

Universidad de San Carlos de Guatemala Facultad de Ingeniería Escuela de Ingeniería Química

CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO- LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL

Heidy Judith Mayorga León

Asesorado por el Ing. Jorge Emilio Godínez Lemus

Guatemala, noviembre de 2022

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO- LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA POR

HEIDY JUDITH MAYORGA LEÓN

ASESORADO POR EL ING. JORGE EMILIO GODÍNEZ LEMUS

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2022

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Kevin Vladimir Armando Cruz Lorente
VOCAL V	Br. Fernando José Paz González
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
EXAMINADORA	Inga. Adela María Marroquín González
EXAMINADOR	Ing. William Eduardo Fagiani Cruz
EXAMINADOR	Ing. Jorge Rodolfo García Carrera
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO- LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 8 de enero de 2021.

Heidy Judith Mayorga León

Ingeniero Williams Guillermo Álvarez Mejía DIRECTOR Escuela Ingeniería Química Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Le saludo cordialmente, deseándole éxitos en sus actividades. Por medio de la presente hago constar que he revisado y aprobado el Informe Final del trabajo de graduación titulado: CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO-LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL, elaborado por la estudiante de la carrera de Ingeniería Química, Heidy Judith Mayorga León, quien se identifica con el registro académico 2016-03131 y con el CUI 2995 89161 01 01.

Agradeciendo la atención a la presente, me suscribo de usted,

Atentamente,

Jorge Emillo Godínez Lemus ASESOR Ingeniero Químico Colegiado activo no. 874

Ing. Jorge Emilio Gostoas Lamaa INSENIERO QUIMOCO Colegiado 874

Edificio T-5, Ciudad Universitaria, Zona 12, Guatemala, Centroamérica EIQD-REG-TG-001

> Guatemala, 07 de septiembre de 2022. Ref. EIQ.TG-IF.022.2022.

Ingeniero Williams Guillermo Álvarez Mejía DIRECTOR Escuela de Ingeniería Química Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el registro de evaluación, correlativo **059-2020**, le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL

Solicitado por el estudiante universitario: Heidy Judith Mayorga León. Identificado con número de carné: 2995891610101. Identificado con registro académico: 201603131. Previo a optar al título de la carrera: Ingeniería Química. En la modalidad: Informe Final, Seminario de Investigación.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO-LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por:

Jorge Emilio Godínez Lemus, profesional de la Ingeniería Química

Habiendo encontrado el referido trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

DE GRADUACION Manuel Gilberto Galván trada

profesional de la Ingeniería COORDINADOR DE TERNA Tribunal de Revisión Trabajo de Graduación

C.c.: archivo







Edificio T-5, Ciudad Universitaria, Zona 12, Guatemala, Centroamérica EIQD-REG-SG-007

LNG.DIRECTOR.224.EIQ.2022

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor, el visto bueno del Coordinador de Área y aprobación del área de lingüística del trabajo de graduación titulado: CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO- LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL, presentado por: Heidy Judith Mayorga León, procedo con el Aval del mismo, ya que cumple con los requisitos normados por la Facultad de Ingeniería.

"Id y Enseñad a Todos"



Guatemala, noviembre de 2022.





Formando Ingenieros Químicos en Guatemala desde 1939



Decanato Facultad de Ingeniería 24189101-24189102 secretariadecanato@ingenieria.usac.edu.gt

LNG.DECANATO.OI.747.2022

La Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: CALIFICACIÓN DE DISEÑO, OPERACIÓN Y DESEMPEÑO DEL SISTEMA TERNARIO TOLUENO-AGUA-ÁCIDO ACÉTICO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO-LÍQUIDO EN UNA TORRE DE EXTRACCIÓN YORK-SCHEIBEL, presentado por: Heidy Judith después de haber culminado las revisiones previas Mayorga León, bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la LNI SIST impresión del mismo.

IMPRÍMASE:

UNVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMAL DECANA FACULTAD DE INGENIERÍA *

Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada

Decana

Guatemala, noviembre de 2022

AACE/gaoc

Escuelas: Ingeniería Civil, Ingeniería Mecánica Industrial, Ingeniería Química, Ingeniería Mecánica Eléctrica, - Escuela de Ciencias, Regional de Ingeniería Sanitaria y Recursos Hidráulicos (ERIS). Post-Grado Maestría en Sistemas Mención Ingeniería Vial. Carreras: Ingeniería Mecánica, Ingeniería Electrónica, Ingeniería en Ciencias y Sistemas. Licenciatura en Matemática. Licenciatura en Física. Centro de Estudios Superiores de Energía y Minas (CESEM). Guatemala, Ciudad Universitaria, Zona 12. Guatemala, Centroamérica.

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por darme sabiduría, fuerzas, entrega, disciplina y no dejarme sola de principio a fin en mi carrera universitaria.
Mi padre	Elman Mayorga, por enseñarme que todo en la vida se puede con esfuerzo y dedicación, y que la familia está por encima de cualquier cosa.
Mi madre	Haydeé León, por su apoyo incondicional, por demostrar el amor en los pequeños detalles y ser la persona que siempre ha estado presente.
Mi esposo	Erick Martínez, por ser la persona que me impulsa a seguir intentándolo y no dejarme dar por vencida, quien me levanta y me anima cuando todo se torna gris y quien me ha enseñado que el apoyo incondicional también es una manera de amar.
Universidad de San Carlos de Guatemala	Por darme la oportunidad de estudiar dentro de sus aulas y formarme como profesional.

AGRADECIMIENTOS A:

Asesor	Ingeniero Jorge Godínez, por su apoyo durante el transcurso del desarrollo de mi informe final.
Auxiliar de Laboratorio de Operaciones Unitarias	Pablo De León, por sus consejos y por ayudarme a darle mantenimiento a la torre de extracción York-Scheibel.
Mis amigos	Ana Escobar, Alejandra Cifuentes, Valeria Muñoz y Pablo Cardona, por su amistad, apoyo y por todo lo que logré aprender con cada uno.
Mi jefe	Jorge Luis Martínez, por haberme apoyado en el desarrollo de la fase experimental en horario laboral.
Mis profesores	Por compartir sus conocimientos y experiencias y formarme como profesional.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDI	CE DE ILL	JSTRACIO	NES	V
LIST	A DE SÍM	BOLOS		IX
GLO	SARIO			XI
RES	JMEN			XV
OBJE	TIVOS			۲UI
HIPĆ	TESIS			хіх
INTR	ODUCCIO	ÓΝ	x	XIII
1.	MARCO	CONCEP	TUAL	1
	1.1.	Antecede	ntes	1
	1.2.	Justificaci	ón	5
	1.3.	Determina	ación del problema	7
		1.3.1.	Definición	8
		1.3.2.	Delimitación	9
2.	MARCO	TEÓRICO)	. 11
	2.1.	Extracció	n líquido-líquido	. 11
		2.1.1.	Solvente de alimentación	. 12
		2.1.2.	Disolvente de extracción o solvente de proceso	. 12
		2.1.3.	Extracto y refinado	. 13
		2.1.4.	Fase dispersa y continua	. 13
		2.1.5.	Corriente cruzada y extracción a contracorriente	. 13
	2.2.	Aplicacior	nes de la extracción líquido-líquido	. 14
		2.2.1.	Aplicaciones en la industria metalúrgica	. 15
		2.2.2.	Aplicaciones en tratamiento de agua	. 16

	2.2.3.	Aplicacior	nes en la industria farmacéutica	16
	2.2.4.	Aplicacior	nes en la industria petroquímica	17
2.3.	Coorder	nadas triangi	ulares	18
	2.3.1.	Sistemas	de tres líquidos	19
		2.3.1.1.	Тіро І	20
		2.3.1.2.	Tipo II	21
		2.3.1.3.	Tipo III	22
	2.3.2.	Efecto de	la temperatura	23
2.4.	Naturale	eza de los re	activos	24
	2.4.1.	Análisis d	e riesgo por el uso de tolueno	25
	2.4.2.	Propiedad	des deseables de los solventes	27
		2.4.2.1.	Selectividad	27
		2.4.2.2.	Solubilidad mutua	28
		2.4.2.3.	Recuperabilidad	28
		2.4.2.4.	Diferencia de densidad	28
		2.4.2.5.	Tensión superficial	29
		2.4.2.6.	Viscosidad	29
		2.4.2.7.	Usos múltiples	30
		2.4.2.8.	Higiene industrial	30
		2.4.2.9.	Económico	30
2.5.	Torres of	le extracción	líquido- líquido	30
	2.5.1.	Torre de i	ociado	31
	2.5.2.	Torres en	npacadas	32
2.6.	Tipos de	e empaque		32
2.7.	Torre de	e extracción	agitada York-Scheibel	34
	2.7.1.	Curva de	solubilidad de extracto y refinado pa	ara
		extracciór	n de varias etapas a contracorriente	39
	2.7.2.	Método d	e Hunter Nash	39
	2.7.3.	Potencia	por etapa	42

	2.7.4.	Altura teórica de la torre de extracción	. 42
	2.7.5.	Método de McCabe-Thiele para determinar	
		eficiencia por etapa	. 45
METOD	OLOGÍA		. 49
3.1.	Variables		. 49
3.2.	Delimitaci	ón del campo de estudio	. 50
3.3.	Recursos	humanos disponibles	. 51
3.4.	Recursos	materiales disponibles	. 51
	3.4.1.	Reactivos	. 51
	3.4.2.	Instrumentos de medición	. 51
	3.4.3.	Equipo	. 52
	3.4.4.	Material de laboratorio	. 52
	3.4.5.	Cristalería	. 52
	3.4.6.	Equipo de protección personal	. 52
3.5.	Técnica c	ualitativa o cuantitativa	. 53
3.6.	Recolecci	ón y ordenamiento de datos	. 53
	3.6.1.	Método para la elaboración de la curva binodal de	
		solubilidad	. 54
	3.6.2.	Determinar los puntos de refinado y extracto en la	
		curva de binodal por medio del método gráfico de	
		Hunter-Nash	. 54
	3.6.3.	Eficiencia por etapa, potencia, porcentaje de	
		recuperación de ácido acético y altura teórica	. 55
3.7.	Análisis e	stadístico	. 57
	3.7.1.	Media aritmética	. 60
	3.7.2.	Varianza	. 60
	3.7.3.	Desviación estándar	. 61
3.8.	Plan de a	nálisis de los resultados	. 61

3.

	3.8.1.	Análisis de un dis	seño factorial	61
	3.8.2.	ANOVA		62
	3.8.3.	Prueba F		62
	3.8.4.	Programas para	utilizar en el análisis de datos	63
4.	RESULTADOS	3		65
5.	INTERPRETA	CIÓN DE RESULTADO	DS	75
CONC	LUSIONES			79
RECC	MENDACIONE	S		81
REFE	RENCIAS			83
APÉN	DICES			87
ANEX	0			153

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Representación esquemática de la extracción con disolvente	
	(distribución líquido-líquido)	. 12
2.	Corriente cruzada y extracción a contracorriente	. 14
3.	Coordenadas triangulares	. 19
4.	Sistema ternario tipo I, A y B parcialmente solubles	. 21
5.	Sistema ternario tipo II, A-B y B-C parcialmente solubles	. 22
6.	Sistema de dos líquidos parcialmente solubles A y B y un sólido C	. 23
7.	Efecto de la temperatura en equilibrios ternarios	. 24
8.	Tipos de empaque	. 33
9.	Diagrama esquemàtico de la torre de extracción agitada York-	
	Scheibel	. 34
10.	Torre de extracción agitada York-Scheibel de la patente de Estados	
	Unidos nùmero 2.850.362	. 36
11.	Torre de extracción agitada York-Scheibel de la patente de Estados	
	Unidos nùmero 3.389.970	. 37
12.	Diagrama de equipo de extracción líquido-líquido utilizando la torre	
	de extracción York-Scheibel del Laboratorio de Operaciones	
	Unitarias T-5	. 38
13.	Esquema de extracción a contracorriente en varias etapas	. 39
14.	Extracción a contracorriente en varias etapas con el método gráfico	
	de Hunter Nash	. 41
15.	Método de McCabe-Thiele para determinar la eficiencia de la torre	
	de extracción	. 46

VI

22.	Comportamiento de la eficiencia de etapa de la torre de extracción
	agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele en
	función del flujo de alimentación71

TABLAS

I.	Descripción de peligro para el tolueno25
II.	Descripción de peligro para el éter dietílico
III.	Variables independientes presentes en la experimentación
IV.	Variables dependientes presentes en la experimentación 50
V.	Magnitud y proporción recomendada por utilizar en el experimento
	de las variables independientes56
VI.	Dimensiones de la torre de extracción York-Scheibe57
VII.	Número de tratamientos y repeticiones para la construcción de la
	curva de equilibrio ternario líquido-líquido57
VIII.	Número de tratamientos y repeticiones para el flujo de refinado
	saliente de la torre de extracción York-Scheibel
IX.	Número de tratamientos y repetición para la altura teórica de la torre
	de extracción58
Х.	Número de tratamientos y repetición para la eficiencia de McCabe
	Thiele por cada flujo másico de alimentación
XI.	Número de tratamientos y repetición para el porcentaje de
	recuperación de ácido acético en el extracto
XII.	umero de tratamientos y repeticiones para la evaluación de la
	velocidad del impulsor en la extracción líquido-líquido60

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
AC	Ácido acético
н	Altura de unidad de transferencia
h	Altura efectiva de la torre de extracción
Z	Altura teórica de la torre de extracción
a	Área interfacial
т	Área transversal
К	Coeficiente global de transferencia de masa
Y	Concentración en equilibrio en área de extracto
X	Concentración en equilibrio en área de refinado
С	Crítico
<i>S</i> ²	Desviación estándar
Di	Diámetro impulsor
F	Distribución de Fisher
8	Eficiencia por etapa
1	Etapa 1
2	Etapa 2
E	Extracto
Μ	Flujo de mezcla
F	Flujo másico de alimentación
E	Flujo másico de extracto
R	Flujo másico de refinado
S	Flujo másico del solvente de proceso
0	Global

g	Gramo
Hi	Hipótesis alterna
Но	Hipótesis nula
kg	Kilogramo
m	Masa
\overline{x}	Media aritmética
m	Metro
mL	Mililitro
k	Número de factores
Ν	Número de unidad de transferencia
%	Porcentaje
%R	Porcentaje de recuperación
% (p/p)	Porcentaje peso a peso
% (v/v)	Porcentaje volumen a volumen
Р	Potencia
R	Refinado
rpm	Revoluciones por minuto
t	Transferencia
S	Varianza
ω	Velocidad del impulsor o agitación
V	Volumen de la muestra
W	Watt

GLOSARIO

- ComposiciónEl porcentaje de masa de cada elemento en elporcentualsistema.
- ConcentraciónCantidad de soluto por unidad de volumen o masa de
disolvente o de solución.

Coordenas triangularesSe utilizan extensamente en la bibliografía químicaequiláteraspara describir gráficamente las concentraciones en
sistemas ternarios.

- Curva binodal Línea de equilibrio para el sistema ternario, representada en un sistema de coordenadas triangulares, que indica el límite de las composiciones de las mezclas de los tres componentes del sistema, para las cuales el sistema es bifásico o monofásico. Esto es, una curva que divide en dos regiones al diagrama de equilibrio ternario; Una mezcla fuera de esta curva será una solución homogénea de una fase líquida. Una mezcla ternaria por debajo de la curva forma dos fases líquidas insolubles.
- Extracción aDos fases casi inmiscibles se ponen en contacto encontracorrientesentido opuesto para extraer el soluto de interés.

Extracción líquido-líquido	Operación unitaria de transferencia de masa, que consiste en la separación de una mezcla líquida (el soluto y el solvente de alimentación), se pone en contacto en un equipo de extracción con un tercer líquido (el solvente de proceso), el cual es inmiscible o casi inmiscible con el solvente de alimentación. Cuando lo líquidos entran en contacto, se trasfiere soluto del solvente de alimentación al solvente de proceso, se permite que la mezcla combinada se divida en dos fases.
Extracto	Producto final de la extracción que es rico en soluto.
Fase continua	Líquido acuoso.
Fase dispersa	Dispersión de líquido en pequeñas gotas en el seno de otro líquido con el que no es miscible.
Flujo de alimentación o fase ligera	Es la mezcla líquida entre un soluto y el solvente de alimentación.
Flujo de proceso o fase pesada	Es el solvente de proceso que extraerá el soluto del solvente de alimentación.
Miscibilidad	Capacidad de un líquido para mezclarse con otro líquido o disolverse en él.
Refinado	Líquido residual que contiene el soluto en bajas proporciones.

XII

Solución	Mezcla homogénea de dos o más sustancias.
Soluto	Líquido que se encuentra en menor proporción en una solución. Es miscible con el solvente de alimentación y el solvente de proceso.
Solvente	Líquido que se encuentra en mayor proporción en una solución.

RESUMEN

En esta investigación se calificó el diseño, operación y el desempeño del sistema ternario conformado por tolueno, ácido acético y agua en equilibrio líquido-líquido en la torre de extracción agitada York-Scheibel bajo diferentes condiciones de operación, tal como el flujo de la mezcla de alimentación, el flujo de solvente de proceso y velocidad de agitación.

La extracción se realizó a partir del contacto entre dos fases con diferencias en solubilidad, ingresando en la parte superior de la torre la fase pesada (ácido acético-agua), en contacto en contracorriente con la fase ligera (tolueno) que ingresó por la parte inferior de la torre, obteniendo en la práctica el peso de la corriente del extracto. A partir de balances de masa, se graficaron en la curva de solubilidad los puntos F, S, E1, Rn y M.

El equilibrio líquido en cada etapa de la torre fue analizado a partir de la composición porcentual en peso de refinado y extracto, estos puntos se obtuvieron a partir del método de Hunter Nash proyectado sobre la isoterma de equilibrio de inmiscibilidad para el sistema tolueno-ácido acético-agua, la cual se construyó a partir de diversas soluciones binarias de tolueno-agua agregando ácido acético para formar mezclas homogéneas.

De la misma manera se evalúo el número de etapas teóricas por medio del método de McCabe-Thiele que toma como base los datos obtenidos del método de Hunter Nash para proyectar la curva operativa, esto permite calificar la operación del sistema ternario en la torre de extracción, por otra parte, se calificó también la operación de la torre por medio del porcentaje de recuperación

XV

de ácido acético en las corrientes de extracto obtenidas, estableciendo de esta manera los mejores resultados de eficiencia y recuperación a partir de la operación de flujo de alimentación de 0.42 g/s.

Por último, se calificó el diseño de la torre de extracción por medio de la altura teórica, evaluada a partir de la altura de unidad de transferencia en la fase de refinado y el número de unidad de transferencia en la fase de refinado, siendo el último un parámetro importante de la separación deseada y del alejamiento del equilibrio termodinámico. Por otra parte, se realizó un análisis de varianza, con un nivel de significancia de 0.05 se determinó que las diferencias entre las medias del flujo de refinado y el volumen de ácido acético añadido son estadísticamente significativas.

A partir de las medias de las curvas binodal de refinado y extracto se determinó que, para la altura teórica, eficiencia, porcentaje de recuperación de ácido acético y potencia existen diferencias significativas de sus medias.

OBJETIVOS

General

Calificar el diseño, operación y desempeño del sistema ternario toluenoagua-ácido acético para determinar la distribución de la solubilidad en equilibrio líquido-líquido por cada etapa utilizando la torre de extracción agitada York-Scheibel bajo condiciones específicas de operación.

Específicos

- Construir la curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares, a partir de los datos experimentales obtenidos del sistema tolueno-agua-ácido acético estudiado utilizando el método gráfico de Hunter Nash a diferentes flujos de alimentación y solvente de proceso.
- Estudiar el comportamiento de la altura teórica de la torre en función del flujo másico de alimentación de la torre de extracción agitada York-Scheibel.
- Analizar el comportamiento de la eficiencia de etapa de la torre de extracción agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele en función del flujo de alimentación.
- 4. Estudiar el comportamiento del porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto en función del flujo másico de alimentación.

