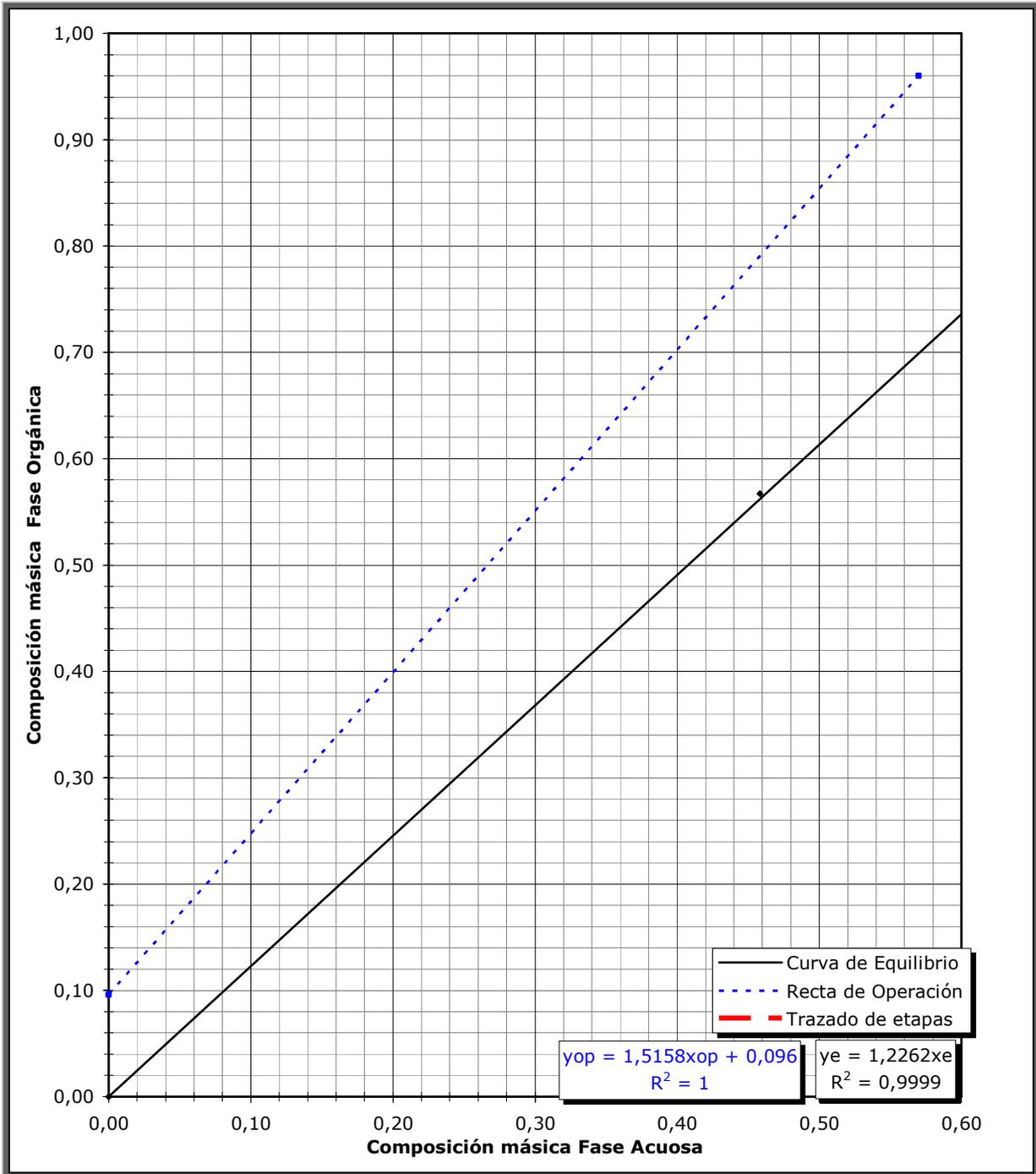


Figura N° 30.- Corrida #5ADC;  $\lambda=1,50$ . Trazado de Etapas por el método de McCabe-Thiele, del Sistema n-Butanol/Ácido Succínico/Agua a 28°C.

