

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

**INFLUENCIA DE LA RELACIÓN DE FASES EN EL DESEMPEÑO  
FLUIDODINÁMICO DE UNA COLUMNA RELLENA CON EMPAQUE  
ESTRUCTURADO SMVP, CON DIRECCIÓN DE TRANSFERENCIA DE MASA  
DE LA FASE CONTINUA A LA FASE DISPERSA**

**Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
para optar al Título de Ingeniero Químico  
Por el Br. Riccelli De Pascale, Roberto Diego  
y la Br. Zghun Teilo, Angela María**

**Caracas, Noviembre de 2002**

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

**INFLUENCIA DE LA RELACIÓN DE FASES EN EL DESEMPEÑO  
FLUIDODINÁMICO DE UNA COLUMNA RELLENA CON EMPAQUE  
ESTRUCTURADO SMVP, CON DIRECCIÓN DE TRANSFERENCIA DE MASA  
DE LA FASE CONTINUA A LA FASE DISPERSA**

**Tutores Académicos: Prof. Hinda Elman  
Prof. Carlos Morales**

**Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
para optar al Título de Ingeniero Químico  
Por el Br. Riccelli De Pascale, Roberto Diego  
y la Br. Zghun Teilo, Angela María**

**Caracas, Noviembre de 2002**

**Riccelli De Pascale, Roberto Diego**

**Zghun Teilo, Angela María**

**INFLUENCIA DE LA RELACIÓN DE FASES EN EL DESEMPEÑO  
FLUIDODINÁMICO DE UNA COLUMNA RELLENA CON EMPAQUE  
ESTRUCTURADO SMVP, CON DIRECCIÓN DE TRANSFERENCIA DE MASA  
DE LA FASE CONTINUA A LA FASE DISPERSA**

**Tutores Académicos: Prof.Hinda Elman y Prof.Carlos Morales**

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

**Escuela de Ingeniería Química. Año 2001, 153 p.**

Los elementos de mezclado estático son empleados hoy en día para una amplia gama de aplicaciones en la ingeniería de procesos. Estos elementos inducen un mezclado transversal intensivo inhibiendo el mezclado axial. Las ecuaciones que permiten modelar adecuadamente el comportamiento de dos fases líquidas en el empaque Sulzer SMVP no se encuentran completamente desarrolladas. En este trabajo se realizaron pruebas experimentales en una columna de extracción líquido-líquido rellena con este tipo de empaque, con el flujo a contracorriente, utilizando el sistema n-butanol – ácido succínico – agua, con dirección de transferencia de masa de la fase continua (acuosa) a la fase dispersa (orgánica), con el objeto de evaluar la capacidad del empaque y su eficiencia en los procesos de transferencia de masa.

Se analizó el efecto de la relación de fases en el desempeño fluidodinámico y la eficiencia del proceso de transferencia de masa desde la fase continua hacia la fase dispersa, y se evaluó la exactitud de los modelos reportados en la literatura para la determinación de la retención de la fase dispersa y la capacidad máxima de la columna.

Los experimentos se llevaron a cabo en una columna de extracción de 10 cm de diámetro y 4,45 m de altura total, con 4 m de altura de empaque constituido por 19 elementos SMV tipo 350Y de 21 cm de altura cada uno, divididos por placas de flujo dual.

El área superficial del relleno es de  $353 \text{ m}^2/\text{m}^3$ , con una porosidad del 96%. Por la parte inferior de la columna se encuentra un distribuidor para la fase dispersa semi-saturada con agua, y la fase continua semi-saturada con n-butanol y al 1% en peso de ácido succínico, es alimentada por la parte superior. La fase dispersa asciende por la columna en forma de pequeñas gotas, y decanta en el tanque de coalescencia, lo que permite la separación de las fases por gravedad. Para una óptima operación se dispone de un sistema de control automático del nivel de la interfase.

Se realizaron corridas experimentales en la Planta Piloto para diferentes relaciones de fase comprendidas entre 0,35 y 2,00, tomando muestras de ambas fases de producto a diferentes intervalos de tiempo según el caso, hasta alcanzar el estado estacionario de transferencia de masa, el cual se precisó por titulación. Se midieron los flujos volumétricos de las fases en estado estacionario, así como sus densidades, viscosidades y tensión interfacial. Se determinó la retención de la fase dispersa por desplazamiento una vez decantada. Finalmente se incrementaron las cargas manteniendo la relación de fases hasta alcanzar la inundación para determinar las velocidades y la retención a carga máxima.