5. Determinar el comportamiento de la potencia de mezcla de la torre de extracción agitada York-Scheibel en función de la velocidad de agitación.

HIPÓTESIS

Hipótesis estadística

Hipótesis nula

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre el volumen de ácido acético añadido y la composición de mezcla de agua y tolueno.

$$\overline{V_{AC,1}} = \overline{V_{AC,2}}$$
$$F \leq F_c$$

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre el flujo másico de refinado saliente de la torre de extracción y el flujo másico de alimentación.

$$\overline{R_1} = \overline{R_2}$$
$$F \leq F_c$$

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre la altura teórica de la torre y el flujo de alimentación de la torre de extracción agitada York-Scheibel.

$$\overline{Z_1} = \overline{Z_2}$$

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre la eficiencia de etapa de la torre de extracción agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele y flujo de alimentación.

$\overline{\varepsilon_1} = \overline{\varepsilon_2}$

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre el porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto a diferentes fracciones másicas y la velocidad de agitación.

$\overline{\%R_{ac1}} = \overline{\%R_{ac2}}$

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre la potencia por etapa de mezcla de la torre de extracción y la velocidad de agitación.

$$\overline{P_1} = \overline{P_2}$$

Hipótesis alterna

Hi: existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre el volumen de ácido acético añadido y la composición de mezcla de agua y tolueno.

$$\overline{V_{AC,1}} \neq \overline{V_{AC,2}}$$
$$F > F_c$$

Hi: existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre el flujo másico de refinado saliente de la torre de extracción y el flujo másico de alimentación.

$$\overline{R_1} \neq \overline{R_2}$$
$$F > F_c$$

Hi: existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre la altura teórica de la torre y el flujo de extracto de la torre de extracción agitada York-Scheibel.

$$\overline{Z_1} \neq \overline{Z_2}$$

Hi: existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre la eficiencia de etapa de la torre de extracción agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele y flujo de alimentación.

$$\overline{E_1} \neq \overline{E_2}$$

Hi: existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre el porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto a diferentes fracciones másicas y la velocidad de agitación.

$$\overline{\%R_{ac1}} \neq \overline{\%R_{ac2}}$$

Hi: existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados entre la potencia por etapa de mezcla de la torre de extracción y la velocidad de agitación.

$$\overline{P_1} \neq \overline{P_2}$$
$$F > F_c$$

INTRODUCCIÓN

La extracción líquido-líquido es un proceso en el que un soluto particular se transfiere de una fase líquida en la que es miscible por contacto con otra fase líquida inmiscible (Asadollahzadeh et al., 2016). Si las sustancias que componen la solución original se distribuyen de manera distinta entre las fases líquidas, se puede lograr cierto grado de separación, que puede incrementarse mediante la interacción por contactos múltiples o agitación (Perry, 2008).

La extracción supone el uso de sistemas compuestos por tres sustancias como mínimo; aunque las fases insolubles difieren desde el punto de vista químico, en la mayoría de los casos los tres componentes aparecen en cierto grado en las dos fases (Treybal, 2000).

Un estudio de esta naturaleza plantea la búsqueda de certeza en la distribución de un soluto soluble entre dos solventes inmiscibles y la posibilidad de realizar la distribución al equilibrio liquido-líquido en la torre de extracción agitada York-Scheibel, la cual está conformada por una serie de secciones empaquetadas de malla de alambre tejido colocadas dentro de una columna vertical, con un impulsor ubicado en el centro entre cada sección, que opera con flujos en contracorriente (Perry,2008). Por la parte superior de la torre ingresa la fase pesada (mezcla de ácido acético y agua al 50 % p/p), y por la parte inferior la fase ligera (tolueno) en contracorriente.

El presente estudio permite determinar la composición porcentual en peso en equilibrio en cada etapa de la torre de extracción para graficar los puntos de refinado y extracto sobre la curva binodal, de esta manera, obtener la cantidad de etapas teóricas para poder llevar a cabo la extracción del soluto de interés, determinar la eficiencia global de la torre, la potencia requerida para operar, la altura teórica y lograr recuperar el mayor contenido de ácido acético posible.

La eficiencia de transferencia de masa de la columna de extracción York-Scheibel es alta y no se recomienda utilizar esta torre de extracción para sistemas que tienden a formar una emulsión (Houshyar et al., 2017). Estas columnas son capaces de operar con cualquier grado deseado de eficiencia en operaciones de pequeña y gran escala (Asadollahzadeh et al., 2020). La torre de extracción opera bajo condiciones que dependen de tres variables de control: la concentración de la alimentación, la velocidad de agitación y el flujo de la alimentación y solvente de proceso.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

Se han realizado diferentes investigaciones del estudio de equilibrio líquido- líquido utilizando la torre de extracción agitada York-Scheibel, el primer modelo de este equipo de extracción es de 1946 (Asadollahzadeh et al., 2020). A continuación, se presentan investigaciones realizadas en la última década.

En el año 2021, la revista Korean Journal of Chemical Engineering, publicò un articulo titulado Study on the feasibility of using a pilot plant scheibel extraction column for the extraction and separation of lanthanum and cerium from aqueous solution, realizado por un grupo de investigadores Asadollahzadeh, Torkaman y Torab-Mostaedi (2000) de la Escuela de Investigación de Materiales y Combustibles Nucleares, y el Instituto de Investigaciones de Ciencia y Tecnología Nucleares de Terán Irán. El estudio se basó en la extracción Lantano y Cerio de una solución acuosa a partir de D2EHPA. La columna de Scheibel de la planta piloto mostró buen desempeño en la extracción y separación de La (III) y Ce (III), con una eficiencia de extracción del 88.12 %, por otra parte, se obtuvo el efecto más significativo en la tasa de extracción de lantano y cerio con una velocidad de rotor de 128 rpm. Se concluyó que esta torre podría ser un buen equipo de extracción para alternativas de separación de elementos de esta naturaleza y de aguas residuales.

En el año 2021, se publicó el artículo Separation of acetic acid from water using organic solvents: liquid-liquid equilibrium thermodynamic investigation, en Physical Chemistry Research por Iranian Chemical Society. Este estudio fue elaborado por M. Mohadesia del Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Energía, Universidad Tecnológica de Kermanshah, Kermanshah, Irán y R. Rezaeib del Centro de Investigación de Catalizadores, Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad Razi, Kermanshah, Irán. El objetivo fue separar el ácido acético del agua utilizando diferentes solventes orgánicos, entre ellos el tolueno, este proceso fue analizado a varias temperaturas, la composición de los componentes en la fase acuosa y orgánica se determinó a partir de varios modelos matemáticos como NTRL y UNIQUAC.

En el año 2021, se publicó el artículo científico denominado *Compartment*model for the simulation of the separation performance of stirred liquid–liquidextraction columns, por AIChE Journal, realizado por Benedikt Weber y Andreas Jupke de la Universidad Técnica de Aquisgrán, Alemania. La investigación se basó en la simulación y evaluación detalladas de columnas de extracción agitadas por medio de CFD (dinámica de fluidos computacional por sus siglas en inglés), simulando la fase continua y el perfil de velocidad resultante es utilizado en el modelo de compartimento para simular el movimiento de caída, coalescencia, rotura y transferencia de masa para un número representativo de gotas (método Monte-Carlo), este modelo se aplica para la simulación en una torre de extracción tipo Kühni con el sistema ternario tolueno-agua-acetona a diferentes velocidades de agitación.

En el año 2019, la revista *Chemie-Ingenieur-Technik* publicó el artículo científico denominado *Performance map for the design of liquid-liquid extraction columns*, realizado por Benedikt Weber, Christian Meyer y Andreas Jupke. La investigación consistió en realizar aproximaciones de diseños de columnas de extracción líquido-líquido a partir de un modelo mediante HETS (equivalente a altura de etapa teórica), utilizando el sistema ternario tolueno-agua-acetona. El método se probará en diferentes columnas de extracción con diferentes sistemas

2
químicos, únicamente se ha realizado el estudio en columnas tipo Kühni donde los resultados fueron satisfactorios.

En el año 2017, la revista *Chemical and Petroleum Engineering*, publicó un artículo titulado *Prediction of dispersed phase holdup in scheibel extraction columns by a new correlation*, realizado por Shahrokh Houshyar, Meisam Torab-Mostaedi y Seyed Hamed Mousavi de la Universidad de Terán, Irán, el estudio se basó en tres sistemas químicos (tolueno / agua, acetato de butilo / agua y n-butanol / agua) para evaluar el comportamiento de extracción a partir de diferentes velocidades del rotor. Se encontró que al aumentar la velocidad del rotor en la columna de extracción Scheibel, las velocidades de las fases dispersas y continuas fueron efectivas en el área de interfase específicamente a 100 y 140 rpm.

En el año 2016, la revista International Journal of Engineering publicó un artículo titulado Studies of drop behavior and prediction of sauter mean drop diameter in various rotary agitated extraction columns, realizado por un grupo de investigadores conformado por: M. Asadollahzadeh, M. Torab-mostaediy R. Torkaman de la Escuela de Investigación del Ciclo del Combustible Nuclear e Investigación en Ciencia y Tecnología Nuclear de Terán, Irán. El estudio científico se basó principalmente en observar el comportamiento del diámetro promedio Souter de gota (diámetro de una esfera que tiene el mismo volumen o área superficial relación como una partícula de interés) en función de la velocidad del rotor, la velocidad de la fase dispersa, velocidad de la fase continua y la dirección de transferencia de masa utilizando varias columnas agitadas (RDC, ARDC, PRDC, Scheibel, Oldshue-Rushton y Kühni). Los sistemas ternarios analizados fueron tolueno-acetona– agua y acetato de n-butilo-acetona– agua. Se demostró que, a partir de un aumento en la velocidad de agitación, el tamaño de gota es más pequeño y que el tamaño de gota podría aumentar si existe un aumento

únicamente en la velocidad de la fase dispersa, manteniendo constante la velocidad de la fase continua.

En el año 2012, la revista *El Sevier* publicó un artículo denominado (*Liquid* + *liquid*) equilibria for the ternary (water + acetic acid + toluene) system at different temperatures: experimental data and correlation, realizado por el grupo de investigadores conformado por: Javad Saien , Maryam Mozafarvandi, Shabnam Daliri y Mahdi de la universidad de Bu-Ali Sina, Irán, el sistema fue investigado para ver el comportamiento del coeficiente de distribución a temperaturas de (288.2, 298.2 y 313.2) K, bajo presión atmosférica. Los resultados muestran que el coeficiente de distribución de ácido acético entre las fases orgánica y acuosa aumenta con el aumento de la temperatura, por otro lado, un factor de extracción máximo (aproximadamente 100) se logró para la fracción de masa en fase acuosa de soluto alrededor de 0.27 a T = 288.2 K.

En el año 2011, la revista *The Canadian Journal of Chemical Engineering,* publicó un artículo titulado *Prediction of enhancement factor for mass transfer coefficient in regular packed liquid–liquid extraction columns*, realizado por un grupo de investigadores Ahmad Rahbar, Zoha Azizi, Hossein Bahmanyar y Mohammad Ali Moosavian de la universidad de Tehran de Irán, el estudio se basó en desarrollar una correlación empírica para la predicción del factor de mejora de los coeficientes de transferencia de masa de fase dispersa utilizando una columna empacada usando tolueno/ácido acético/agua y acetato de nbutilo/ácido acético/ agua. Se determinó que el factor de mejora en función de la altura del empaque es un nuevo enfoque que puede ser una base conceptual para predicción del coeficiente de transferencia de masa. Este método puede ser usado para un diseño más preciso de columnas empaquetadas regulares.

En el año 2007, la Universidad de Leeds publicó un artículo titulado *Holdup measurement in a scheibel extraction column*, el objetivo principal fue observar los efectos de diferentes velocidades de flujo de fase y velocidad de rotación de 200 a 670 rpm de tres sistemas (benceno/agua, Metil-isobutil cetona/agua y queroseno /ácido nítrico). Los resultados muestran que el sistema de benceno/agua exhibe un mínimo de interacción a 550 revoluciones por minuto y que para los otros dos sistemas esto incrementa con la velocidad de rotación en un rango de 300-670 revoluciones por minuto. Esto está atribuido por una mayor tensión superficial entre el benceno y el agua comparado con los otros dos sistemas.

1.2. Justificación

En el curso de Laboratorio de Operaciones Unitarias II de la Universidad de San Carlos de Guatemala, se realizaba la práctica de extracción líquidolíquido utilizando el sistema ternario éter dietílico-ácido acético-agua, esto representaba un costo elevado para la elaboración del experimento, por lo tanto, se propone utilizar el sistema ternario tolueno-agua-ácido acético para dejarle al laboratorio el diagrama en coordenadas triangulares con la curva de equilibrio líquido-líquido y las curvas de calibración de los dos rotámetros por si en algún momento se decide retomar esta práctica, se escogió el solvente tolueno en lugar de éter dietílico debido a varios factores:

El costo por litro de tolueno es de Q 27.78 en el mercado y el éter dietílico tiene un costo por litro de Q 1,500.00, por lo tanto, la práctica de laboratorio tendría un costo 60 veces menor.

 La venta del éter dietílico es controlada, siendo un factor que no beneficia al estudiante para conseguir este reactivo.

- El éter dietílico en comparación del tolueno figura en la lista de substancias peligrosas ya que está sujeto a reglamentos de la Administración de Seguridad y Salud Ocupacional (OSHA, por sus siglas en inglés).
- Es un líquido inflamable, muy volátil y que puede formar peróxidos explosivos. Los vapores de este reactivo en el Laboratorio de Operaciones Unitarias pueden llegar a un punto de ignición debido a que la torre de extracción se encuentra a menos de 2 metros de distancia de la torre de destilación la cual utiliza resistencias eléctricas, siendo esto muy peligroso para el estudiante.

Acorde a los antecedentes, la extracción líquido-líquido es un tema de suma importancia en la Ingeniería Química, los estudios indican la importancia de esta operación unitaria aplicada a recuperación de un soluto en particular en sistemas ternarios. Los científicos e ingenieros están preocupados por el alcance y la dinámica de la distribución de diferentes solutos, orgánicos e inorgánicos, y su uso científico e industrial para la separación de mezclas de solutos (Rydberg et al., 2004).

Debido a la alta demanda de la industria petroquímica, farmacéutica, metalúrgica, entre otras, se ha generado un gran interés de investigar estos procesos de separación de componentes para purificación de mezclas. Muchos de los avances realizados en el campo de la destilación y la absorción se adaptaron fácilmente a la extracción líquido-líquido, debido a su similitud como otra operación basada en difusión.

En los años cincuenta, se realizaron dos de los primeros modelos de diseño para la torre de extracción agitada York-Scheibel, desde esa década, ha convenido realizar las investigaciones en este equipo de extracción, debido al moderado costo de inversión, bajo costo de operación, puede ser ajustado en la industria con facilidad, útil en sistemas con baja viscosidad y para sistemas con alta tensión interfacial (Perry, 2008).

Con base en los estudios previamente presentados, se ha demostrado que al aumentar la velocidad del rotor en la columna de extracción Scheibel, las velocidades de la ligera, alimentación o continua es efectiva en el área de interfase, esto se debe que a que el área abierta del empaque permite una mayor área de transferencia de masa, mientras que la agitación proporciona una mayor eficiencia (Perry,2008). La torre de extracción Scheibel es un equipo eficaz debido a la forma tan satisfactoria de purificar líquidos o recuperar componentes de soluciones acuosas (Asadollahzadeh et al., 2020).

El flujo de la fase ligera o alimentación también fue evaluado para establecer un rango específico de operación a partir de la atura teórica respecto a la real. Las columnas de extracción líquido-líquido a menudo están diseñadas aplicando modelos altura de las unidades de transferencia–número de unidades de transferencia (Weber et al., 2019). En este estudio se consideran estos parametros para determinar el diseño adecuado y variables de operación adecuadas en la torre de extracción.

1.3. Determinación del problema

La extracción líquido-líquido es una operación unitaria realizada en diferentes equipos de extracción para diversos procesos industriales. En este estudio se utilizó la torre agitada York-Scheibel ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias; Opera por contacto múltiple en contracorriente en un proceso continuo.

El enfoque de este proyecto se orienta a extraer el soluto (ácido acético), del tolueno por medio del solvente de proceso (tolueno), de modo que genere información pertinente del sistema propuesto al ser evaluado en este equipo bajo seleccionadas condiciones de operación. Por ejemplo, al aumentar la velocidad de agitación en la torre de extracción permite una mayor transferencia de masa del soluto en la alimentación a la fase pesada y el porcentaje de recuperación de ácido acético es mayor en el extracto debido a la afinidad del ácido acético con el agua.

Por otra parte, el comportamiento de la curva en un diagrama en coordenadas triangulares de este sistema es del tipo I, dado que, el tolueno y el ácido acético son totalmente miscibles en cualquier proporción, lo mismo ocurre con el agua y el ácido acético, sin embargo, el tolueno y el agua sólo son parcialmente miscibles entre sí, su finita miscibilidad ocasiona que se formen dos fases (Querales, 2018).

1.3.1. Definición

Para evaluar la extracción líquida en equilibrio en la torre de extracción agitada York-Scheibel. El flujo másico del solvente de proceso (tolueno), que por su densidad constituye la fase ligera, ingresa por la parte inferior de la torre. El flujo másico de agua y ácido acético, que constituye la alimentación a la torre que por su densidad constituye la fase pesada, ingresa por la parte superior fluyendo por gravedad en contracorriente con el solvente de proceso, se da la transferencia de masa del soluto la cual es más factible por medio de los empaques de la torre y la agitación mecánica de los impulsores, permitiendo obtener dos productos; el flujo másico de refinado (rico en tolueno), y el flujo másico del extracto (rico en ácido acético). A partir de estos flujos másicos obtenidos se realizan balances de masa y empleando el método gráfico de Hunter Nash se obtuvieron las composiciones porcentuales de refinado y extracto sobre la curva binodal que fue obtenida experimentalmente a partir de mezclas de tolueno-agua y agregando ácido acético hasta obtener mezclas homogéneas.

Se varió la velocidad de rotor para determinar si el porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto es mayor cuando esta variable aumenta y si varió el flujo de alimentación para determinar que la altura teórica de la torre y la real no tuvieran diferencias significativas y de esta manera comprobar que las variables de operación fueran las adecuadas.

1.3.2. Delimitación

En esta investigación se generaron datos a nivel laboratorio del sistema ternario en equilibrio líquido-líquido de tolueno-agua-ácido acético utilizando la torre de extracción agitada York-Scheibel con etapas múltiples que opera en proceso continuo a contracorriente. Las condiciones de variación son: velocidad de impulsor, flujo másico de la alimentación y flujo másico de solvente de proceso.

La construcción de la curva binodal se realizó en el Laboratorio de Fisicoquímica ubicado en el edificio T-5 de la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad de San Carlos de Guatemala el 30 de septiembre de 2021.

El equipo de extracción está ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad de San Carlos de Guatemala, el cual previo a realizar el experimento, se llevó a cabo un mantenimiento dado que el equipo tenía aproximadamente 10 años sin utilizarse. El mantenimiento se realizó en el período de septiembre-noviembre 2021, y puede dividirse en:

- Cambio de abrazaderas
- Cambio de manguera de Policloruro de Vinilo en todo el equipo
- Mantenimiento interno al regulador de velocidad con mecánico externo
- Cambio de aceite al motor
- Limpieza interna de tubería de acero inoxidable con desincrustante ácido
- Se realizó limpieza interna de los impulsores y se cambiaron los retenedores.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Extracción líquido-líquido

Treybal (2000) indica que "la extracción líquida, llamada algunas veces extracción con disolventes, es la separación de los componentes de una solución líquida por contacto con otro líquido insoluble" (p. 529).