### 17.3. Resultados de las Pruebas de Equilibrio a 20°C

Tabla N° 46.– Valores de equilibrio obtenidos en las pruebas para el sistema n-butanol/ácido succínico/agua a 20°C.

Concentración de ácido empleada %	Composición másica Fase Orgánica (%)	Composición másica Fase Acuosa (%)
0,3	0,26	0,30
0,5	0,44	0,48
0,9	0,90	1,03

Tabla N° 47.– Valores de equilibrio obtenidos por otros investigadores<sup>[22]</sup> para el sistema n-butanol/ácido succínico/agua a 20°C.

Composición másica Fase Orgánica (%)	Composición másica Fase Acuosa (%)
0,68	0,50
1,31	1,00
1,89	1,50
2,44	2,00
3,01	2,50
3,61	3,00
4,13	3,50
4,68	4,00
5,22	4,50
5,76	5,00
6,28	5,50
6,80	6,00
7,37	6,50
7,87	7,00
8,45	7,50
8,87	8,00

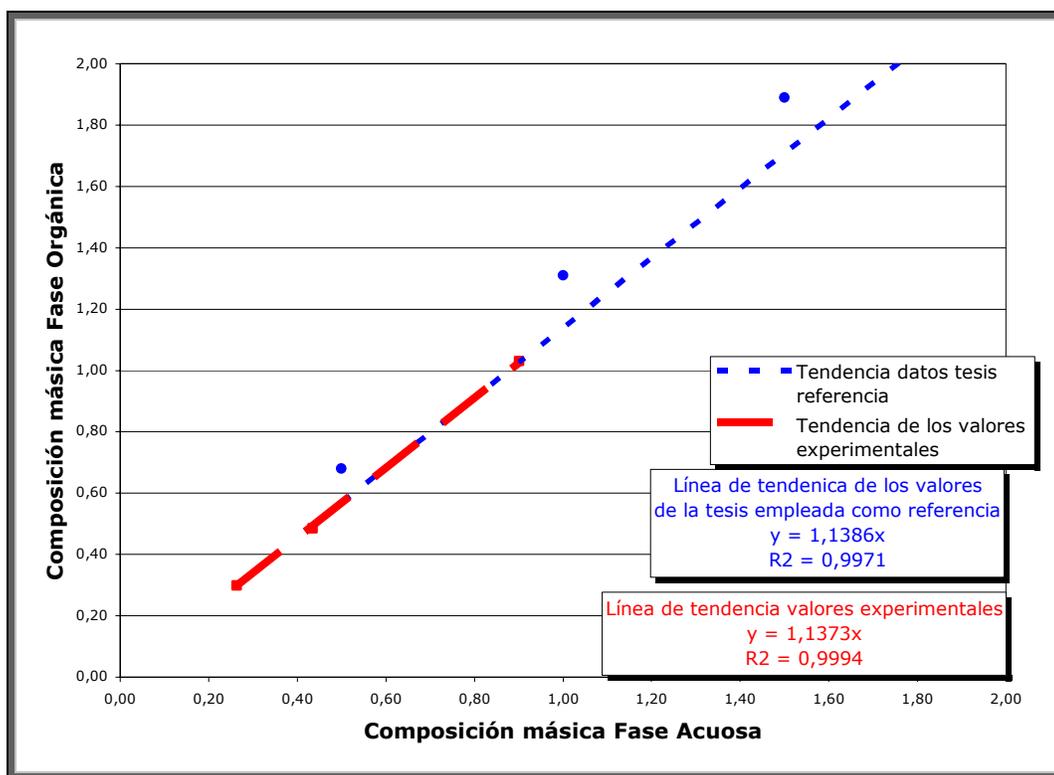


Figura N° 31.- Corroboración de los datos experimentales de la curva de equilibrio con los obtenidos por otros investigadores <sup>[22]</sup>.