Los valores de capacidad máxima obtenidos oscilan entre 46,8 y  $65,6 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ . El modelo que mejor reproduce el comportamiento para la carga máxima fue el de Kumar y Hartland, para la retención en la inundación el modelo de Streiff y Jancic y para la retención de la fase dispersa el modelo de Mackowiak y Billet.

## Índice

<b><i>Índice de Tablas</i></b>	<b><i>v</i></b>
<b><i>Índice de Figuras</i></b>	<b><i>vii</i></b>
<b><i>Lista de Símbolos</i></b>	<b><i>ix</i></b>
<b><i>1. Introducción</i></b>	<b><i>1</i></b>
1.1. Antecedentes	1
1.2. Planteamiento del Problema	4
1.3. Objetivos	5
<b><i>2. Generalidades</i></b>	<b><i>6</i></b>
2.1.1. Aplicaciones	6
2.1.2. Equipos Industriales de Contacto Continuo	8
2.2. Columnas empacadas para servicios de extracción líquido-líquido. Rellenos estructurados	12
2.2.1. Columnas Empacadas	12
2.2.2. Diferencia entre empaques estructurados y empaques al azar	13
2.2.3. Empaque estructurado Sulzer SMVP	14
<b><i>3. Ley de distribución</i></b>	<b><i>17</i></b>
<b><i>4. Análisis de las variables de proceso en una extracción en fase líquida</i></b>	<b><i>20</i></b>
4.1. Velocidad de Deslizamiento	20
4.1.1. Modelo de Mackowiak y Billet	21
4.1.2. Modelo de Streiff y Jancic	22
4.1.3. Modelo de Seibert y Fair	23
4.2. Tamaño de Gota	24

4.2.1 Modelo de Kumar y Hartland	25
4.2.2. Modelo de Seibert y Fair	27
4.2.3. Modelo de Mackowiak y Billet	29
4.2.4. Modelo de Mackowiak	30
4.2.5. Modelo de Streiff y Jancic	31
4.3. Velocidad Terminal	33
4.3.1. Modelo de Seibert y Fair	33
4.3.2. Modelo de Seibert y Humphrey	36
4.3.3. Modelo de Mackowiak y Billet	37
4.4. Retención	39
4.4.1. Modelo de Kumar y Hartland	39
4.4.2. Modelo de Seibert y Fair	40
4.4.3. Modelo Mackowiak y Billet	41
4.5. Cargas límites	46
4.5.1. Modelo de Kumar y Hartland	47
4.5.2. Modelo de Seibert y Fair	48
4.5.3. Modelo Mackowiak y Billet	50
4.5.4. Modelo de Streiff y Jancic	52
<b>5. Transferencia de masa en un proceso de extracción líquido-líquido</b>	<b>55</b>
5.1. Contacto de etapa múltiple en contracorriente	55
5.2. Aplicación a la Extracción	58
5.3. Altura Equivalente a un Plato Teórico HETP	59
5.4. Mezclado Axial	60
<b>6. Descripción de la unidad piloto</b>	<b>62</b>
<b>7. Metodología para realizar el estudio fluidodinámico</b>	<b>68</b>
<b>8. Procedimiento experimental</b>	<b>74</b>