El proceso de separación se da por las diferencias en las propiedades químicas de los componentes de la alimentación, diferencias de polaridad de los compuestos y el carácter hidrofóbico para separarlos. El equilibrio termodinámico permite que se dé la transferencia de componentes de una fase a otra, dependiendo de la naturaleza de las interacciones entre los componentes de la fase ligera y la fase pesada. Las diferencias en estas interacciones están determinadas por el potencial para separar los componentes (Perry, 2008).

El principio de extracción con solvente se ilustra en la figura 1. El decantador contiene dos capas o fases de líquidos, una que generalmente es acuosa y la otra generalmente es un solvente orgánico. En el ejemplo que se muestra, el solvente orgánico es más liviano, es decir, tiene una densidad más baja que el agua. El soluto, que inicialmente se disuelve en la alimentación, finalmente se distribuye entre las dos fases, cuando esto sucede la distribución alcanza el equilibrio, el soluto está en la concentración [A] ag, en la fase acuosa y en la concentración [A] org, en la capa orgánica (Rydberg et al., 2004).

Figura 1. Representación esquemática de la extracción con disolvente (distribución líquido-líquido)



Fuente: Rydberg, Cox, Musikas y Choppin. (2004). Solvent extraction principle and practice.

2.1.1. Solvente de alimentación

Perry (2008) establece que "el componente o componentes principales en la alimentación puede denominarse solvente de alimentación o solvente portador, los componentes que están en menor proporción se denominan solutos "(p.15-10). También puede denominarse fase más ligera.

2.1.2. Disolvente de extracción o solvente de proceso

Es el líquido inmiscible o parcialmente miscible agregado al proceso para crear una segunda fase líquida con el fin de extraer uno o más solutos de la alimentación. Este disolvente puede ser de una mezcla de distintos solventes, de igual forma, puede ser un líquido compuesto por un agente extractor disuelto en un diluyente líquido (Perry, 2008). Es considerado la fase más pesada.

2.1.3. Extracto y refinado

Después del contacto entre la alimentación y el disolvente se obtienen dos fases líquidas, denominadas: extracto (la más rica en disolvente), y refinado (la más pobre en disolvente). La palabra refinar originalmente referido a un producto refinado; sin embargo, se utiliza para describir la fase de alimentación después de la extracción, puede contener en bajas proporciones el producto deseado (Perry, 2008).

2.1.4. Fase dispersa y continua

La extracción líquido-líquido involucra el procesamiento de dos líquidos inmiscibles o parcialmente miscibles en forma de dispersión de gotas de un líquido, es decir, la fase dispersa, en este estudio es el tolueno, suspendido en otro líquido que corresponde a la fase continua que es el agua.

2.1.5. Corriente cruzada y extracción a contracorriente

La corriente o flujo cruzados de extracción, tal como muestra la figura 2, es una serie de etapas discretas en las que el refinado "R" de una etapa de extracción se pone en contacto con un disolvente adicional "S" en una etapa posterior.

La extracción a contracorriente, tal como se muestra en la figura 2 de lado derecho, es un esquema de extracción en el que entra el disolvente de extracción,

en la etapa contraria de donde está la alimentación "F", al ingresar las dos fases se cruzan en contracorriente. El objetivo es transferir uno o más componentes de la alimentación de solución "F" en el extracto "E". En comparación con la operación de corriente cruzada, la operación a contracorriente generalmente permite la operación con menos solvente (Perry, 2008).

Figura 2. Corriente cruzada y extracción a contracorriente



Fuente: Perry y Green. (2008). Manual del ingeniero químico. pp. 15-11.

2.2. Aplicaciones de la extracción líquido-líquido

En la extracción líquido-líquido es justo recuperar el disolvente, generalmente por destilación, para su reutilización y este proceso combinado es más complejo y, con frecuencia, más costoso que la destilación sola sin extracción. Sin embargo, la extracción líquido-líquido ofrece mayor flexibilidad en la selección de las condiciones de operación, ya que el tipo y cantidad de disolvente, así como la temperatura de operación, se puede variar de acuerdo con el fenómeno de estudio (McCabe, 1999). En la industria, se utiliza una gran variedad de diseños de equipos diferentes en los procesos de extracción. Las columnas de extracción generan una gran área interfacial con una transferencia de masa eficiente del soluto deseado entre los dos líquidos inmiscibles (Asadollahzadeh et al., 2016).

Treybal (2000) indica que para las soluciones más diluidas en las cuales el agua debe evaporarse por destilación, la extracción líquido-líquido es un método más económico, esto se debe a que el calor de evaporación de la mayoría de los disolventes orgánicos es menor que el del agua. Es recomendable aplicar este método frente a la destilación al vacío. La extracción también puede resultar a estudios que requieren de temperaturas muy bajas, para evitar la descomposición térmica.

La extracción líquido-líquido en comparación con otros métodos tecnológicos de separación regularmente depende de la concentración de soluto en la alimentación. La recuperación del ácido acético de soluciones acuosas es un ejemplo bien conocido. En este caso, la extracción generalmente es más económica que la destilación cuando se maneja a concentraciones bajas o soluciones diluidas en la alimentación o fase ligera, mientras que la destilación es más económica a concentraciones mayores (Perry, 2008).

2.2.1. Aplicaciones en la industria metalúrgica

Un aumento en el interés en la extracción de solventes ocurrió en las décadas de 1940 y 1950 por su aplicación para la producción de uranio y para la reprocesamiento de materiales nucleares irradiados en el proyecto Manhattan de EE. UU.

En 1942 fue construida la primera planta de extracción de solventes industriales para lograr purificar metales por la empresa Mallinckrodt Chemical

Co., St. Louis, para la producción de toneladas de uranio por extracción selectiva de nitrato de uranio por éter a partir de soluciones acuosas. Se logró el alto grado de pureza mayor al 99 % requerido para el uso de uranio en reactores nucleares.

Se introdujo la extracción con disolventes como separación y proceso de purificación en una gran cantidad de industrias químicas y metalúrgicas en 1950 y 1960. Por ejemplo, al lixiviar el mineral de cobre con ácido sulfúrico seguido de la extracción de esta solución con una hidroxiariloxima orgánica disuelta en queroseno, ahora se producen varios millones de toneladas de cobre (30 % de la producción mundial) anualmente (Rydberg et al., 2004).

2.2.2. Aplicaciones en tratamiento de agua

En el tratamiento del agua para eliminar trazas de orgánicos, cuando la concentración de impurezas en el alimento es mayor entre 20 a 50 ppm, la extracción líquido-líquido puede ser más económica que la adsorción de las impurezas mediante el uso de lechos de carbono, debido a que el mantenimiento debe realizarse periódicamente y puede requerir un reemplazo frecuente y costoso del adsorbente. A concentraciones más bajas de impurezas, la adsorción puede ser la opción más económica porque la vida útil del lecho de carbono es mayor (Perry, 2008).

2.2.3. Aplicaciones en la industria farmacéutica

La extracción en la industria farmacéutica se ha utilizado principalmente en el aislamiento de antibióticos del caldo de fermentación, en la preparación de vitaminas naturales y sintéticas, y en la preparación de medicamentos a partir de materiales naturales. Aun cuando la mayoría de los procesos utilizan la destilación o la evaporación para recuperar el disolvente a partir de las soluciones de los productos, obtenidas mediante extracción líquida, no es raro que el disolvente se recupere por extracción líquida. Un ejemplo típico es la recuperación de la penicilina a partir del caldo de fermentación acidificado, en el cual aparece por extracción con acetato de amilo como disolvente; luego se efectúa la desorción de la penicilina extrayéndola mediante una solución tampón acuosa. Entonces, el acetato de amilo se regresa a la primera extracción.

La extracción puede llevarse a cabo en un lote o secuencia de lotes por etapas, es decir, unidades de mezclador-sedimentador; sin embargo, la mayoría de las extracciones farmacéuticas se han realizado en unidades diferenciales. Los extractores centrífugos, en particular, de los cuales el extractor Podbielniak es quizás el ejemplo más conocido, se han relacionado íntimamente con el desarrollo de procesos comerciales de producción de antibióticos (Cowell,1997).

2.2.4. Aplicaciones en la industria petroquímica

El petróleo es una mezcla de miles de compuestos, principalmente de hidrocarburos de diferentes tipos. Estos son separados inicialmente por destilación, la separación con extracción líquido en los cuales los solventes preferiblemente disuelven varios de los componentes permite recuperar solventes y la sustancia que fue separada.

Perry (2008) afirma que una de las mayores aplicaciones de extracción líquido-líquido en términos del volumen total de producción mundial implica la extracción de compuestos aromáticos de mezclas de hidrocarburos en operaciones petroquímicas utilizando solventes polares de alto punto de ebullición. Se han desarrollado varios procesos para recuperar benceno, tolueno

y xileno (BTX), como materia prima para la fabricación de productos químicos o para refinar aceites de motor.

La extracción líquido-líquido también se puede usar para actualizar el aceite de motor usado; Se ha desarrollado un proceso de extracción que emplea un disolvente polar relativamente ligero tal como N, N-dimetilformamida o acetonitrilo para eliminar contaminantes polinucleares aromáticos y que contienen azufre.

2.3. Coordenadas triangulares

Los diagramas de fase se utilizan para mostrar datos de equilibrio líquidolíquido a través de un amplio rango de composición de cada uno de los componentes presentes en solución.

De acuerdo con la regla de fases, un sistema de trifásico a una temperatura y presión específica tiene dos grados de libertad, para que las fracciones molares de dos de los componentes, por ejemplo, xA y xB, puedan ser seleccionados a voluntad, el del tercero es dado por diferencia: xC=1-xA-xB (Rydberg et al., 2004).

Una propiedad importante de un triángulo rectángulo es que la suma de las distancias perpendiculares desde cualquier punto dentro del triángulo hasta cualquiera de los tres lados es igual a la altura del triángulo. Por lo tanto, la altura desde la base hasta el vértice representa la composición al 100 % y las distancias a los tres lados los porcentajes o fracciones de los tres componentes.

Cada vértice del triángulo en la figura 3 representa uno de los componentes puros. La distancia perpendicular desde cualquier punto, como el

punto K a la base AB, representa el porcentaje de C en la mezcla K; la distancia a la base AC, el porcentaje de B; la distancia a la base CB, el porcentaje de A, por lo tanto, la fracción másica de K es del 40 %. Un punto sobre un lado del triángulo simboliza una mezcla binaria. Por ejemplo, el punto D es una mezcla binaria que contiene 80 % de A, 20 % de B. Todos los puntos sobre la línea DC representan mezclas que contienen la misma relación de A hacia B y pueden considerarse como mezclas originalmente en D, al cual se le agregó C (Treybal, 2000).





Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa. p. 532.

2.3.1. Sistemas de tres líquidos

Los sistemas ternarios son clasificados de acuerdo con la miscibilidad o solubilidad de los componentes que lo constituyen, con base a esto, el comportamiento en un diagrama triangular es distinto e indica la afinidad de los componentes para el proceso que se realizará, y es recomendable antes de ejecutar un proceso de extracción líquido conocer el tipo de sistema a estudiar.

2.3.1.1. Tipo I

Tipo de sistema con un par de componentes del sistema ternario con miscibilidad limitada.

Algunos sistemas ternarios de este tipo son: agua(A)-cloroformo(B)acetona(C); benceno(A)-agua(B)-ácido acético(C). Las curvas de equilibrio se utilizan como isotermas. En la figura 4 se muestra que el líquido C se disuelve completamente en A y B, pero A y B solo se disuelven entre sí parcialmente, para dar lugar a las soluciones líquidas en L (rica en A) y en K (rica en B).

La curva LRPEK es la curva binodal de solubilidad, que indica el cambio en solubilidad de las fases ricas en A y B al agregar C. Una mezcla fuera de esta curva constituye a una fase homogénea. Una mezcla por debajo de la curva, como el punto M, forma dos fases líquidas insolubles saturadas de composiciones en el equilibrio, indicadas por R (rico en A) y E (rico en B), que forman las curvas de refinado y extracto. La línea RE que une estas composiciones en el equilibrio es una línea de unión, que pasa por el punto M (Treybal, 2000).

Figura 4. Sistema ternario tipo I, A y B parcialmente solubles



Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa. p. 535.

2.3.1.2. Tipo II

Tipo de sistema con dos pares de componentes del sistema ternario con miscibilidad limitada.

Perry (2008) específica que:

Para un sistema tipo II, el soluto tiene una solubilidad limitada en uno de los líquidos. Un ejemplo de un sistema tipo II es el sistema ternario MIBK (Metil Isobutil Cetona)-fenol-agua, donde MIBK - agua y fenol - agua son solo parcialmente miscibles (pp. 15-26).

Figura 5. Sistema ternario tipo II, A-B y B-C parcialmente solubles



Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa. p. 537.

En el diagrama mostrado en la figura 5, los puntos K y J representan las solubilidades de A y B y los puntos H y L las de los componentes B y C. Las curvas KRH (rica en A) y JEL (rica en B), son las curvas de solubilidad ternarias; las mezclas fuera de la curva de equilibrio entre estas curvas forman soluciones líquidas homogéneas de una sola fase. Las mezclas como M, dentro del área heterogénea, forman dos fases líquidas en el equilibrio en E y R, unidas en el diagrama mediante una línea de unión (Treybal, 2000).

2.3.1.3. Tipo III

Sistema conformado por dos líquidos parcialmente solubles y un sólido. Cuando el sólido no forma compuestos como hidratos con los líquidos, el sistema frecuentemente tiene las características de la isoterma de la figura 6; 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. Los compuestos A y B sólo son solubles al grado que se muestra en H y J. Las mezclas en las regiones AKLIH 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. 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.

Figura 6. Sistema de dos líquidos parcialmente solubles A y B y un sólido C





2.3.2. Efecto de la temperatura

Para mostrar en detalle el efecto de la temperatura, se requiere una figura tridimensional, como en la figura 6. En este diagrama la temperatura está graficada verticalmente; los triángulos representan las isotermas en secciones a través del prisma. La solubilidad del componente A y B aumenta con la

temperatura, A y B se disuelven completamente a la temperatura crítica de la solución.

El equilibrio ternario es influenciado cuando existen temperaturas más altas y aumenta la solubilidad de los componentes, esto se ve reflejado en las isotermas de la figura 6b, en la cual al aumentar la temperatura el área de heterogeneidad decrece y cambian las pendientes de las líneas de unión. Las operaciones de extracción líquida, que dependen de la formación de fases líquidas insolubles, deben llevarse a cabo a temperaturas inferiores a t4 (Treybal, 2000).

Figura 7. Efecto de la temperatura en equilibrios ternarios



Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa. p. 536.

2.4. Naturaleza de los reactivos

El tolueno y el ácido acético son totalmente miscibles en cualquier proporción, de la misma manera, el agua y el ácido acético son miscibles entre sí. Sin embargo, el tolueno y el agua son parcialmente miscibles entre sí. Es por lo que, este sistema se clasifica como tipo I, el comportamiento de la curva demuestra la afinidad del ácido acético con el agua (Querales, 2018).

El ácido acético es uno de los ácidos carboxílicos más importantes, empleado en muchas reacciones, incluida la síntesis de ésteres acéticos (Mohadesi y Rezaei, 2020). El ácido acético es miscible tanto en agua como en tolueno, dado que tiene un grupo polar (-COOH), y uno apolar (-CH3), en su composición molecular, logra crear puentes de hidrogeno con el agua y es soluble en la mayoría de las sustancias orgánicas.

El agua es una molécula polar y el tolueno es una molécula apolar, por lo tanto, estos tienen poca posibilidad de formar enlaces entre sí, lo que trae como consecuencia la miscibilidad parcial entre ellos.

2.4.1. Análisis de riesgo por el uso de tolueno

El tolueno es un líquido incoloro transparente con un olor característico. Es menos denso que el agua, inmiscible en ella y sus vapores son más densos que el aire.

Tabla I.Descripción de peligro para el tolueno

Seguridad	2
Inflamabilidad	3
Reactividad	0

Fuente: elaboración propia.

En comparación con el éter dietílico que es categorizado como extremadamente inflamable y que puede formar peróxidos explosivos, es una ventaja por temas de bioseguridad, por lo tanto, utilizar tolueno como solvente es la mejor opción.

Tabla II.Descripción de peligro para el éter dietílico

Seguridad	2
Inflamabilidad	4
Reactividad	0

Fuente: elaboración propia.

- Indicaciones de peligro
 - Líquido y vapores muy inflamables, la inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo.
 - Puede ser mortal en caso de ingestión y penetración en las vías respiratorias.
 - Irrita la piel.
 - Provoca irritación cutánea.
 - Puede provocar somnolencia o vértigo.
 - Puede provocar daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.
- Consejos de prudencia
 - Mantener alejado del calor, de superficies calientes, de chispas, de llamas abiertas y de cualquier otra fuente de ignición.

- Equipo de protección respiratoria: utilizar equipo de respiración con filtro de tipo N95, R100.
- Equipo de protección ocular: gafas de seguridad para químicos a prueba de polvo.
- Equipo de protección dérmica: use ropa protectora impermeable, incluyendo botas, guantes, bata de laboratorio, delantal o monos, según proceda, para evitar el contacto de la piel.
- Agentes extintores: use cantidades considerables de agua, polvo químico o CO₂.
- Medida en contra de vertido: usar agua en forma de rocío para reducir los vapores.
- Métodos y materiales para la contención y limpieza de vertidos: absorber con material inerte como arena o tierra.

La Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer External (IARC), determinó que el tolueno no es clasificable en cuanto a carcinogenicidad en seres humanos.

2.4.2. Propiedades deseables de los solventes

Las propiedades de un disolvente potencial se deben considerar antes de su utilización en un proceso de extracción líquido-líquido.

2.4.2.1. Selectividad

La efectividad del disolvente B para separar los componentes de una solución de A y C, se mide comparando la relación entre C y A en la fase rica en B con esa relación en la fase rica en A en el equilibrio (Treybal, 2000).

2.4.2.2. Solubilidad mutua

La baja solubilidad mutua del contacto líquido-líquido entre las fases de alimentación y solvente son deseables porque reduce la separación para eliminar solventes del extracto y refinado. Baja solubilidad del disolvente de extracción en la fase de refinado a menudo resulta en una alta volatilidad relativa para eliminar el solvente residual en un separador de refinado, lo que permite la desolventización de bajo costo del refinado (Perry, 2008).

2.4.2.3. Recuperabilidad

La recuperación se hace mediante otra de las operaciones unitarias, como lo es la destilación. Si se va a utilizar la destilación, el disolvente no debe formar un azeótropo con el soluto extraído; las mezclas deben tener una volatilidad relativa, mayor para que la recuperación no sea cara.

Treybal (2000) indica que:

La sustancia en el extracto ya sea disolvente o soluto, que está presente en la menor cantidad, debe ser la más volátil, con el fin de reducir los costos de calor. Si el disolvente se debe volatilizar, su calor latente de vaporización debe ser pequeño (p. 542).

2.4.2.4. Diferencia de densidad

Es necesaria una diferencia en las densidades de las fases líquidas saturadas, tanto para la operación con equipo por etapas como de contacto continuo. Cuanto mayor sea la diferencia tanto mejor (Treybal, 2000).

Por lo general una diferencia de densidad entre el solvente y las fases de alimentación del orden de 0.1 a 0.3 g /mL es deseable. Un valor demasiado bajo hace que el equilibrio líquido-líquido sea lento o deficiente en la separación de fases y puede requerir el uso de una centrífuga. Un valor que es demasiado alto hace que sea difícil construir una población de gotas dispersas de densidad para una buena transferencia de masa (Perry, 2008).