8.1. Procedimiento para el servicio de agua desmineralizada a la planta piloto. _____	74
8.2. Procedimiento para la saturación parcial de la fase orgánica. _____	74
8.3. Procedimiento para la saturación parcial de la fase acuosa. _____	74
8.4. Procedimiento para preparar una solución al 1% peso _____	75
8.5. Procedimiento de arranque de la planta de extracción líquido-líquido. _____	75
8.6. Procedimiento para las pruebas en el estado estacionario de transferencia de masa. _____	76
8.7. Procedimiento para la determinación de la retención de la fase dispersa. _____	76
8.8. Procedimiento para la determinación de las pruebas de inundación. _____	77
8.9. Procedimiento para la limpieza de la unidad piloto. _____	77
8.10. Procedimiento para la determinación experimental de la curva de equilibrio a 28°C del sistema n-butanol-ácido succínico-agua _____	77
<b>9. Plan de Experiencias _____</b>	<b>79</b>
<b>10. Discusión de Resultados _____</b>	<b>83</b>
<b>11. Conclusiones _____</b>	<b>126</b>
<b>12. Recomendaciones _____</b>	<b>128</b>
<b>13. Bibliografía _____</b>	<b>129</b>
<b>Anexo N° 1. Resultados Intermedios _____</b>	<b>132</b>
<b>Anexo N° 3. Hoja de Datos para las Pruebas Experimentales _____</b>	<b>138</b>
<b>Anexo N° 4: Hoja de Datos de las Pruebas de Equilibrio. _____</b>	<b>142</b>
<b>Anexo N° 5. Calibración de los Rotámetros FI-100 y FI-200 _____</b>	<b>144</b>

## Índice de Tablas

<i>Tabla N° 1. Características de equipos comerciales de extracción.</i>	10
<i>Tabla N° 2. Datos de equilibrio para el sistema n-butanol - Ácido Succínico – Agua a 20°C</i>	19
<i>Tabla N° 3. Comparación entre los valores experimentales y predichos del diámetro de gota, sin Transferencia de Masa.</i>	32
<i>Tabla N° 4. Inventario general de equipos instalados en la planta piloto.</i>	62
<i>Tabla N° 5. Pruebas realizadas para la validación del método de titulación.</i>	79
<i>Tabla N° 6. Pruebas realizadas para la validación del método de saturación parcial.</i>	80
<i>Tabla N° 7. Pruebas realizadas para la determinación de equilibrio.</i>	80
<i>Tabla N° 8. Relaciones de fases a emplear.</i>	82
<i>Tabla N° 9. Error experimental asociada a cada parámetro, de acuerdo a la propagación del error.</i>	87
<i>Tabla N° 10. Balance de Masa Global</i>	88
<i>Tabla N° 11. Balance de Masa en Ácido Succínico.</i>	89
<i>Tabla N° 12. Velocidad de Deslizamiento.</i>	91
<i>Tabla N° 13. Velocidad Terminal según los modelos teóricos.</i>	93
<i>Tabla N° 14. Diámetro de Gota según los modelos teóricos.</i>	94
<i>Tabla N° 15. Efecto de la cercanía de la inundación en el modelo de Seibert y Fair.</i>	103
<i>Tabla N° 16. Resultados reportados por los investigadores Seibert, Fair y Humphrey Fair, en comparación con los reportados en este trabajo</i>	106
<i>Tabla N° 17. Tiempos de Estabilización</i>	117
<i>Tabla N° 18. Tiempos de Estabilización Teóricos y Experimentales.</i>	118
<i>Tabla N° 19. Porcentaje de Extracción</i>	120
<i>Tabla N° 20. Altura Equivalente a un Plato Teórico.</i>	121
<i>Tabla N° 21. Relación entre el balance de masa por componente y el número de etapas ideales.</i>	122
<i>Tabla N° 22. Resultados experimentales reportados por los investigadores Seibert, Humphrey y Fair</i>	124



<i>Tabla N° 23. Retención Experimental de la Fase Dispersa, en el Estado Estacionario de Transferencia de Masa.</i>	132
<i>Tabla N° 24. Retención de la Fase Dispersa Experimental y Teórica</i>	132
<i>Tabla N° 25. Retención de la Fase Dispersa Experimental y Teórica, en la inundación.</i>	133
<i>Tabla N° 26. Velocidad de Inundación Experimental y Teórica.</i>	134
<i>Tabla N° 27. Capacidad Máxima en la Columna de Extracción</i>	134
<i>Tabla N° 28. Densidad promedio para cada una de las corridas.</i>	135
<i>Tabla N° 29. Viscosidad promedio para cada una de las corridas.</i>	135
<i>Tabla N° 30. Tensión Interfacial promedio para cada una de las corridas.</i>	136
<i>Tabla N° 31. Resultados de las pruebas de equilibrio a 28°C.</i>	137
<i>Tabla N° 32. Datos Iniciales (Corrida N°1).</i>	138
<i>Tabla N° 33. Caudales reales de la fase continua y dispersa a la entrada y salida, hasta alcanzar el estado estacionario fluidodinámico (Corrida N°1).</i>	139
<i>Tabla N° 34. Composición de ácido succínico en la Fase Continua y Fase Dispersa, hasta alcanzar el estado estacionario (Corrida N°1).</i>	139
<i>Tabla N° 35. Propiedades físicas de las salidas en el estado estacionario de transferencia de masa C→D (Corrida N°1).</i>	140
<i>Tabla N° 36. Datos para evaluar la retención de la fase dispersa experimental (Corrida N°1).</i>	140
<i>Tabla N° 37. Velocidades de inundación de la fase continua y dispersa experimental (Corrida N°1).</i>	141
<i>Tabla N° 38. Datos para evaluar la retención en la inundación de la fase dispersa experimental (Corrida N°1).</i>	141
<i>Tabla N° 39. Pruebas de Equilibrio</i>	142