2.4.2.5. Tensión superficial

Rydberg (2004) indica que:

Los estudios de la tensión superficial de los componentes del sistema ternario son particularmente importantes porque pueden proporcionar Información útil sobre la concentración interfacial del extractante. La naturaleza hidrofóbica-hidrofílica simultánea de la extracción de reactivos tiene el resultado efecto de maximizar la afinidad del reactivo por la zona interfacial (p. 224).

2.4.2.6. Viscosidad

Se prefiere baja viscosidad ya que una mayor viscosidad no permite una buena transferencia de. Una temperatura elevada donde la viscosidad es significativamente menor promueve un rendimiento mayor de transferencia de masa. La baja viscosidad a temperatura ambiente también facilita transferencia de solvente del almacenamiento al equipo de proceso (Perry, 2008).

2.4.2.7. Usos múltiples

Es deseable usar como disolvente de extracción un material que puede servir para varios propósitos en la planta de producción que se maneje. Esto evita el costo de almacenar y manejar múltiples solventes. Eso puede ser posible usar un solo solvente para diferentes procesos de extracción practicados en la misma instalación, ya sea en diferente equipo operado al mismo tiempo o usando el mismo equipo en una serie de campañas de productos (Perry, 2008).

2.4.2.8. Higiene industrial

Disolventes con baja toxicidad son deseables. La tasa de absorción reduce el potencial de lesiones por exposición aguda. Se debe realizar una revisión exhaustiva de la literatura médica. para determinar problemas de toxicidad crónica. Medidas necesarias para evitar la inseguridad (Perry, 2008).

2.4.2.9. Económico

El solvente debe estar fácilmente disponible a un costo razonable. Las consideraciones incluyen el costo de llenado inicial, el costo de inversión asociado con el mantenimiento de un inventario solvente en la planta (particularmente cuando se usan extractores caros), entre otros. (Perry, 2008).

2.5. Torres de extracción líquido- líquido

Las torres de extracción se pueden subdividir según el método utilizado para promover contacto entre las fases: empaquetadas, aspersoras, placas, columnas agitadas mecánicamente. También se utilizan varios tipos de extractores centrífugos patentados (Coulson, 2005).

Los siguientes factores deben tenerse en cuenta al seleccionar un extractor para una aplicación particular:

- El número de etapas requeridas
- Los rendimientos
- Las características de asentamiento de las fases

2.5.1. Torre de rociado

Perry (2008) indica que "la torre de rociado es uno de los tipos de equipos más simples y antiguos utilizados para contactar dos fases líquidas en el flujo a contracorriente" (p.15-69).

Esta torre de extracción consiste en un recipiente vacío con un suministro en los extremos para introducir y separar los líquidos. Como el recipiente está vacío, el líquido se puede mover con libertad, y estas torres son las que peor se adecuan al mezclado axial, con ellas es difícil obtener mucho más del equivalente a una sola etapa. No se recomienda su uso. Se han utilizado mamparas horizontales para reducir el mezclado axial, pero apenas se consigue una mínima mejoría (Treybal, 2000).

Coulson (2005) afirma que "la eficiencia de una torre de rociado será baja, particularmente con columnas de gran diámetro, debido a la mezcla inversa. La eficiencia de la columna de rociado básica y vacía se puede mejorar instalando placas o empaquetaduras" (p. 623).

2.5.2. Torres empacadas

El empaque se utiliza en una torre de extracción para reducir la mezcla axial. El empaque también afecta el área interfacial y la transferencia de masa a través de su impacto en el recorrido y la ruta de flujo de las gotas dispersas (Perry, 2008).

El espacio vacío en el empaque está lleno con la fase pesada, que fluye en forma descendente. El resto del espacio vacío está lleno con gotas de la fase ligera, formadas en el distribuidor inferior, que ascienden a de la fase pesada y coalescen en la parte superior en una sola capa; forman así una interfase (Treybal, 2000).

2.6. Tipos de empaque

Los requisitos principales de un empaque son:

- Proporcionar un área de superficie grande
- Tiene una estructura abierta
- Promueva la distribución uniforme del líquido en la superficie de empaque

Se han desarrollado muchos tipos y formas diferentes de empaque para satisfacer estos requisitos. Se pueden dividir en dos grandes clases:

- Empaques con una geometría regular: como anillos apilados, rejillas y empaques estructurados patentados.
- Empaques aleatorios: anillos, monturas y formas patentadas, que se vierten en la columna y toma un arreglo aleatorio.

- La figura 8 muestra los distintos empaques, en los que se puede mencionar:
 - Anillos Rasching
 - Anillos Pall
 - Sillín de cerámica Berl
 - Sillín cerámico Intalox
 - Anillo de metal Pall
 - Sillín de plástico súper Intalox



Figura 8. **Tipos de empaque**

Fuente: Sinnott. (2005). Chemical Engineering Desing. p. 590.

2.7. Torre de extracción agitada York-Scheibel

La columna de extracción York-Scheibel es una columna de extracción agitada que consta de una zona de mezcla que contiene un tipo de turbina de álabes planos agitados y una zona de calma que contiene una malla de alambre o estructurado embalaje. La primera columna Scheibel se diseñó con siete mezcladores-decantadores, se utilizó a gran escala industrial en 1946. El diseño de esta columna requiere la determinación de las dimensiones principales, incluido el diámetro, la altura total, altura del empaque, entre otros (Mehdi Asadollahzadeh et al., 2020).

Figura 9. Diagrama esquemàtico de la torre de extracción agitada York-Scheibel



Fuente: Houshyar, Torab-Mostaedi y Mousavi. (2017). Prediction of dispersed phase holdup in scheibel extraction columns by a new correlation. Consultado el 22 de febrero de 2021.
Recuperado de https://www.academia.edu/37824240/Prediction_of_Dispersed_
Phase_Holdup_in_Scheibel_Extraction_Columns_by_a_New_Correlation.

El primer diseño de la torre de Scheibel (1958) consistió en una serie de secciones empaquetadas de malla de alambre tejido colocadas dentro de una columna vertical, con un impulsor ubicado en el centro entre cada sección y sin deflectores.

La segunda patente de Estados Unidos número 2.850.362, agregó particiones planas o deflectores a los extremos de cada sección empaquetada, y los impulsores estaban rodeados de deflectores estacionarios para dirigir el flujo de gotas descargadas desde las puntas del impulsor. La nueva disposición desconcertante mejoró la eficiencia, permitiendo el diseño de columnas de mayor diámetro con menos potencia de entrada y menor altura por etapa teórica (Perry, 2008).

Al aumentar el diámetro de la columna, el agitador se incrementa para mantener la eficiencia de la mezcla. El área de la sección transversal de cada etapa de flujo también aumenta. El aumento en el tamaño de cada etapa de flujo dentro de cada sección de mezcla requiere un aumento correspondiente en la altura de mezcla. La separación entre las fases líquidas debe comenzar a ocurrir a medida que los líquidos pasan de una sección a otra (Scheibel,1958).

Figura 10. Torre de extracción agitada York-Scheibel de la patente de Estados Unidos número 2.850.362



Fuente: Scheibel. (1958). Liquid-liquid extraction column having rotatable pumping impeller assewbles.

Un tercer diseño de Scheibel (patente de Estados Unidos número 3.389.970), eliminó el empaque de malla de alambre y suspendió el uso de deflectores e impulsores envueltos.

Las secciones empaquetadas fueron reemplazadas por secciones agitadas. Este diseño fue desarrollado porque las secciones empaquetadas de malla de alambre eran propensas a ensuciarse y difícil de limpiar. Un extractor Scheibel de este tipo es muy adecuado para manipular mezclas con alta tensión interfacial y poder ser diseñado con una gran cantidad de etapas.

No es adecuado para sistemas que tienden a emulsionarse fácilmente debido a la alta velocidad de corte generada por un impulsor rotativo.

Figura 11. Torre de extracción agitada York-Scheibel de la patente de Estados Unidos número 3.389.970



Fuente: Scheibel. (1958). Liquid-liquid extraction column having rotatable pumping impeller assewbles.

La columna Scheibel demostró ser uno de los extractores más eficientes en términos de altura de una etapa teórica; esto lo hace muy adecuado para aplicaciones que requieren una gran cantidad de etapas o están ubicadas en interiores con altura libre (Asadollahzadeh et al., 2020).

La alimentación o fase pesada ingresa por la parte superior de la torre de extracción York-Scheibel y el solvente de proceso ingresa por la parte inferior de la torre en contracorriente con la alimentación, por su densidad se considera la fase pesada. Se obtienen dos productos; el refinado que constituye la fase rica en disolvente y el extracto que constituye la fase rica en soluto y en solvente de proceso.

Las fases acuosa y orgánica son almacenadas en los respectivos tanques de suministro y bombeados en la columna cuando sea necesario (en el caso de la torre de extracción del Laboratorio de Operaciones Unitarias, los tanques de suministro están colocados en la parte superior de la torre). Un rotámetro es utilizado para ajustar el flujo de la fase pesada y otro para la fase ligera y, a su vez, un rotor para ajustar las velocidades de las fases pesada y ligera.

Esto se ilustra de una mejor manera en la figura 11, y se diagraman todas las entrada y salidas del extractor líquido, la fase pesada o solvente de proceso, la fase ligera o alimentación, el refinado y el extracto respectivamente.

Figura 12. Diagrama de equipo de extracción líquido-líquido utilizando la torre de extracción York-Scheibel del Laboratorio de Operaciones Unitarias T-5



Fuente: elaboración propia, realizado con LibreOffice Draw, 2018.
2.7.1. Curva de solubilidad de extracto y refinado para extracción de varias etapas a contracorriente

Las corrientes de la fase pesada o solvente de proceso (S) y ligera o alimentación (F) fluyen en contracorriente, por lo tanto, el extracto y refinado fluyen de etapa en etapa y proporcionan dos productos fínales, el refinado R_{Np} , y el extracto E_1 . Este tipo de operación requiere menos etapas para una cantidad dada de disolvente y se muestra en la figura 12.

Figura 13. Esquema de extracción a contracorriente en varias etapas



Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa.

Balance de masa para la etapa 1:

$$F + E_2 = R_1 + E_1$$

$$F - E_1 = R_1 - E_2$$
 (1)

2.7.2. Método de Hunter Nash

El tratamiento gráfico se desarrolla en la figura 13 sobre coordenadas rectangulares. La construcción del triángulo equilátero es idéntica al de coordenadas rectangulares. Un balance total de materia es:

$$F + S = R_N + E_1 = M \tag{2}$$

Donde:

F= flujo másico de la alimentaciónS= flujo másico del solvente de procesoM= flujo de mezcla

El punto M puede ubicarse sobre la línea FS a través de un balance para la sustancia C (soluto).

$$F_{XF} + S_{YS} = E, Y_1 + R_N X_n = M_{XM}$$
 (3)

$$X_{M} = \frac{F_{XF} + S_{YS}}{F + S}$$
(4)

Durante todo el análisis, a menos que se especifique lo contrario, X e Y se referirán a las concentraciones del soluto expresada como fracciones mol en el refinado y el extracto, respectivamente (Treybal. 1980).

La ecuación 2 indica que M debe caer sobre la línea $R_n E_1$, reordenando la ecuación 2:

$$R_N - S = F - E_r = P \tag{5}$$

En donde P, es el flujo neto saliente en la ultima etapa N_p .

La construcción gráfica de la curva se muestra en la figura 12. Utilizando el método de Hunter Nash (Treybal, 1963). Se establece ubicando los puntos F, S, M, R_n, E₁ y Δ R, una línea de unión desde E₁ proporciona R₁, puesto que tanto el refinado como el extracto están en equilibrio en la primera etapa ideal. Una línea desde ΔR a través de R_1 , proporciona cuando se extiende E_2 ; una línea de unión desde E_2 proporciona R_2 , entre otros. El valor mínimo posible de X_n , es el dado por el final rico en A de una línea de unión, que cuando se extiende pasa a través de S.

Figura 14. Extracción a contracorriente en varias etapas con el método gráfico de Hunter Nash



Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa.

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

2.7.3. Potencia por etapa

Para determinar la potencia por etapa de mezcla, Scheibel descubrió que la entrada de energía puede correlacionarse con:

$$P = 1.85\rho\omega^3 Di^5$$
 (6)

Donde P es la entrada de potencia por etapa de mezcla, Di es el diámetro del impulsor, ρ es la densidad media del líquido, y ω es la velocidad del impulsor (revoluciones por segundo), (Perry, 2008).

Con esta correlación es posible obtener la cantidad de energía por unidad de tiempo necesaria para llevar a cabo la extracción líquido- líquido de un sistema de componentes específicos y determinar el costo que se requiere en el proceso de estudio.

2.7.4. Altura teórica de la torre de extracción

Puesto que es diferencial el cambio de concentración con la altura de cualquiera de los líquidos al pasar a través de la torre de extracción, la altura de la torre se expresa no en función de las etapas o pasos, sino en función de las unidades de transferencia (Treybal, 1980).

Para el caso de absorción de gases, en donde el refinado (que corresponde al gas en la absorción de gases), se tienen los siguientes homólogos de las ecuaciones, para el cálculo de la altura y el número de unidades de transferencia, en este caso del refinado, serán los siguientes:

$$H_{tR} = \frac{R_T}{F_R.a} = \frac{R_T}{K_R.a.(1-x)_{iM}}$$
(7)

$$N_{tR} = \int_{X_2}^{X_1} \frac{dx}{x - x_i} + \frac{1}{2} \ln \frac{1 - x_2}{1 - x_i}$$
(8)

Donde:

 x_i = concentración de soluto en la interfase F_R ; K_R = coeficientes de transferencia para la fase de refinado H_{tR} = altura de la unidad de transferencia del refinado N_{tR} = número de las unidades de transferencia del refinado R_T = flujo de refinado por unidad de superficie

Si además se aplica el equivalente de la Ley de Henry, de forma que la curva de distribución en el equilibrio sea una línea recta que pase a través del origen (m= $\frac{y^*}{x}$, m = $\frac{y}{x^*}$ = const), se obtiene, con un procedimiento similar al que se utilizó previamente en el caso de la absorción de gases, en el cual el número de unidad de transferencia global para el refinado y extracto están determinadas de la siguiente manera:

$$N_{tOR} = \frac{\ln\left[\frac{x_1 - \frac{y_2}{m}}{x_2 - \frac{y_2}{m}} \left(1 - \frac{R}{mE}\right) + \frac{R}{mE}\right]}{1 - R/mE}$$
(9)

$$N_{tOE} = \frac{\ln\left[\frac{y_2 - mx_1}{y_1 - mx_1} \left(1 - \frac{mE}{R}\right) + \frac{mE}{R}\right]}{1 - mE/R}$$
(10)

En donde x^* es la concentración en equilibrio con y y y^* con la concentración en equilibrio con x y la concentración x_1 y x_2 son las concentraciones en equilibrio por etapa para refinado y y_1 y y_2 para extracto.

Generalmente, es necesario trabajar con coeficientes globales y unidades de transferencia globales de altura de unidad de transferencia, que son los siguientes:

$$Z = H_{tOR} * N_{tOR} = H_{tOE} * N_{tOE}$$
(11)

$$H_{tOR} = \frac{R_T}{K_{OR}.a}$$
(12)

$$H_{tOE} = \frac{E_T}{K_{OE}. a}$$
(13)

Donde:

$$\begin{split} H_{tOR} = & \text{altura de unidad de transferencia global para refinado} \\ H_{tOE} = & \text{altura de unidad de transferencia global para extracto} \\ N_{tOR} = & \text{número de unidad de transferencia global para refinado} \\ N_{tOE} = & \text{número de unidad de transferencia global para extracto} \\ Z = & \text{altura teórica de la torre de extracción York-Scheibel (m)} \\ R_T = & \text{flujo másico de refinado al atravesar la columna en función del área} \\ transversal de la torre (\frac{kg}{m^2s}) \\ E_T = & \text{flujo másico de extracto al atravesar la columna en función del área} \\ transversal de la torre (\frac{kg}{m^2s}) \end{split}$$

 $a = \text{área interfacial } (\frac{\text{m}^2}{\text{m}^3})$

 K_{OE} = coeficiente global de transferencia en el extracto $(\frac{kg}{m^2s})$ K_{OR} = Coeficiente global de transferencia en el refinado $(\frac{kg}{m^2s})$

Para calcular el coeficiente global de transferencia se tomará en cuenta la altura efectiva de la torre de extracción que viene dada por la ecuación 14 (Martínez y Rus, 2004).

$$h = \frac{R_{T}}{K_{OR} * a} * \int_{Y,s}^{Y,E} \frac{dY}{Y_{eq} - Y} \cong \frac{E_{R}}{K_{OR} * a} * \frac{Y_{E1,AC}}{\Delta Clm}$$
(14)

Donde:

$$\Delta Clm = \frac{\Delta C1 - \Delta C2}{\ln\left(\frac{\Delta C1}{\Delta C2}\right)}$$

Donde:

h = altura efectiva de la torre de extracción York-Scheibel $Y_{E1,AC}$ = fracción másica de soluto en la etapa 1 del extracto ΔClm = concentración en fracción peso logarítmica media $\Delta C1 = X_{R,AC}$ $\Delta C2 = X_{F,AC} - Y_{E1,AC}$

2.7.5. Método de McCabe-Thiele para determinar eficiencia por etapa

El método consiste en la concentración de soluto en las fases de extracto y de refinado, y el diagrama no muestra la concentración del diluyente en el extracto ni la concentración de disolvente en el refinado, seguidamente estos componentes menores de ambas fases se tienen en cuenta al determinar el flujo total de extracto y refinado, lo que afecta a la posición de la línea de operación.

Para aplicar el método de McCabe-Thiele a extracción líquido- líquido, los datos de equilibrio se representan por medio de una gráfica, donde la fracción másica de soluto en el extracto se representa como ordenada, y la fracción másica de soluto en la fase de refinado se representa como abscisa. Para un

sistema de tipo 1, la línea de equilibrio termina para composiciones iguales en el punto crítico.

La línea de operación para el diagrama de extracción expresa la relación entre la concentración que sale de una etapa determinada en la fase del refinado y en la etapa siguiente.

Los puntos extremos de la línea de operación están generalmente determinados por un balance global de materia, teniendo en cuenta los datos del equilibrio ternario. Debido a que disminuye la fase de refinado y aumenta la fase de extracto a medida que pasan a través de la columna, la línea de operación es curva.

El número de etapas ideales se determina entonces trazando escalones en la forma habitual. Se divide el número de etapas trazadas sobre las ideales para determinar la eficiencia. Se supone la fracción extraída o la composición del extracto y se construye la línea de la curva de equilibrio (McCabe,1998).

Figura 15. Método de McCabe-Thiele para determinar la eficiencia de la torre de extracción



Fuente: Treybal. (2000). Operaciones de transferencia de masa.

La curva de operación se graficará de la siguiente manera, trazando las siguientes coordenadas como lo muestra la figura 14: (X_{nd}, Y_s) , $(X_S, Y_{S+1}) y (X_F, Y_1)$.

Donde:

X_n = composición en peso respecto al soluto del refinado de la última etapa.

Y_s = composición en peso respecto al soluto en el solvente de proceso.

X_{S=} composición en peso respecto al soluto en la corriente de refinado en la etapa S.

 $Y_{s_{+1}}$ = composición en peso respecto al soluto en la corriente de extracto en la etapa S+1.

X_{F =} composición en peso respecto al soluto en la alimentación.

Y₁= composición en peso respecto al soluto en el extracto de la primera etapa.

3. METODOLOGÍA

3.1. Variables

Es necesario definir las variables presentes independientes y dependientes.

Tabla III.	Variables indeper	dientes presentes	en la experimentación
------------	-------------------	-------------------	-----------------------

Variable	Símbolo	Unidades	
Composición en	V	g (masa de ácido acético)	
peso de soluto	$\Lambda_{F,AC}$	g (masa de la mezcla binaria)	
Composición en	V	g(masa de tolueno)	
peso de solvente	Λ_S	g(masa de la mezcla binaria)	
Velocidad de		Pom	
agitación	ω	Крш	
Flujo másico de la	E	kg	
alimentación	I	S	
Flujo másico del	6	kg	
solvente de proceso	3	S	
Tiempo de toma de	+	2	
muestra	ι	3	

Variable	Símbolo	Unidades	
Flujo másico del	F	kg	
extracto	E	S	
Flujo másico del	D	kg	
refinado	ĸ	s	
Porcentaje de			
recuperación de	%R	% g (masa de soluto en el extracto)	
soluto		g (masa de soluto en la alimentación	
		<u></u>	
Densidad	ho	mL	
Potencia	Р	W	

Tabla IV. Variables dependientes presentes en la experimentación

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación del campo de estudio

La calificación de diseño, operación y desempeño del sistema ternario en equilibrio líquido- líquido se realizó en la torre de extracción agitada York-Scheibel, ubicada en el laboratorio de Operaciones Unitarias de la Escuela de Ingeniería química de la Universidad de San Carlos de Guatemala y la elaboración de la curva binodal se realizó en el laboratorio de fisicoquímica ubicado en el edificio T-5 de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad San Carlos de Guatemala.

3.3. Recursos humanos disponibles

El personal involucrado en la ejecución, elaboración, supervisión y revisión del estudio son:

- Investigador: Heidy Judith Mayorga León
- Asesorado por: Ingeniero Químico, Jorge Emilio Godínez Lemus, colegiado No.874.

3.4. Recursos materiales disponibles

Según la metodología experimental propuesta, se utilizarán los siguientes equipos y materiales.

3.4.1. Reactivos

- Tolueno
- Agua desmineralizada
- Ácido acético
- Hidróxido de sodio

3.4.2. Instrumentos de medición

- Balanza analítica
- Cronómetro
- Termómetro digital
- Cinta métrica
- Vernier

3.4.3. Equipo

• Torre de extracción agitada York-Scheibel

3.4.4. Material de laboratorio

- Piseta de polietileno
- Soporte universal
- Pinza metálica para bureta

3.4.5. Cristalería

- Erlenmeyer de 50 mL
- Pipeta serológica de 10 mL
- Bureta de 50 mL
- Beaker tipo pírex de 50, 250 y 1000 mL
- Probeta de 10 mL

3.4.6. Equipo de protección personal

- Botas de seguridad
- Bata
- Guantes de neopreno
- Guantes de látex
- Mascarilla química
- Lentes de protección

3.5. Técnica cualitativa o cuantitativa

Esta investigación tiene un enfoque mixto. La técnica cuantitativa se utilizará para la recolección de datos y aceptar/rechazar las hipótesis planteadas con base en la medición numérica de todas las pruebas realizadas al flujo de alimentación, solvente de proceso, extracto y refinado. Se aplicará el análisis matemático y balances de masa para determinar el porcentaje de recuperación de soluto en el extracto, la altura teórica de la torre, eficiencia de la torre de extracción y potencia requerida por corrida. Por otro lado, tiene un enfoque cualitativo debido a que se espera que el comportamiento del sistema ternario sea del tipo I en el diagrama en coordenadas triangulares, de esta manera, poder graficar las composiciones porcentuales de refinado por el método de Hunter-Nash (mezcla de tolueno y ácido acético en menor proporción) y extracto (mezcla de agua y ácido acético en mayor proporción).

3.6. Recolección y ordenamiento de datos

Para evaluar el equilibrio líquido-líquido del sistema tolueno-agua-ácido acético a temperatura ambiente es imprescindible analizar los dos productos obtenidos de la torre de extracción, el refinado y el extracto, estas soluciones serán sujetas a un análisis de balances de masas y utilizando el método de Hunter-Nash para elaborar la curva binodal para las etapas en equilibrio tanto de extracto como refinado, a su vez, observar el efecto del flujo másico del extracto en la determinación de la altura teórica de la torre de extracción y como la velocidad de agitación mecánica en el proceso de extracción del soluto de interés permite evaluar la eficiencia por etapa y la potencia requerida.

3.6.1. Método para la elaboración de la curva binodal de solubilidad

Para determinar la curva de solubilidad se empleará el método discontinuo para tomar este parámetro como referencia:

- Preparar mezclas de agua y tolueno que contengan 5, 10, 15, 30, 60, 80, 90 y 95 % (v/v) de agua. El volumen total de cada mezcla debe ser de 10 mL, cada mezcla se colocará en un Erlenmeyer de 50 mL.
- Agitar las mezclas, se producirá una turbidez, pero las dos fases se vuelven a separar.
- Añadir con una bureta ácido acético hasta que en la mezcla desaparezca la turbidez.
- Anotar el volumen de ácido acético requerido en cada muestra.
- Construir la curva binodal con la composición peso a peso de cada componente en cada mezcla.

3.6.2. Determinar los puntos de refinado y extracto en la curva de binodal por medio del método gráfico de Hunter-Nash

- La torre de extracción agitada York-Scheibel trabaja en contracorriente con el flujo de la alimentación y el solvente de proceso, para operar la columna, es necesario realizar una curva de calibración para cada rotámetro, de esta manera se determinará el flujo de operación de cada mezcla.
- Para la experimentación se prepararán soluciones de ácido acéticotolueno a diferentes composiciones porcentuales en peso, siendo estas mezclas la alimentación a la torre de extracción, por otra parte, el solvente de proceso extraerá el soluto del tolueno a través de la columna de

extracción, facilitando la transferencia de masa el área abierta del empaque de malla de alambre en cada etapa de la columna hasta obtener el extracto que saldrá por la parte inferior de la torre y el refinado que saldrá por la parte superior de la torre.

- Operar la torre de extracción con un flujo másico de alimentación al 50 % (p/p), de tolueno-ácido acético y solvente de proceso agua con lectura de medición de cada rotámetro como se indica en la curva de calibración.
- El tiempo de recolección de ambos subproductos (refinado y extracto), fue de 1 minuto.
- Determinar los puntos de equilibrio para el refinado y extracto sobre la curva de solubilidad por medio del método de gráfico de Hunter-Nash, de los pasos descritos en el marco teórico en la sección 2.7.2.
- Este método permite determinar las concentraciones en equilibrio para cada etapa tanto para refinado como extracto, permitiendo de esta manera, utilizar los datos obtenidos para analizar los demás objetivos de esta investigación.

3.6.3. Eficiencia por etapa, potencia, porcentaje de recuperación de ácido acético y altura teórica

En este estudio se evalúa primordialmente la operación de la torre de extracción respecto a el porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto, la potencia y la eficiencia de la torre de extracción en función de la velocidad del impulsor o velocidad de agitación.

Por otra parte, se evalúa el diseño de la torre en función del flujo del extracto para determinar la altura de la torre teórica y de acuerdo con un análisis de error entre la altura teórica y real de la torre, se podrá determinar el flujo óptimo de la alimentación de la torre.

A continuación, se presentan valores recomendados de las variables de operación en el experimento de investigaciones previas en artículos científicos.

Tabla V.Magnitud y proporción recomendada por utilizar en elexperimento de las variables independientes

Variable	Magnitud/proporción	
Velocidad de agitación (rpm)	80,100,120,140 y 160	
Altura de rotámetro para la alimentación y solvente	20,40,60,80 y 100	
de proceso (unidades)		
Franción másica da ácida acática/taluana	0,1, 0,2, 0,3 ,0,4 ,0,5 ,0,6, 0,7,	
Fracción másica de acido acelico/toldeno	0,8 y 0,9	

Fuente: Houshyar, Torab-Mostaedi y Mousavi. (2017). Prediction of dispersed phase holdup in scheibel extraction columns by a new correlation. Consultado el 25 de febrero de 2021.
 Recuperado de https://www.academia.edu/37824240/Prediction_of_Dispersed_
 Phase_Holdup_in_Scheibel_Extraction_Columns_by_a_New_Correlation.

Las dimensiones de la torre de extracción para poder llevar a cabo los cálculos respectivos se detallan en la tabla IV.

Tabla VI. Dimensiones de la torre de extracción York-Scheibe

Parte del equipo	Dimensiones de la torre
Diámetro interno de la columna (cm)	2.70
Diámetro del impulsor (cm)	1.00
Altura efectiva de la columna (cm)	122
Etapas teóricas	11

Fuente: elaboración propia.

3.7. Análisis estadístico

El análisis estadístico es un método que ayuda a la interpretación del comportamiento de los datos.

Tabla VII.Número de tratamientos y repeticiones para la construcciónde la curva de equilibrio ternario líquido-líquido

Factores: Volumen de ácido acético.	V _{ac,1} , V _{ac,2} , V _{ac,3} V _{ac,4} , V _{ac,5} , V _{ac,6} V _{ac,7} , V _{ac,8}	Número de niveles:	8
Número de tratamientos		8	
Número de repeticiones		3	
Total, de unidades experimentales		24	

Tabla VIII.Número de tratamientos y repeticiones para el flujo derefinado saliente de la torre de extracción York-Scheibel

Factores:			
Velocidad del		Número de	_
impulsor (rpm)	$R_1, R_2, R_3, R_4 Y R_5$	niveles:	5
Número de tratamientos		5	
Número de repeticiones		3	
Total, de unidades experimentales		15	

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX.Número de tratamientos y repetición para la altura teórica de
la torre de extracción

Factores:		Número de	_
Volumen de ácido acético.	$Z_1, Z_2, Z_3, Z_4 Y Z_5$	niveles:	5
Número de tratamientos		5	
Número de repeticiones		3	
Total, de unidades experimentales		15	

Tabla X.Número de tratamientos y repetición para la eficiencia deMcCabe Thiele por cada flujo másico de alimentación

Factores:		Número de	_
Volumen de ácido acético.	ε ₁ , ε ₂ , ε ₃ , ε ₄ , y ε ₅	niveles:	5
Número de tratamientos		5	
Número de repeticiones		3	
Total, de unidades experimentales		15	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XI.Número de tratamientos y repetición para el porcentaje de
recuperación de ácido acético en el extracto

Factores: Volumen de ácido acético.	%R _{AC1} , %R _{AC2} , %R _{AC3} , %r _{AC4} Y %r _{AC5}	Número de niveles:	5
Número de tratamientos		5	
Número de	e repeticiones	3	
Total, de unidad	les experimentales	15	

Tabla XII.Número de tratamientos y repeticiones para la evaluación dela velocidad del impulsor en la extracción líquido-líquido

Factores: Velocidad del impulsor (rpm)	$\omega_1, \omega_2, \omega_3, \omega_4, \omega_5$	Número de niveles:	5
Número de tratamientos		5	
Número de repeticiones		3	
Total, de unidades experimentales		15	

Fuente: elaboración propia.

3.7.1. Media aritmética

La media aritmética de un conjunto de valores {x1, x2, ..., xi} de una variable x viene determinada por la suma de dichos valores, dividida por el número de la muestra (n), representada matemáticamente de la siguiente forma:

$$\bar{\mathbf{x}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \mathbf{x}_{i}}{n} \tag{15}$$

Donde:

n: tamaño de la muestra.

3.7.2. Varianza

Es la media de las desviaciones (x) al cuadrado respecto a la media aritmética (\bar{x}) de una distribución estadística.

$$S^{2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\bar{x} - x_{i})^{2}}{n - 1}}$$
(15)

3.7.3. Desviación estándar

La desviación estándar es la raíz cuadrada positiva de la varianza.

$$S = \sqrt{S^2} \tag{16}$$

3.8. Plan de análisis de los resultados

El análisis de los resultados se realizará utilizando métodos gráficos, para poder determinar el comportamiento del sistema ternario evaluado bajo condiciones de operación en un diagrama en coordenadas triangulares, el comportamiento de la eficiencia de etapa, porcentaje de recuperación de ácido acético y potencia en función de la velocidad de agitación y por último la altura teórica de la torre en función del flujo de alimentación.

Los datos obtenidos se evaluarán mediante análisis de varianza (ANOVA) al 95 % de nivel de confianza (supuestos: normalidad, varianza constante e independencia) (Narenderan et al., 2019).

3.8.1. Análisis de un diseño factorial

En el análisis del diseño factorial se investigarán todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores, para examinar las interacciones entre ellos por medio del programa estadístico InfoStat. El diseño factorial se puede denotar por 2^k donde k es el número de factores estudiados y el número la cantidad de niveles o variaciones del factor (Narenderan et al., 2019). Con el aumento del número de factores, hay un aumento en el número de experimentos.

3.8.2. ANOVA

Los análisis de la varianza (ANOVA por sus siglas en inglés, Analysis of Varience), evalúan la importancia de uno o más factores al comparar las medias de la variable de respuesta en los diferentes niveles de los factores. La hipótesis nula establece que todas las medias de la población (medias de los niveles de los factores), son iguales mientras que la hipótesis alternativa establece que al menos una es diferente.

3.8.3. Prueba F

En muchos casos es importante comparar las desviaciones estándar, es decir, los errores aleatorios de dos conjuntos de datos. Esta comparación, como, puede tomar dos formas. Se puede pretender probar si el método A es más preciso que el método B (es decir, un contraste de una cola), o si los Métodos A y B difieren en su precisión (es decir, un contraste de dos colas).

Miller (2002) establece que "En la prueba *F* se considera la razón de dos varianzas muestrales, es decir, la razón de los cuadrados de las desviaciones estándar" (p. 15).

Para probar si es significativa la diferencia entre dos varianzas muestrales, esto es, para probar Ho = $\alpha_1^2 = \alpha_2^2$, se calcula el estadístico F:

62

$$F = \frac{{S_1}^2}{{S_2}^2}$$
(17)

Donde:

1 y 2 se disponen en la ecuación de modo que *F* sea siempre \geq 1.

El número de grados de libertad del numerador y denominador son n1-1 y n2-2, respectivamente. El contraste supone que las poblaciones de donde se extraen las muestras son normales.

Si la hipótesis nula es verdadera entonces la relación de varianzas debería ser próxima a 1. Si el valor calculado de F supera un cierto valor crítico entonces se rechaza la hipótesis nula. Este valor crítico (F_c) de F depende del tamaño de las dos muestras, del nivel de significación y del tipo de contraste realizado. Los valores de F_c para una probabilidad de 0.05 vienen dados en el anexo 1.

Por lo tanto:

Si $F \le F_c$: No existe variabilidad significativa Si $F > F_c$: Sí existe variabilidad significativa

El análisis estadístico está representado en el apéndice 8.

3.8.4. Programas para utilizar en el análisis de datos

 Microsoft Excel 2016, a utilizar para la realización de los cálculos, tablas y análisis de varianza.

- Microsoft Word 2016, a utilizar para la agrupación de la información gráfica e interpretación de resultados.
- InfoStat 2017, a utilizar para los análisis estadísticos.
- ProSim Ternary Diagram, a utilizar para la elaboración de la curva de equilibrio líquido-líquido.
- LibreOffice Draw, a utilizar para elaborar el diagrama de equipo.
- Mendeley, a utilizar para gestionar las referencias bibliográficas.

4. **RESULTADOS**

A continuación, se presenta una serie de figuras donde son propuesto los resultados.

Figura 16. Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.22 g/s, flujo de solvente de 0.20 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm



Fuente: elaboración propia, realizado con ProSim Ternary Diagram 2020.

Figura 17. Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.32 g/s, flujo de solvente de 0.29 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm



Fuente: elaboración propia, realizado con ProSim Ternary Diagram 2020.

Figura 18. Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.42 g/s, flujo de solvente de 0.34 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm



Fuente: elaboración propia, realizado con ProSim Ternary Diagram 2020

Figura 19. Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.52 g/s, flujo de solvente de 0.41 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm



Fuente: elaboración propia, realizado con ProSim Ternary Diagram 2020.

Figura 20. Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.67 g/s, flujo de solvente de 0.49 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm



Fuente: elaboración propia, realizado con ProSim Ternary Diagram 2020.

Figura 21. Comportamiento de la altura teórica en función del flujo másico de alimentación de la torre de extracción agitada York-Scheibel



Fuente: elaboración propia, con base en tablas de apéndice 6, resultado 2.

Figura 22. Comportamiento de la eficiencia de etapa de la torre de extracción agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele en función del flujo de alimentación



Fuente: elaboración propia, con base en el apéndice 4, y apéndice 7, resultado 3.

Figura 23. Comportamiento del porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto en función del flujo másico de alimentación



Variable independiente	Variable dependiente	Ecuación	R²
Flujo másico de alimentación (g/s)	Porcentaje de recuperación de ácido acético (m)	%R, _{AC} = 155,89*F ³ - 183,34*F ² + 64,972*F + 91,607	0,9425

Fuente: elaboración propia, con base en el apéndice 7, resultado 4.

Figura 24. Comportamiento de la potencia de mezcla de la torre de extracción agitada York-Scheibel en función de la velocidad de agitación



Fuente: elaboración propia, con base en el apéndice 7, resultado 4.
5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

El diseño, operación y desempeño del sistema ternario tolueno-agua-ácido acético utilizando una torre de extracción agitada York-Scheibel, se estudia a partir de los parámetros operativos, es decir, flujo de alimentación, flujo de solvente de proceso y velocidad de agitación.

La base de este estudio es trabajar sobre la curva de solubilidad en un diagrama en coordenadas triangulares que muestra el equilibrio líquido-líquido entre los tres componentes tal como se muestra en las figuras 15,16,17,18 y 19, dando una curva tipo I, que comprueba la afinidad del ácido acético al agua, luego de realizar un análisis de varianza con un nivel de significancia de 0.05 se determinó que las diferencias entre las medias del volumen de ácido acético añadido son estadísticamente significativas.

Para calificar el desempeño del sistema ternario, se analizan las líneas de reparto de refinado y extracto que da lugar al número de etapas teóricas para alcanzar el equilibrio, esto se demuestra en las figuras 15,16,17,18 y 19, las cuales demuestran el equilibrio de fases por cada etapa, el equilibrio global de todas las corrientes de entrada, salida y como la corriente de extracto se va enriqueciendo del soluto de interés.

De las figuras 15,16,17,18 y 19, se puede observar que el número de etapas teóricas es mayor en función del flujo de alimentación y de solvente, esto permite definir que se desempeña mejor el sistema ternario cuando este trabaja con un flujo de alimentación de 0.42 g/s y un flujo de solvente de 0.34 g/s que es cuando el número de etapas teóricas coincide con el diseño de la torre de

extracción, esto quiere decir que a menor flujo, el equilibrio líquido se puede alcanzar utilizando una torre con 7 etapas y que a mayor flujo se necesitaría una torre con 14 etapas para lograr la misma extracción, lo cual no sería económicamente viable. Posterior a realizar un análisis de varianza, con un nivel de significancia de 0.05 se determinó que las diferencias entre las medias del flujo de refinado obtenido son estadísticamente significativas.

La calificación de diseño de la torre de extracción York-Scheibel está basada en la altura teórica, y en la figura 20, se puede observar una tendencia ascendente en función del flujo de alimentación de la torre, esto sucede porque la altura de unidad de transferencia está determinada por parámetros físicos tales como el tamaño de las gotas, los patrones de flujo en la torre y el efecto del empaque. Se obtiene un porcentaje de error entre la altura teórica y real del 8 al 10 % cuando se manejan flujos en un rango operativo de 0.42-0.52 g/s, dado que se trabajaron con las medias poblacionales las curvas de solubilidad de extracto y refinado, a partir de este resultado se puede validar el análisis estadístico por diferencias entre las medias de la altura teórica y el flujo másico con una desviación estándar de 36.65 entre las medias.