## Índice de Figuras

<i>Figura N° 1. Representación de las concentraciones en el equilibrio.</i>	18
<i>Figura N° 2. Velocidad de deslizamiento de las fases como una función de la retención para cuatro sistemas: 1) Tetracloruro de carbono/agua (<math>n=0,26</math>), 2) Kerosén/agua (<math>n=0,44</math>), 3) Tolueno/agua (<math>n=0</math>), 4) Butanol/agua (<math>n=0,26</math>).</i>	23
<i>Figura N° 3. Perfil del tamaño de gota en función de la altura de la columna.</i>	25
<i>Figura N° 4. Geometría de formación de la gota. Fuente: Sattler, 1995</i>	27
<i>Figura N° 5. Balance de Fuerzas en una Gota. Fuente: Seibert y Humphrey, 1995.</i>	35
<i>Figura N° 6. Arreglo de las gotas en la inundación. Fuente: Seibert y Fair, 1988.</i>	41
<i>Figura N° 7. Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase continua para empaques apilados. Parámetro: velocidad superficial de la fase dispersa. Fuente: Mackowiak y Billet, 1986.</i>	43
<i>Figura N° 8. Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase dispersa. Parámetro: velocidad superficial de la fase continua. Fuente: Mackowiak y Billet, 1986.</i>	44
<i>Figura N° 9. Relación <math>U_{slip}/U_T</math> como una función de <math>(1-\phi_d)</math>. Para láminas de metal, empaques plásticos y para anillos Bialecki apilados.</i>	51
<i>Figura N° 10. Capacidades en el punto de inundación para el empaque Sulzer SMV. Fuente: Streiff y Jancic, 1984.</i>	53
<i>Figura N° 11. Diagrama de retención para el sistema Butanol/Agua. Fuente: Streiff y Jancic, 1984.</i>	54
<i>Figura N° 12. Balance de Materia en un Contactor.</i>	56
<i>Figura N° 13. Diagrama de McCabe-Thiele.</i>	58
<i>Figura N° 14. Efecto del mezclado axial en los perfiles de concentración en las torres de extracción. Fuente: Treybal, 1988</i>	60
<i>Figura N° 16. Esquema de la columna de extracción. Fuente: Di Sarli y García, 2000.</i>	65
<i>Figura N° 17. Curva de Equilibrio a 28°C, del Sistema n-Butanol - Ácido Succínico - Agua.</i>	84
<i>Figura N° 18. Fase Orgánica Parcialmente Saturada.</i>	85