La calificación de operación de la torre de extracción York-Scheibel está basada en la eficiencia de etapa en función del flujo de alimentación, en la figura 21, se muestra un comportamiento ascendente debido a que entre mayor flujo, mayor es el número de etapas ideales para lograr la separación de la fase pesada y la fase ligera, se puede observar que nuevamente al operar en un rango de 0.42 la eficiencia es mayor al 80 % y si se opera con un flujo de 0.67 se logra alcanzar la máxima eficiencia. Es interesante poder obtener de esta manera, otra alternativa para calcular el número de etapas teóricas que se requieren para efectuar la transferencia de masa desde la corriente de refinado hacia la del extracto, por un lado, se tiene el uso del diagrama triangular y por el otro, un diagrama cartesiano donde la curva de equilibrio es semejante al diagrama de solubilidad y la curva operativa es semejante al a la curva binodal compuesta por las líneas de reparto de extracto y refinado. Las relaciones de equilibrio, que son funciones complejas de las propiedades del sistema, se presentan frecuentemente en estas formas gráficas. Por otra parte, el análisis estadístico demuestra que sí existe diferencias significativas entre las medias de la eficiencia con una desviación de 17.54 entre las mismas.

La calificación de operación también se puede analizar sí se determina el porcentaje de recuperación del soluto de interés en la corriente de extracción, en la figura 22, se muestra un comportamiento ascendente desde 0.42 g/s, a medida que el flujo de alimentación y solvente en la torre aumentan, la composición en peso de soluto en el extracto sí tiene un comportamiento ascendente pero cuando se relaciona con el parámetro de entrada se logra observar que únicamente para flujos mayores a 0.60 g/s se logra una separación de los componentes mayor al 99.70 %. Por otra parte, el análisis estadístico demuestra que sí existe diferencias significativas entre las medias del porcentaje de recuperación con una desviación de 0.78 entre las mismas.

La velocidad de agitación se mantuvo constante durante toda la experimentación, esto se realizó debido a que al tener variación no solo en el flujo de alimentación sino que también en el flujo de solvente, se perdería el enfoque de analizar los comportamientos de todos los parámetros estudiados, es por ello que únicamente se analizó utilizando la ecuación de potencia específicamente para una torre tipo York-Scheibel, en la figura 23, se ilustra el comportamiento de la potencia en función de la velocidad de agitación, la cual tiene un comportamiento ascendente exponencial, con un mínimo de energía de 20,940.32 W a 80 rpm y alcanzando una demanda de energía de 167,522.55 W a 160 rpm, esto permite establecer que sí el flujo de alimentación solo hubiera

77

estado compuesto por agua, dado que la densidad es menor que la densidad media entre agua-ácido acético, el consumo de energía hubiera sido 3 % menor. Por otro lado, el análisis estadístico demuestra que sí existe diferencias significativas entre las medias de la potencia de entrada con una desviación de 58,678.39 entre las mismas.

CONCLUSIONES

- La torre de extracción York-Scheibel debe de operar con un flujo másico de alimentación de 0.42g/s y un flujo másico de solvente de 0.34 g/s para lograr la transferencia de masa de la corriente de refinado hacia la corriente de extracto, datos operativos obtenidos para 11 etapas teóricas por medio del método de Hunter Nash.
- Se estimó un porcentaje de error del 9 % entre la altura teórica y real cuando la torre de extracción operó con un flujo másico de alimentación en un rango de 0.42-0.52 g/s.
- 3. La eficiencia de etapa de la torre de extracción agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele es mayor al 80 % cuando opera a partir de un flujo másico de alimentación de 0.42 g/s, alcanzando la máxima eficiencia con un flujo de alimentación de 0.67 g/s.
- 4. El método de McCabe-Thiele difiere un 22 % del método de Hunter Nash para un rango de 0.42g/s específicamente.
- El porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto fue mayor cuando la torre de extracción operó con un flujo de alimentación de 0.67 g/s y un flujo de solvente de 0.49 g/s.
- 6. Sí el flujo de alimentación de la torre de extracción hubiera sido únicamente agua, el consumo de potencia hubiera sido un 3 % menor.

RECOMENDACIONES

- 1. Realizar mezclas iniciales de agua y tolueno menores al 5 % v/v y mayores al 95 % v/v para tener más líneas de reparto en la zona más baja de la curva binodal de solubilidad experimental y de esta manera, tener una zona más amplia para las líneas de interpolación y terminar el método de Hunter Nash al llegar a una composición menor de Rn y no cuando las líneas de interpolación terminen como lo fue en esta experimentación.
- Evaluar el diseño, operación y desempeño del sistema ternario toluenoagua-ácido acético sí el flujo de alimentación es tolueno-ácido acético y el solvente de proceso es agua.
- Variar la velocidad de agitación manteniendo el flujo de alimentación constante y determinar el porcentaje de recuperación de ácido acético, la altura teórica, la eficiencia global y el número de etapas ideales.
- Calificar el diseño de la torre de extracción York-Scheibel al evaluar sí existe mayor transferencia de masa al usar un empaque diferente a la de malla metálica, una opción podría ser utilizar empaque tipo Anillos Pall.

REFERENCIAS

- Asadollahzadeh, M., Torkaman, R. y Torab-Mostaedi, M. (Enero de 2020). Study on the feasibility of using a pilot plant Scheibel extraction column for the extraction and separation of lanthanum and cerium from aqueous solution. *Korean Journal of Chemical Engineering, 37*(2), 322–331. Recuperado de https://doi.org/10.1007/s11814-019-0443-3.
- Crowell K. (Julio de 1997). Pharmaceutical applications of liquid—liquid extraction. Goldberg E. (eds) Handbook of Downstream Processing, 2(1), 48-69. Recuperado de https://link.springer.com/chapter/10. 1007/978-94-009-1563-3 3.
- 3. Goldberg, E. (1997). *Handbook of downstream processing*. London, England: Blackie Academic & Professional.
- 4. Hanson, C. (2005). *Recent advances in liquid-liquid extraction* (C. Hanson).
- 5. Houshyar, S., Torab-Mostaedi, M. y Mousavi, S. (Diciembre de 2017). Prediction of dispersed phase holdup in scheibel extraction columns by a new correlation. *Journal of Chemical and Petroleum Engineering,* 51(2), 105–111. Recuperado de https://www.academia.edu/37824240/Prediction_of_Dispersed_Ph ase_Holdup_in_Scheibel_Extraction_Columns_by_a_New_Correl ation.

- Martínez, P. y Rus, E. (2004). Operaciones de separación en Ingeniería Química métodos de cálculo. Madrid, España: Pearson educación, S.A.
- 7. Miller, J. y Miller, J. (2002). Estadística y quimiometría para química analítica. Madrid, España: Prentice Hall.
- Mohadesi, M. y Rezaei, R. (Mayo de 2020). Separation of acetic acid from water using organic solvents: Liquid-liquid equilibrium thermodynamic investigation. *Physical Chemistry Research, 8*(2), 267–280. Recuperado de https://doi.org/10.22036/pcr. 2020.205810.1693.
- Narenderan, S., Meyyanathan, S. y Karri, V. (Agosto de 2019). Experimental design in pesticide extraction methods: A review. *Food Chemistry*, 15(289) 384–395. Recuperado de https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.045.
- 10. Perry, R. y Green D. (2008). *Manual del ingeniero químico*. México: McGraw-Hill Professional.
- Querales, D. y Guillen, J. (18 de octubre, 2018). Equilibrio líquido-líquido del sistema ternario: tolueno-ácido acético-agua. [Mensaje en un blog]. Recuperado de https://www.academia.edu/41422506/ Equilibrio_liquido_liquido.

- Rahbar, A., Azizi, Z., Bahmanyar, H. y Moosavian, M. (Noviembre de 2011). Prediction of enhancement factor for mass transfer coefficient in regular packed liquid-liquid extraction columns. *Canadian Journal of Chemical Engineering, 89*(3), 508–519. Recuperado de https://doi.org/10.1002/cjce.20448.
- 13. Rydberg, J., Cox, M., Musikas, C. y Choppin, G. R. (2004). Solvent extraction principle and practice. Boca Ratón, Florida: CRC Press.
- Saien, J., Mozafarvandi, M., Daliri, S. y Norouzi, M. (Marzo de 2013). (Liquid + liquid) equilibria for the ternary (water + acetic acid + toluene) system at different temperatures: Experimental data and correlation. *Journal of Chemical Thermodynamics*, 57, 76–81. Recuperado de https://doi.org/10.1016/j.jct.2012.08.017.
- 15. Scheibel, E. (1968). Liquid-liquid extraction column having rotatable pumping impeller assembles (Patent No. 3,389,970).
- 16. Scheibel, E. y Montclair, N. (1958). *Extractor* (Patent No. 2,850,362).
- Sinnott, R. (2005). Chemical Engineering Desing. Ansterdam: Coulson & Richardson's.
- Treybal, R. (2000). Operaciones de transferencia de masa. Buenos Aires, Argentina: McGraw-Hill.

- Weber, B. y Jupke, A. (2020). Compartment-model for the simulation of the separation performance of stirred liquid–liquid-extraction columns. *AIChE Journal, 66*(8), 1–11. Recuperado de https://doi.org/10.1002/aic.16286.
- Weber, B., Meyer, C. y Jupke, A. (2019). Performance map for the design of liquid-liquid extraction columns. *Chemie-Ingenieur-Technik,* 91(11), 1674–1680. Recuperado de https://doi.org/10.1002/cite.201900057.

APÉNDICES





Fuente: elaboración propia, realizado con LibreOffice Draw 2008.



Apéndice 2. Diagrama de Ishikawa

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Curva de equilibrio ternario líquido-líquido en un diagrama en coordenadas triangulares del sistema tolueno-agua-ácido acético



Fuente: elaboración propia, realizado con ProSim Ternary Diagram 2020.

Apéndice 4. Curvas de equilibrio

 Curvas de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto y su demostración gráfica

Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.22 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.20 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.



Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.32 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.29 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.



Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.42 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.34 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.



Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.52 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.41 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.



Curva de equilibrio ternario líquido-líquido de refinado y extracto en un diagrama en coordenadas triangulares para el sistema tolueno-agua-ácido acético utilizando el método gráfico de Hunter Nash con un flujo de alimentación de 0.67 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.49 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.



• Cálculo de número de etapas reales por el método de McCabe-Thiele para cada condición de operación en torre de extracción York-Scheibel

Flujo de alimentación de 0.22 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente puro 0.20 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

• Curva de operación:

Re	finado	Extracto		
XF	0.5	Y1	0.3143	
X3	0.3134	Y4	0.1522	
XR, AC	0.2004	XS, AC	0	



Flujo de alimentación de 0.32 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.29 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

• Curva de operación:

Refinado		Extracto		
XF	0.5	Y1	0.3265	
X3	0.2932	Y4	0.1393	
XR, AC	0.2003	XS, AC	0	



Flujo de alimentación de 0.42 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.34 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

• Curva de operación:

Refinado		Extracto		
XF	0.5	Y1	0.3443	
X3	0.3405	Y4	0.2007	
XR, AC	0.1989	XS, AC	0	



Flujo de alimentación de 0.52 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.41 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

Curva de operación:

Refinado		Extracto		
XF	0.5	Y1	0.3467	
X3	0.3459	Y4	0.2069	
XR, AC	0.2126	XS, AC	0	



Flujo de alimentación de 0.67 g/s al 50 % p/p, flujo de solvente de 0.49 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

• Curva de operación:

Refinado		Extracto		
XF	0.5	Y1	0.3526	
X3	0.3165	Y4	0.2199	
XR, AC	0.1901	XS, AC	0	



Fuente: elaboración propia, con base en apéndice 7.

Apéndice 5. **Datos experimentales**

Obtención de volumen de ácido acético añadido a mezclas de toluenoagua a diferentes composiciones en volumen para construir la curva binodal.

Mezcla inicial tolueno- agua %(v/v)	Compuesto	Volumen mezcla inicial (mL)	Repetición	Volumen de Ácido acético añadido (mL)	Promedio (mL)	Desviación estándar	
	Tolueno	9.50	1	0.60	_		
5	Aqua	0.50	2	0.60	0.60	0.00	
	Agua	0.50	3	0.60			
	Tolueno	9.00	1	1.40	_		
10	Aqua	1.00	2	1.40	1.40	0.00	
	Agua	1.00	3	1.40	1.40		
	Tolueno	8.50	1	6.30	<u>-</u>		
15	Aqua	1 50	2	2 6.70	6.53	0.21	
	Ayua	1.50	3	6.60			
	Tolueno	7.00	1	12.20	<u>-</u>		
30	Aqua	3.00	2	12.10	12.00 0.26	0.26	
	Agua	0.00	3	11.70			
	Tolueno	4.00	1	16.00	<u>-</u>		
60		6.00	2	16.00	16.00	0.00	
	Agua	Agua	0.00	3	16.00		
	Tolueno	2.00	1	9.40	-		
80	Aqua	8.00	2	9.30	9.33	0.06	
	Agua	0.00	3	9.30			
	Tolueno	1.00	1	3.50	<u>-</u>		
90	Aqua	9.00	2	3.50	3.50	0.00	
	Agua	5.00	3	3.50			
	Tolueno	0.50	1	2.20	_		
95	Aqua	9 50	2	2.20	2.23	0.06	
	Agua	Ayua 9.00	3	2.30			

Datos obtenidos de la calibración del rotámetro para la alimentación de ácido acético-agua al 50 % en un tiempo de 10 segundos con una velocidad de agitación de 80 rpm.

Lectura rotámetro	Repetición	Peso (g)	Promedio	Desviación estándar
L20	1	2.20		
L20	2	2.10	2.20	0.10
L20	3	2.30		
L40	1	3.10		
L40	2	3.20	3.17	0.06
L40	3	3.22		
L60	1	4.10		
L60	2	4.11	4.24	0.23
L60	3	4.50		
L80	1	5.10		
L80	2	5.22	5.21	0.10
L80	3	5.30		
L100	1	6.60		
L100	2	6.70	6.67	0.06
L100	3	6.70		

Datos obtenidos de la calibración del rotámetro para el solvente de proceso tolueno en un tiempo de 10 segundos con una velocidad de agitación de 80 rpm.

Lectura rotámetro	Repetición	Peso (g)	Promedio	Desviación estándar
L30	1	2.00		
L30	2	2.00	2.00	0.00
L30	3	2.00	-	
L40	1	2.90		
L40	2	2.80	2.87	0.06
L40	3	2.90	-	
L50	1	3.30		
L50	2	3.50	3.43	0.12
L50	3	3.50		
L60	1	4.10		
L60	2	4.10	4.12	0.03
L60	3	4.15	-	
L70	1	4.90		
L70	2	4.80	4.87	0.06
L70	3	4.90	-	

Datos obtenidos del peso del extracto saliente de la torre de extracción a diferentes flujos másicos de alimentación y de solvente en un tiempo de 10 segundos.

	Etapas de equilibrio				
Lectura rotámetro de flujo de alimentación	Lectura rotámetro de flujo solvente de proceso	Repetición	Peso extracto (g)	Promedio	Desviación estándar
L20	L30	1	3.50		
L20	L30	2	3.60	3.50	0.10
L20	L30	3	3.40	-	
L40	L40	1	4.90		
L40	L40	2	4.90	4.90	0.01
L40	L40	3	4.91	-	
L60	L50	1	6.10		
L60	L50	2	6.10	6.10	0.00
L60	L50	3	6.10	-	
L80	L60	1	7.50		
L80	L60	2	7.60	7.53	0.06
L80	L60	3	7.50	-	
L100	L70	1	9.50		
L100	L70	2	9.60	9.50	0.10
L100	L70	3	9.40	-	

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. Muestra de cálculo

• Cálculo de coordenadas triangulares para construir la curva binodal a distintas mezclas de tolueno y agua con adición de ácido acético

Ejemplo: calcular la composición porcentual en peso de cada componente si para una mezcla inicial de 10 mL de tolueno y agua al % 5 (v/v), se agrega 0.6 mL de ácido acético para que desaparezca la turbiedad y se forme una sola fase.

Componente	*Densidad (<u>g</u> _)		
Tolueno	0.8711		
Agua desmineralizada	0.9970		
Ácido acético glacial	1.0500		

*Las densidades se obtuvieron del laboratorio donde se adquirieron los reactivos.

Se calcula la masa para cada componente

Tolueno

$$m = \rho * v$$
(17)

$$m = 0.8711 \frac{g}{mL} * 9.5mL$$

$$m = 8.28 g$$

Agua

$$m = \rho * v$$
$$m = 0.9970 \frac{g}{mL} * 0.5mL$$
$$m = 0.50 g$$

Ácido acético

$$m = \rho * v$$
$$m = 1.0500 \frac{g}{mL} * 0.6mL$$
$$m = 0.63g$$

Obtenida la masa de cada componente se procede a calcular la composición en peso:

Tolueno

$$X_{Tolueno} = \frac{m_{Tolueno}}{m_{Tolueno} + m_{Agua} + m_{Acido acético}}$$
(18)
$$X_{Tolueno} = \frac{8.28 g}{8.28 g + 0.50 g + 0.63 g}$$
$$X_{Tolueno} = 0.88$$

Agua

$$X_{Agua} = \frac{m_{Agua}}{m_{Tolueno} + m_{Agua} + m_{Acido acético}}$$
$$X_{Agua} = \frac{0.50 g}{8.28 g + 0.50 g + 0.63 g}$$
$$X_{Agua} = 0.05$$

Ácido acético

$$X_{\text{Acido acético}} = \frac{m_{\text{Acido Acético}}}{m_{Tolueno} + m_{Agua} + m_{\text{Acido Acético}}}$$
$$X_{\text{Acido acético}} = \frac{0.63g}{8.28 g + 0.50 g + 0.63g}$$
$$X_{\text{Acido Acético}} = 0.07$$

Obtenidas las composiciones en peso de cada componente para la mezcla al 5 % (v/v) de agua y tolueno se obtuvo que la coordenada triangular a graficar es:

<u>(0.05, 0.07, 0.88)</u>

 Cálculos y demostración gráfica para obtener la curva binodal de extracto y refinado y las etapas en equilibrio en la torre de extracción York-Scheibel utilizando el método de Hunter Nash.

Ejemplo: realizar la curva binodal de extracto y refinado si a la torre de extracción ingresa un flujo de alimentación de agua-ácido acético al 50 % de 0.22 g/s en contracorriente con un flujo de tolueno de 0.20 g/s y un flujo de extracto de 0.35 g/s saliente de la torre a una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

Representación gráfica global:



Balance de masa por etapa:



• Etapa 1

$$F+E_2=R_1+E_1$$

 $F-E_1=R_1-E_2$

• Etapa 1-2

$$F+E_3=R_2+E_1$$

 $F-E_1=R_2-E_3$

Balance de masa general:



$$F+S=R_n+E_1$$

 $F-E_1=R_N-S$
 $F-E_1=....=R_N-S=P$

Como S y F están en equilibrio y dan lugar a un punto de mezcla "M", partiendo de la ecuación No. 2 se calcula:

Se procede a encontrar la composición respecto al soluto para el punto de mezcla:

Despejando para X_{AC, M}:

$$X_{\rm AC,M} = \frac{FX_{\rm AC,F} + SY_{\rm AC,S}}{M}$$

$$X_{\rm AC,M} = \frac{0.22g/s * 0.5 + 0.20g/s * 0}{0.42g/s}$$

$$X_{\rm AC.M} = 0.26$$

Puesto que ya se obtuvo que la composición de soluto es de 0.26 en la mezcla M, se coloca un punto en la línea de equilibrio entre S y F a esa composición, ahora se conoce que las coordenadas triangulares para ese punto de mezcla son:

Para determinar la composición de soluto en el extracto de la primera etapa, se aplica la ecuación No. 5, la cual establece el equilibrio entre F, E₁ y P.

Balance respecto el soluto:

$$FX_{AC, F} - E_1Y_{AC, E} = P$$

Despejando para Y_{AC, E:}

$$Y_{\rm AC,E} = \frac{P * X_{\rm AC,P} - F X_{\rm AC,F}}{-E1}$$

$$Y_{\text{AC.E}} = \frac{0 - 0.22 \text{ g/s} * 0.5}{-0.35 \text{ g/s}}$$
$$Y_{\text{AC.E}} = 0.3143$$

Puesto que ya se obtuvo que la composición de soluto es de 0.31 en la etapa 1, se coloca un punto que intersecte la curva binodal a esa composición, ahora se conoce que las coordenadas triangulares para ese punto de mezcla son:

La composición de refinado de la última etapa de la torre R_n , se puede encontrar trazando una línea de equilibrio desde E_1 pasando por el punto M hasta intersectar la curva binodal.

Con un balance de masa global se determina el flujo de refinado:

Despejando para Rn:

Se grafican los puntos F, S, M, E_1 y R_n para dar lugar al punto P, como se mostró el equilibrio en la ecuación 19.


Gráfico de líneas de interpolación

Para graficar las líneas de balace es necesario primero graficar líneas de interpolación, puesto que el extracto no coincide con los puntos que conforman las líneas de unión, es necesario realizar una interpolación trazando líneas paralelas a las líneas diagonales hasta el punto donde se intersectan varias líneas, se repite este procedimiento para todos los puntos de líneas de unión y por último se traza una línea recta vertical que una todas las intersecciones, esto permitirá trazar líneas de unión/equilibrio para encontrar todos los puntos de extracto y refinado.



• Gráfico de líneas de equilibrio/balance

Lo que prosigue es graficar las líneas de balance como lo indica Treybal Una línea de unión desde E_1 proporciona R_1 , puesto que el extracto y el refinado de la primera etapa ideal están en equilibrio. Una línea desde P a través de R_1 , cuando se extiende, proporciona E_2 .

Se ajustó una línea de interpolación para crear una línea de unión o de equilbrio desde E₁ para dar lugar a R₁.



Se realizó este procedimiento hasta trazar la última línea de interpolación, puesto que ya no hay una dirección para ajustar las líneas de unión es ahí donde se tuvo que parar, con este procedimiento se obtienen las etapas de equilibrio que equivale al conteo de las líneas de equilibrio en color azul.



Etapas de equilibrio: 7

Resultado 2.

Cálculo de la altura teórica de la torre en función del flujo másico de alimentación de la torre de extracción agitada York-Scheibel.

Ejemplo: calcular la altura teórica de una torre de extracción sí opera con un flujo de alimentación de 0.22 g/s 50 % p/p y los flujos de sus corrientes de salida de extracto y refinado son 0.35 y 0.07 g/s respectivamente. La torre tiene una altura de 122 cm y un diámetro interno de 2.70 cm.

Donde la altura teórica está dada por:

$$Z = H_{tOR} * N_{tOR} = H_{tOE} * N_{tOE}$$
(11)

Calcular H_{tOR}:

$$H_{tOR} = \frac{R_T}{K_{OR} \cdot a}$$
(12)

Para determinar el coeficiente global de transferencia y el area interfacial se puede estimar partiendo de la siguiente ecuación, donde se estima la altura efectiva de la torre de extracción la cual es de 122 cm.

$$h = \frac{R_{T}}{K_{OR}*a} * \int_{Y,s}^{Y,E} \frac{dY}{Y,eq-Y} \cong \frac{E_{T}}{K_{OR}*a} * \frac{Y_{E1,AC}}{\Delta Clm}$$
(14)

Donde:

 $\Delta C1 = X_{R, A}$ $\Delta C2 = X_{F, AC} - Y_{E1, AC}$

 R_T = Es caudal del refinado por unidad de superficie al atravesar la columna partiendo del flujo de alimentación.

Cálculo caudal de alimentación:

$$\dot{F} = \frac{F}{\rho} \tag{19}$$

Dado que la alimentación está compuesta por agua y ácido acético es necesario obtener una densidad media:

$$\dot{F} = \frac{F}{\rho_{ac*x,ac+\rho_{agua*xagua}}}$$
$$\dot{F} = \frac{0.22 \ g/s}{(1.050 \frac{g}{cm^3} * 0.5 + 0.997 \frac{g}{cm^3} * 0.5)}$$
$$\dot{F} = \frac{0.22 \ g/s}{(1.023 \frac{g}{cm^3})}$$
$$\dot{F} = \frac{0.22 \ g/s}{(1.023 \frac{g}{cm^3})}$$
$$\dot{F} = \frac{0.22 \ cm^3}{s}$$

Cálculo del área de sección transversal de la torre de extracción sí la torre tiene un diámetro interno de 2.70 cm:

$$R_{\rm T} = \frac{\dot{F}}{A} \tag{20}$$

Donde el área transversal está dada por: πr^2

$$R_{T} = \frac{\dot{F}}{\pi r^{2}}$$

$$R_{T} = \frac{\frac{0.22 \ cm^{3}}{s}}{\pi (\frac{2.70 \ cm}{2})^{2}}$$

$$R_{T} = \frac{\frac{0.22 \ cm^{3}}{s}}{\frac{5.73 \ cm^{2}}{s}}$$

$$R_{T} = \frac{0.03753 \ cm^{3}}{s*cm^{2}}$$

Una vez calculado el flujo de refinado a través de la columna por unidad de superficie, se despeja el coeficiente global:

$$h = \frac{R_{T}}{K_{OR}*a} * \frac{Y_{E1,AC}}{\Delta Clm}$$
(14)

Despejando para K_{OR} * a:

$$K_{OR} * a = \frac{R_T}{h} * \frac{Y_{E1,AC}}{\frac{\Delta C1 - \Delta C2}{\ln(\frac{\Delta C1}{\Delta C2})}}$$

Donde:

 $\Delta C1 = X_{R, AC}$ $\Delta C2 = X_{F, AC} - Y_{E1, AC}$

Datos obtenidos del apéndice 7 tabla de curva binodal figura 14.

Sustituyendo valores:

$$K_{OR} * a = \frac{\frac{0.03753 cm^3}{s * cm^2}}{122 cm} * \frac{\frac{0.3142}{0.2004 - (0.5 - 0.3142)}}{\ln(\frac{0.2004}{0.5 - 0.3142})}$$
$$K_{OR} * a = 0.0003114 \frac{1}{s} * \frac{\frac{0.3142}{0.0015}}{0.075}$$
$$K_{OR} * a = 0.00050107 \frac{1}{s}$$

Calculado H_{tOR}

$$H_{tOR} = \frac{R_{T}}{K_{OR} * a}$$

Sustituyendo valores:

$$H_{tOR} = \frac{\frac{0.0375 \ cm^3}{s \ cm^2}}{0.0005 \frac{1}{s}}$$

$$H_{tOR} = 74.90 \ cm$$
(12)

• Calcular N_{tOR} :

$$N_{tOR} = \frac{\ln\left[\frac{x_{1} - \frac{y_{2}}{m}}{x_{2} - \frac{y_{2}}{m}} \left(1 - \frac{R}{mE}\right) + \frac{R}{mE}\right]}{1 - R/mE}$$
(9)

Donde: $x_1 = X_F$, $x_2 = X_R y_2 = Y_{Sy}$ m siendo la pendiente de la curva de equilibrio la cual se calcula de la siguiente manera:



$$m = \frac{\Delta Y}{\Delta X}$$
(21)
$$m = \frac{0.58 - 0.07}{0.64 - 0.19} = 1.14$$

Sustituyendo valores:

Datos del apéndice 7, tabla de curva binodal figura 14:

$$N_{tOR} = \frac{\ln \left[\frac{0.5 - \frac{0}{1.14}}{0.2004 - \frac{0}{1.14}} \left(1 - \frac{0.07g/s}{1.14 * 0.35 g/s} \right) + \frac{0.07g/s}{1.14 * 0.35 g/s} \right]}{1 - \frac{0.07g/s}{1.14 * 0.35 g/s}}$$

$$N_{tOR} = \frac{\ln \left[2.4950 \left(1 - 0.1754 \right) + 0.1754 \right]}{1 - 0.1754}}{N_{tOR}} = \frac{\ln \left[2.2328 \right]}{1 - 0.1754}$$

$$N_{tOR} = 0.97$$

• Calcular altura de la torre

$$Z = H_{tOR} * N_{tOR}$$

Sustituyendo valores:

$$Z = 74.90 \text{ cm} * 0.97$$

 $Z = 72.97 \text{ cm}$

Altura de la torre de extracción York-Scheibel para un flujo de alimentación de 0.22 g/s es de 72.97

Cálculo porcentaje de error:

$$% \text{Error} = \frac{|Valor real - valor aproximado|}{valor real} * 100$$
(22)
$$\% \text{Error} = \frac{|122 - 72.97|}{122} * 100$$

$$\text{Error} = 40 \%$$

Resultado 3.

Determinación de la eficiencia la eficiencia de etapa de la torre de extracción agitada York-Scheibel a partir del método de McCabe-Thiele.

Ejemplo: determinar la eficiencia de etapa de la torre por método gráfico si se construye la curva operativa y de equilibrio para el sistema en equilibrio para agua-ácido acético y tolueno.

- La curva de equilibrio se graficó partiendo de los datos de la curva binodal para el sistema ternario.
- La curva de operación se graficará de la siguiente manera, trazando las siguientes coordenadas: (Xnd, Ys), (Xs, Ys+1) y (X_F, Y₁)

Recordando lo establecido en la sección 2.7.6:

 X_n = Composición en peso respecto al soluto del refinado de la última etapa. $Y_{s, AC}$ = Composición en peso respecto al soluto en el solvente de proceso. X_S = Composición en peso respecto al soluto en la corriente de refinado en la etapa S, en este caso se escogerán para todas las curvas las de la etapa 3. Y_{s+1} = Composición en peso respecto al soluto en la corriente de extracto en la etapa S+1, en este caso se escogerán para todas las curvas las de la etapa 4. X_F = Composición en peso respecto al soluto en la alimentación. $Y_{E,1}$ = Composición en peso respecto al soluto en el extracto de la primera etapa.

Datos provenientes de apéndice 7, curva						
binodal de figura 15.						
X _F	0.5 Y _{E.1} 0.3143					
X ₃	0.3134 Y ₄ 0.1522					
X _{R, AC} 0.2004 X _{S, AC} 0.000						

Con los datos de la tabla se construye la curva operativa para este sistema en equilibrio.

Graficando la curva de operación, equilibrio y la recta que pasa por el origen:



Lo que procede es determinar el número de etapas reales trazando escalones entre la curva operativa y de equilibrio:



Obteniendo de esta manera 6 etapas teóricas, la eficiencia está dada por:

$$\varepsilon = \frac{N \acute{u}mero\ de\ etapas\ reales}{N \acute{u}mero\ de\ etapas\ ideales} * 100\ \%$$
(23)
$$\varepsilon = \frac{6}{11} * 100$$

$$\varepsilon = 54,54\ \%$$

Resultado 4.

Determinación del porcentaje de recuperación de ácido acético en el extracto obtenido de la primera etapa de la torre de extracción York-Scheibel.

Ejemplo: determinar el porcentaje de recuperación de ácido acético si entra a la torre de extracción 2.20 g de alimentación a una concentración en peso del 50 % y 3.50 g se logra extraer con una composición en la primera etapa de 0.31.

$$\% R_{AC} = \frac{Peso \ de \ ácido \ ac{{}}\acute{e}tico \ en \ extracto \ (g)}}{Peso \ de \ ácido \ ac{{}}\acute{e}tico \ en \ alimentación \ (g)}} * 100$$
(24)

$$\% R_{AC} = \frac{2.20 * 0.5}{3.50 * 0.31} * 100$$
$$\% R_{AC} = 98,64$$

Resultado 5.

Determinación de la potencia de entrada a la torre de extracción York-Scheibel al variar la velocidad de agitación.

Ejemplo: calcular la potencia requerida de entrada a la torre de extracción si el flujo de alimentación que ingresa a la torre tiene una densidad de 1.023 $\frac{kg}{m^3}$

la torre de extracción tiene un largo de 12.2 m y un diámetro de impeler de 0.01m y opera con una velocidad de agitación de 80 rpm.

$$P = 1.85\rho\omega^3 Di^5$$
 (6)

Sustituyendo datos:

P =
$$1.85(1.023 \frac{kg}{m^3})(80 \text{rpm}/60\text{s})^3(0.01\text{m})^5$$

P = $2.0940.32 \frac{kg \cdot m^2}{s^3}$

$$P = 2\ 0940.32\frac{J}{s}$$

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. Datos calculados

Resultado 1: cálculo de la composición porcentual en peso de cada componente para construir la curva binodal de equilibrio líquido-líquido.

Mezcla inicial tolueno-agua %(v/v)	Compuesto	V (mL)	m (g)	%(p/p)
	Tolueno	9.50	8.28	88.00
5	Agua	0.50	0.50	5.30
	Ácido acético	0.60	6.30	6.70
	Tolueno	9.00	7.84	76.06
10	Agua	1.00	1.00	9.67
	Ácido acético	1.40	1.47	14.26
	Tolueno	8.50	7.40	46.99
15	Agua	1.50	1.50	9.49
	Ácido acético	6.53	6.86	43.52
	Tolueno	7.00	6.10	28.11
30	Agua	3.00	2.99	13.79
	Ácido acético	12.00	12.60	58.09
	Tolueno	4.00	3.48	13.27
60	Agua	6.00	5.98	22.77
	Ácido acético	16.00	16.80	63.96
	Tolueno	2.00	1.74	8.93
80	Agua	8.00	7.98	40.87
	Ácido acético	9.33	9.80	50.20
	Tolueno	1.00	0.87	6.44
90	Agua	9.00	8.97	66.37
	Ácido acético	3.50	3.68	27.18
	Tolueno	0.50	0.44	3.56
95	Agua	9.50	9.47	77.33
	Ácido acético	2.23	2.34	19.12

Resultado 1: composición en peso de cada componente para construir la curva binodal utilizado el programa ProSim Ternary Diagram.

	Refinado		Extracto			
Agua	Ácido acético	Tolueno	Agua	Ácido acético	Tolueno	
0.77	0.19	0.04	0.05	0.07	0.88	
0.66	0.27	0.06	0.10	0.14	0.76	
0.41	0.50	0.09	0.09	0.44	0.47	
0.23	0.64	0.13	0.14	0.58	0.28	

Resultado 1: cálculo del flujo másico de la calibración del rotámetro para la alimentación de ácido acético-agua al 50 % en un tiempo de 10 segundos a una velocidad de agitación de 80 rpm.

Lectura rotámetro	Repetición	Peso (g)	Flujo másico (g/s)	Promedio	Desviación estándar
L20	1	2.20	0.22		
L20	2	2.10	0.21	0.22	0.01
L20	3	2.30	0.23	-	
L40	1	3.10	0.31		
L40	2	3.20	0.32	0.32	0.01
L40	3	3.22	0.32		
L60	1	4.10	0.41	_	
L60	2	4.11	0.41	0.42	0.02
L60	3	4.50	0.45	-	
L80	1	5.10	0.51		
L80	2	5.22	0.52	0.52	0.01
L80	3	5.30	0.53		
L100	1	6.60	0.66		
L100	2	6.70	0.67	0.67	0.01
L100	3	6.70	0.67		

Resultado 1: cálculo del flujo másico de la calibración del rotámetro para el solvente de proceso en un tiempo de 10 segundos a una velocidad de agitación de 80 rpm.

Lectura rotámetro	Repetición	Peso (g)	Flujo másico (g/s)	Promedio	Desviación estándar
L30	1	2.00	0.20		
L30	2	2.00	0.20	0.20	0.00
L30	3	2.00	0.20		
L40	1	2.90	0.29		
L40	2	2.80	0.28	0.29	0.01
L40	3	2.90	0.29		
L50	1	3.30	0.33		
L50	2	3.50	0.35	0.34	0.01
L50	3	3.50	0.35		
L60	1	4.10	0.41		
L60	2	4.10	0.41	0.41	0.00
L60	3	4.15	0.42		
L70	1	4.90	0.49		
L70	2	4.80	0.48	0.49	0.01
L70	3	4.90	0.49		

Resultado 1: cálculo del flujo másico del extracto en la primera etapa en un tiempo de 10 segundos a una velocidad de agitación de 80 rpm.

Lectura rotámetro de flujo de alimentación	Lectura rotámetro de flujo solvente de proceso	Repetición	Peso extracto (g)	Flujo másico extracto (g/s)	Promedio.	Desviación estándar
L20	L30	1	3.50	0.35		
L20	L30	2	3.60	0.36	0.35	0.01
L20	L30	3	3.40	0.34	-	
L40	L40	1	4.90	0.49		
L40	L40	2	4.90	0.49	0.49	0.00
L40	L40	3	4.91	0.49	_	
L60	L50	1	6.10	0.61		
L60	L50	2	6.10	0.61	0.61	0.00
L60	L50	3	6.10	0.61	-	
L80	L60	1	7.50	0.75		
L80	L60	2	7.60	0.76	0.75	0.01
L80	L60	3	7.50	0.75	-	
L100	L70	1	9.50	0.95		
L100	L70	2	9.60	0.96	0.95	0.01
L100	L70	3	9.40	0.94	-	

Resultado 1: datos de la composición de ácido acético en el extracto de la primera etapa y flujo másico de refinado saliente de la torre de extracción York-Scheibel.

Curva binodal	F (g/s)	S (g/s)	E₁ (g/s)	Y _{AC, E}	Rn
Figura 14	0.22	0.20	0.35	0.3143	0.07
Figura 15	0.32	0.29	0.49	0.3265	0.12
Figura 16	0.42	0.34	0.61	0.3443	0.15
Figura 17	0.52	0.41	0.75	0.3467	0.18
Figura 18	0.67	0.49	0.95	0.3526	0.21

Resultado 1: composición en peso de la figura 15 de refinado y extracto para el sistema tolueno-agua-ácido acético con un flujo de alimentación de 0.22 g/s, flujo de solvente de 0.20 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

	Datos curva binodal figura 15								
	Х	, Refinado			Y	, Extracto			
No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	No.	Agua	Ácido acético	Tolueno		
R1	0.5087	0.4093	0.0821	E1	0.0942	0.3143	0.5908		
R2	0.5690	0.3555	0.0756	E2	0.0969	0.2546	0.6485		
R3	0.6133	0.3134	0.0733	E3	0.0980	0.1905	0.7115		
R4	0.6472	0.2812	0.0715	E4	0.0993	0.1522	0.7485		
R5	0.6706	0.2628	0.0666	E5	0.0945	0.1286	0.7769		
R6	0.7061	0.2362	0.0577	E6	0.0775	0.1065	0.8160		
R7	0.7577	0.2004	0.0419	E7	0.0552	0.0770	0.8678		
Composición punto M					0.2700	0.2600	0.4500		
	Com	posición pur	0.8200	0.1400	0.0200				

Resultado 1: composición en peso de la figura 16 de refinado y extracto para el sistema tolueno-agua-ácido acético con un flujo de alimentación de 0.32 g/s, flujo de solvente de 0.29 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

	Datos curva binodal figura 16								
		X, Refinado				Y, Extracto			
No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	No.	Agua	Ácido acético	Tolueno		
R1	0.5044	0.4127	0.0828	E1	0.0939	0.3265	0.5795		
R2	0.5743	0.3501	0.0756	E2	0.0966	0.2601	0.6433		
R3	0.6107	0.3165	0.0728	E3	0.0988	0.1967	0.7044		
R4	0.6353	0.2932	0.0716	E4	0.1006	0.1565	0.7429		
R5	0.6606	0.2696	0.0698	E5	0.0998	0.1393	0.7609		
R6	0.6892	0.2487	0.0621	E6	0.0830	0.1148	0.8023		
R7	0.7242	0.2239	0.0519	E7	0.0692	0.0966	0.8342		
R8	0.7552	0.2003	0.0444	E8	0.0497	0.0712	0.8791		
	C	omposición punt	o M		0.2700	0.2600	0.4600		
	Сс	mposición punto	0.8400	0.1200	0.0200				

Resultado 1: composición en peso de la figura 17 de refinado y extracto para el sistema tolueno-agua-ácido acético con un flujo de alimentación de 0.42 g/s, flujo de solvente de 0.34 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm

Datos curva binodal figura 17								
	X, Refinado				·	r, Extracto		
No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	
R1	0.4866	0.4293	0.0841	E1	0.0926	0.3443	0.5628	
R2	0.5375	0.3837	0.0788	E2	0.0941	0.2835	0.6225	
R3	0.5840	0.3405	0.0755	E3	0.0966	0.2307	0.6728	
R4	0.6034	0.3225	0.0741	E4	0.1001	0.2007	0.6992	
R5	0.6289	0.2985	0.0726	E5	0.0994	0.1822	0.7183	
R6	0.6455	0.2841	0.0704	E6	0.1016	0.1570	0.7413	
R7	0.6614	0.2709	0.0677	E7	0.0996	0.1402	0.7601	
R8	0.6833	0.2541	0.0626	E8	0.0896	0.1270	0.7834	
R9	0.6997	0.2421	0.0582	E9	0.0818	0.1114	0.8067	
R10	0.7254	0.2241	0.0505	E10	0.0653	0.0946	0.8401	
R11	0.7588	0.1989	0.0424	E11	0.0551	0.0754	0.8694	
	Composición punto M					0.2800	0.4300	
	Composición punto Rn					0.1416	0.0290	

Resultado 1: composición en peso de la figura 18 de refinado y extracto para el sistema tolueno-agua-ácido acético con un flujo de alimentación de 0.52 g/s, flujo de solvente de 0.41 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

Datos curva binodal figura 18								
)	(, Refinado			Y, Extracto			
No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	
R1	0.4908	0.4262	0.0831	E1	0.0930	0.3467	0.5577	
R2	0.5329	0.3871	0.0800	E2	0.0951	0.2912	0.6137	
R3	0.5769	0.3459	0.0771	E3	0.0963	0.2420	0.6617	
R4	0.6010	0.3239	0.0751	E4	0.0999	0.2069	0.6931	
R5	0.6199	0.3068	0.0732	E5	0.0993	0.1909	0.7098	
R6	0.6370	0.2918	0.0712	E6	0.0995	0.1749	0.7257	
R7	0.6491	0.2798	0.0711	E7	0.1016	0.1498	0.7486	
R8	0.6588	0.2707	0.0705	E8	0.1013	0.1398	0.7589	
R9	0.6693	0.2637	0.0670	E9	0.0939	0.1293	0.7768	
R10	0.6880	0.2507	0.0614	E10	0.0870	0.1207	0.7923	
R11	0.7063	0.2366	0.0571	E11	0.0790	0.1091	0.8119	
R12	0.7400	0.2126	0.0474	E12	0.0682	0.0932	0.8386	
	Со	omposición punt	о М		0.2862	0.2886	0.4251	
	Co	mposición punto	o Rn		0.8395	0.1422	0.0290	

Resultado 1: composición en peso de la figura 19 de refinado y extracto para el sistema tolueno-agua-ácido acético con un flujo de alimentación de 0.52 g/s, con un flujo de alimentación de 0.67 g/s, flujo de solvente de 0.49 g/s y una velocidad de agitación constante de 80 rpm.

	Datos curva binodal figura 19									
	Х,	Refinado			Y	, Extracto				
No.	Agua	Ácido acético	Tolueno	No.	Agua	Ácido acético	Tolueno			
R1	0.4854	0.4317	0.0828	E1	0.0933	0.3526	0.5539			
R2	0.5319	0.3913	0.0768	E2	0.0952	0.2964	0.6084			
R3	0.5707	0.3538	0.0756	E3	0.0972	0.2574	0.6454			
R4	0.5935	0.3307	0.0759	E4	0.0997	0.2199	0.6804			
R5	0.6127	0.3148	0.0725	E5	0.0985	0.1932	0.7083			
R6	0.6279	0.3018	0.0703	E6	0.0998	0.1802	0.7201			
R7	0.6461	0.2830	0.0709	E7	0.1014	0.1617	0.7369			
R8	0.6554	0.2743	0.0703	E8	0.0997	0.1501	0.7502			
R9	0.6600	0.2700	0.0700	E9	0.0999	0.1371	0.7629			
R10	0.6771	0.2585	0.0644	E10	0.0932	0.1256	0.7812			
R11	0.6988	0.2426	0.0586	E11	0.0838	0.1169	0.7993			
R12	0.7141	0.2296	0.0564	E12	0.0758	0.1054	0.8188			
R13	0.7424	0.2108	0.0468	E13	0.0678	0.0938	0.8384			
R14	0.7719	0.1901	0.0380	E14	0.0519	0.0707	0.8774			
	Cor	nposición pur	nto M		0.2906	0.2943	0.0298			
	Composición punto Rn					0.1460	0.0030			

Resultado 2: cálculo de altura de la unidad de transferencia global (H_{tOR}) basada en fase refinado para distintos flujos másicos de solvente de proceso.

Corrida	F (g/s)	$\frac{\dot{S}}{(\frac{cm^3}{s})}$	\dot{S}/A $(\frac{cm^3}{cm^2s})$	$\Delta X 1 = \mathbf{X}_{R,A}$	$\Delta X2 = X_{F, AC} - X_{E1, AC}$	$\frac{\frac{x_{E1,AC}}{\Delta X 1 - \Delta X 2}}{\ln\left(\frac{\Delta X 1}{\Delta X 2}\right)}$	K_{OR} . a $\left(\frac{1}{s}\right)$	H _{tOR} (m)
1	0.22	0.22	0.04	0.20	0.19	1.63	0.00050	74.90
2	0.32	0.31	0.05	0.20	0.17	1.36	0.00061	89.40
3	0.42	0.41	0.07	0.20	0.16	1.08	0.00063	112.99
4	0.52	0.51	0.09	0.21	0.15	0.84	0.00061	145.37
5	0.67	0.65	0.11	0.19	0.15	0.77	0.00072	159.21
Da adicio	atos onales	Área sección transver- sal	5,73 cm ²	Densidad media alimentación	$\frac{1,02}{g}{cm^3}$	Altura efectiva: 122 cm	X _{E, AC}	0,5

Resultado 2: cálculo de número de unidades de transferencia globales (Ntor) basada en fase refinado para distintos flujos másicos de solvente de proceso.

Corrida	E (g/s)	R (g/s)	Pendiente m	R/mE	Ntor
1	0.35	0.07	1.14	0.18	0.97
2	0.49	0.12	1.20	0.20	0.98
3	0.61	0.15	1.17	0.21	1.00
4	0.75	0.18	1.19	0.20	0.92
5	0.95	0.21	1.17	0.19	1.04

Resultado 2: altura teórica de la torre de extracción a diferentes flujos másicos de la alimentación.

F (g/s)	Htor (m)	NTOR	Z (m)	Error
0.22	74.90	0.97	72.99	40 %
0.32	89.40	0.98	88.06	28 %
0.42	112.99	1.00	112.55	8 %
0.52	145.37	0.92	133.35	9 %
0.67	159.21	1.04	165.41	36 %

Resultado 3: eficiencia por etapa por el método de McCabe-Thiele a diferentes flujos másicos de la alimentación.

Flujo alimentación (g/s)	Etapas teóricas	Etapas reales	ε (%)
0.22	6	11	55
0.32	7	11	64
0.42	9	11	82
0.52	9	11	82
0.67	11	11	100

Resultado 4: porcentaje de recuperación de ácido acético a diferentes flujos másicos de alimentación.

F (g/s)	Peso alimentación (g)	Peso extracto saliente primera etapa (g)	X _{F,} ac	Х _{Е1,} АС	Peso de ácido acético en la alimentación (g)	Peso de ácido acético en el extracto (g)	%R _{AC}
0.22	2.20	3.50	0.5	0.31	1.10	1.09	98.64
0.32	3.17	4.90	0.5	0.32	1.59	1.57	98.93
0.42	4.24	6.10	0.5	0.34	2.12	2.07	97.83
0.52	5.21	7.50	0.5	0.34	2.61	2.55	97.89
0.67	6.67	9.50	0.5	0.35	3.34	3.33	99.70

Resultado 5: potencia de mezcla en función de la velocidad de agitación de la torre de extracción York-Scheibel.

ω (rpm)	ω (rps)	P (W)
80	4,800	2,0940.32
100	6,000	4,0899.06
120	7,200	7,0673.58
140	8,400	11,2227.02
160	9,600	16,7522.55

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 8. Análisis estadístico

Tabla para realizar el ANOVA del volumen añadido de ácido acético en diferentes composiciones de mezcla de tolueno y agua.

Varia InfoSta Archivo	t/L - Tabla curva binodalHoja1 Edición Datos Resultados E	stadísticas Gra	áficos Ventanas	Aplicaciones Ayuda					
V: Tabla curva binodalHoja1									
8		.00 :00 =	= = 🕅 🕴						
Caso	Tratamiento-Mezcla inicial	Repetición	Volumen añad	lido de AC (mL)					
1	Т5	1		0.60					
2	T5	2		0.60					
3	T5	3		0.60					
4	T10	1		1.40					
5	T10	2		1.40					
6	T10	3		1.40					
7	T15	1		6.30					
8	T15	2		6.70					
9	T15	3		6.60					
10	T30	1		12.20					
11	T30	2		12.10					
12	T30	3		11.70					
13	T60	1		16.00					
14	T60	2		16.00					
15	T60	3		16.00					
16	T80	1		9.40					
17	T80	2		9.30					
18	T80	3		9.30					
19	Т90	1		3.50					
20	Т90	2		3.50					
21	Т90	3		3.50					
22	T95	1		2.20					
23	T95	2		2.20					
24	T95	3		2.30					
Categó	rica Registros: 24*3	n = 1							

Donde: cada tratamiento es la composición porcentual de mezcla inicial de tolueno y agua.

Resultados del ANOVA del volumen añadido de ácido acético en diferentes composiciones de mezcla de tolueno y agua con una probabilidad del 5 %.

Análisis de la varianza

Variable	N R ²	R	² Aj (CV	
Volumen añadido de AC (mL)	24 1.0	0 1	L.00 1	.90	
Cuadro de Análisis de la Var:	ianza (sc t	tipo I	II)	
F.V.	SC	gl	СМ	F	p-valor
Modelo	649.60	7	92.80	6186.67	<0.0001
Tratamiento-Mezcla inicial	649.60	7	92.80	6186.67	<0.0001
Error	0.24	16	0.02		
Total	649.84	23			

Para obtener la F crítica es necesario definir los grados de libertad de la muestra que se está analizando, que es el tamaño de la muestra tanto en el numerador como el denumerador -1, por lo tanto: 8-1= 7 tal como también lo muestra InfoStat.

Calculando la $F_{c_{7,7}} = 3.847$ es menor a F, además la probabilidad es menor a 0.05 por lo que sí existe diferencia significativa y se rechaza la hipótesis nula.

Tabla para realizar el ANOVA del flujo de refinado obtenido de la torre de extracción York-Scheibel.

Caso	Tratamiento	Repetición	Refinado (g/s)
1	T1	1	0.07
2	T1	2	0.05
3	T1	3	0.09
4	T2	1	0.11
5	T2	2	0.11
6	T2	3	0.12
7	Т3	1	0.13
8	Т3	2	0.15
9	Т3	3	0.19
10	T4	1	0.17
11	T4	2	0.18
12	T4	3	0.20
13	T5	1	0.20
14	Т5	2	0.19
15	Т5	3	0.22
Categórica	Registros: 15*3	n = 1	

Donde: cada tratamiento es a cada flujo de alimentación (g/s).

Resultados del ANOVA del flujo de refinado obtenido de la torre de extracción York-Scheibel.

Análisis de la varianza

Variab	le	Ν	R²	R²	Aj	CV	7
Refinado	(g/s)	15	0.90	0.	.87	13.	18

Cuadro de	Análisis	de 1	la Varia	nza	(SC	tipo	III)
F.V.	SC	gl	СМ	F]	p-valc	r
Modelo	0.03	3 4	0.01	23.	80 <	<0.000)1
Tratamient	o 0.03	3 4	0.01	23.	80 •	<0.000)1
Error	3.7E-03	3 10	3.7E-04				
Total	0.04	1 14					

Para obtener la F crítica es necesario definir los grados de libertad de la muestra que se está analizando, que es el tamaño de la muestra tanto en el numerador como el denumerador -1, por lo tanto: 5-1= 4 tal como también lo muestra InfoStat.

Calculando la $F_{c_{4,4}} = 6.388$ es menor a F, además la probabilidad es menor a 0.05 por lo que sí existe diferencia significativa y se rechaza la hipótesis nula.

Para realizar las curvas de solubilidad de extracto y refinado fue necesario trabajar con promedios, a partir de ahí todos los resultados fueron apromediados, por lo que no se puede realizar un análisis de varianza ya que se trabajan con las medias poblacionales. Se puede validar la significancia estadística a partir de las medias poblacionales y como en estas sí existe una desviación estándar.

Resultado 2: altura teórica de la torre de extracción a diferentes flujos másicos de la alimentación.

F (g/s)	Z (m)	Media	Mediana	Desviación estándar
0.22	72.99			
0.32	88.06			
0.42	112.55	114.47	112.55	36.65
0.52	133.35			
0.67	165.41			

Resultado 3: eficiencia por etapa por el método de McCabe-Thiele a diferentes flujos másicos de la alimentación.

Flujo alimentación (g/s)	ε (%)	Media	Mediana	Desviación estándar	
0.22	55				
 0.32	64				
0.42	82	76.6	82	17.54	
 0.52	82				
 0.67	100				

Resultado 4: porcentaje de recuperación de ácido acético a diferentes flujos másicos de alimentación.

F (g/s)	%Rac	Media	Mediana	Desviación estándar
0.22	98.64			
0.32	98.93			
0.42	97.83	98.598	98.64	0.78
0.52	97.89			
0.67	99.7			

Resultado 5: potencia de mezcla en función de la velocidad de agitación de la torre de extracción York-Scheibel.

ω(rpm)	P (W)	Media	Mediana	Desviación estándar
80	20,940.32			
100	40,899.06	-		
120	70,673.58	82,453	70,673.58	58,678.39
140	112,227.02	-		
160	167,522.55	-		

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 9. **Presupuesto**

Presupuesto estimado de reactivos

Reactivo	Fuente	Unidad	Costo unitario (Q)	Cantidad	Costo total (Q)
Tolueno	Lafimarq	galón	105.00	1	105.00
Ácido acético	Lafimarq	galón	75.00	1	75.00
Agua desmineralizada	Quimiprova	galón	10.00	1	10.00
Total					190.00

• Presupuesto estimado de instrumentos de medición

Instrumento	Descripción	Fuente	Costo unitario (Q)	Cantidad	Costo total (Q)
Balanza compacta	Capacidad máxima 2kg.	Prolab	1,075.74	1	1,075.74
Cronómetro	Timer con 3 canales y alarma	Prolab	403.14	1	403.14
Termómetro digital	Rango de medición -20 a 110⁰C	Prolab	57.30	1	57.30
Cinta métrica	Marca Stanley de 5 metros	Novex, Guatemala	55.00	1	55.00
Vernier	Capacidad: Diámetro 15 cm	Cemaco	199.99	1	199.99
Total					1,791.17

Presupuesto estimado del equipo

Instrumento	Costo unitario estimado (Q)	Cantidad	Costo total (Q)
Torre de extracción agitada York- Scheibel	100,000.00	1	100,000.00

• Presupuesto estimado para material de laboratorio

Material	Descripción	Fuente	Costo unitario (Q)	Cantidad	Costo total (Q)
Pizetas	Material de polietileno con capacidad de 250 mL	Prolab	50.36	1	50.36
Soporte universal	Tamaño de la base: 6" x 9" Largo de la varilla: 24" Diámetro de la varilla: 1/2"	Prolab	238.73	1	238.73
Pinza doble para bureta	Tipo Fisher de polipropileno	Prolab	70.85	1	70.85
Succionador de pipeta	Con émbolo resistente a sustancias ácidas y alcalinas	Prolab	143.74	1	143.74
	Total				503.68

• Presupuesto estimado para cristalería

Cristalería	Descripción	Fuente	Costo unitario (Q)	Cantidad	Costo total (Q)
Matraz Erlenmeyer	Capacidad de 125 mL	Prolab	76.21	4	30,84
Pipeta serológica	Punta abierta, para tapón de algodón. Capacidad 10 mL	Prolab	46.55	2	93,10
Bureta	Recta, de llave de vidrio de 25 mL	Prolab	895.30	1	895,30
Beaker	Regular, forma baja y graduado. Capacidad 500 mL	Prolab	72.09	2	144,18
Beaker	Regular, forma baja y graduado. Capacidad 250 mL	Prolab	61.71	2	123,42
Beaker	Regular, forma baja y graduado. Capacidad 100 mL	Prolab	48.85	2	97,70
Balón aforado	Capacidad de 500 mL	Prolab	120.30	1	120,30
Probeta	Línea TEKK®, escala métrica blanca, con base hexagonal de vidrio. Capacidad de 10 mL	Prolab	113.02	2	226,04
Probeta	De polipropileno, base hexagonal. Capacidad 2000 mL	Prolab	300.72	1	300,72
Tubos de ensayo	Capacidad de 75 mL	Prolab	8.72	20	174,4
	Total				760.10
Continuación del apéndice 9.

• Presupuesto estimado para la elaboración de la investigación.

Especificación	Costo total (Q)				
Reactivo	190.00				
Instrumento de medición	1,791.17				
Equipo de extracción York-Scheibel	100,000.00				
Material de laboratorio	503.68				
Cristalería	2,480.00				
Total	103,244.95				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 10. Fotografías

 Realización de la curva binodal de solubilidad para el sistema ternario agua-tolueno-ácido acético. Adición de ácido acético a mezclas binarias de tolueno y agua



Continuación del apéndice 10.

 Separación de la fase orgánica y acuosa previo a ser una mezcla homogénea



Continuación del apéndice 10.

- Torre de extracción agitada York-Scheibel

Continuación del apéndice 10.

 Mantenimiento de torre de extracción que incluye: cambio de tubería plástica, limpieza interna de piezas, mantenimiento de motor, cambio de sostenedores, abrazaderas



Fuente: [Fotografías de Heidy Judith Mayorga León]. (Laboratorio de Operaciones Unitarias, edificio T-5, Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala. 2021). Colección particular. Guatemala.

ANEXO

Anexo 1. Valores críticos de F para contraste de una cola

v ₂							٧ ₁						
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.745	8.703	8.660
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.912	5.858	5.803
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.678	4.619	4.558
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.000	3.938	3.874
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.575	3.511	3.445
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.284	3.218	3.150
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.073	3.006	2.936
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.913	2.845	2.774
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.788	2.719	2.646
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.687	2.617	2.544
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.604	2.533	2.459
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.534	2.463	2.388
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.475	2.403	2.328
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.425	2.352	2.276
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450	2.381	2.308	2.230
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.342	2.269	2.191
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.308	2.234	2.155
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.278	2.203	2.124

 v_1 = número de grados de libertad del numerador y v_2 = número de grados de libertad del denominador.

Fuente: Miller y Miller. (2002). Estadística y quimiometría para química analítica. p. 264.