<i>Figura N° 19. Fase Acuosa Parcialmente Saturada.</i>	86
<i>Figura N° 20. Comportamiento de la velocidad de deslizamiento.</i>	92
<i>Figura N° 21. Comportamiento de la Retención para una Velocidad Constante de la Fase Continua (<math>4 \cdot 10^{-3}</math> m/s).</i>	96
<i>Figura N° 22. Comportamiento de la Retención para una Velocidad Constante de la Fase Dispersa (<math>3 \cdot 10^{-3}</math> m/s).</i>	96
<i>Figura N° 23. Modelo de Kumar y Hartland para la retención de la fase dispersa a una velocidad de la fase continua constante.</i>	97
<i>Figura N° 24. Modelo de Kumar y Hartland para la retención de la fase dispersa a una velocidad de la fase dispersa constante (<math>U_d = 3,00 \cdot 10^{-3}</math>)</i>	99
<i>Figura N° 25. Retención de la fase dispersa por el modelo de Seibert y Fair.</i>	100
<i>Figura N° 26. Retención de la Fase Dispersa por el Modelo de Seibert y Fair <math>\lambda = 0,55</math></i>	102
<i>Figura N° 27. Comportamiento de la Retención con la Velocidad de la Fase Dispersa.</i>	104
<i>Figura N° 28. Constante del Empaque SMVP <math>C_{1e}</math> para el modelo de Mackowiak y Billet.</i>	105
<i>Figura N° 29. Retención de la fase dispersa reportada por los modelos fluidodinámicos</i>	107
<i>Figura N° 30. Retención de la Fase Dispersa en la Inundación</i>	109
<i>Figura N° 31. Constante C por el Modelo de Mackowiak y Billet (inundación)</i>	110
<i>Figura N° 32. Variación en la Velocidad de la Fase Continua en la Inundación</i>	112
<i>Figura N° 33. Relación de velocidades de inundación (Modelo Kumar y Hartland).</i>	113
<i>Figura N° 34. Capacidad Límite de la Columna</i>	115

### Lista de Símbolos

<b>a</b>	Área Interfacial por unidad de volumen ( $\text{m}^2/\text{m}^3$ )
<b>A<sub>c</sub></b>	Área de la sección transversal de la columna ( $\text{m}^2$ )
<b>a<sub>ct</sub></b>	Actividad (Adimensional)
<b>a<sub>p</sub></b>	Área superficial específica del relleno ( $\text{m}^2/\text{m}^3$ )
<b>AARD</b>	Valor absoluto promedio de la desviación relativa (Adimensional)
<b>C</b>	Concentración ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>c</sub></b>	Concentración en la fase continua ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>c</sub><sup>*</sup></b>	Concentración en el equilibrio de soluto en la fase continua ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>c,i</sub></b>	Concentración de soluto en la interfase de la fase continua ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>d</sub></b>	Concentración en la fase dispersa ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>d</sub><sup>*</sup></b>	Concentración en el equilibrio de soluto en la fase dispersa ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>d,i</sub></b>	Concentración de soluto en la interfase de la fase dispersa ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )
<b>C<sub>D</sub></b>	Coefficiente de arrastre (Adimensional)
<b>C<sub>oo</sub></b>	Constante de la Ecuación N° 25 y Ecuación N° 27 (Adimensional)
<b>C<sub>o</sub>(Re<sub>c</sub>)</b>	Constante de la Ecuación N° 26 (Adimensional)
<b>C<sub>1</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 37
<b>C<sub>1c</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 46
<b>C<sub>2c</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 46
<b>C<sub>1d</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 47
<b>C<sub>2</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 14
<b>C</b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 53 y Ecuación N° 54
<b>C<sub>0</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 11
<b>C<sub>0a</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 42 y Ecuación N° 43
<b>C<sub>1e</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 41
<b>C<sub>F</sub></b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 18
<b>D<sub>c</sub></b>	Coefficiente de difusión de soluto en la fase continua ( $\text{m}^2/\text{s}$ )
<b>D<sub>d</sub></b>	Coefficiente de difusión de soluto en la fase dispersa ( $\text{m}^2/\text{s}$ )

---



---

<b>E</b>	Factor de extracción (Adimensional)
<b>d<sub>vs</sub></b>	Diámetro medio Sauter de las gotas (m)
<b>d<sub>vs,fl</sub></b>	Diámetro medio Sauter de las gotas en la inundación (m)
<b>d<sub>h</sub></b>	Diámetro hidráulico del empaque (m)
<b>D<sub>col</sub></b>	Diámetro de la columna (m)
<b>F</b>	Fuerza (N)
<b>g</b>	Aceleración de gravedad (m/s <sup>2</sup> )
<b>h<sub>gc</sub></b>	Altura de la columna (m)
<b>h<sub>relleno</sub></b>	Altura de relleno (m)
<b>h</b>	Altura de la sección cónica de la gota (m)
<b>HETP</b>	Altura equivalente a un plato teórico (m)
<b>HTU<sub>oc</sub></b>	Altura global de una unidad de transferencia de masa para la fase continua (m)
<b>H<sub>g</sub></b>	Altura total de la gota (m)
<b>K</b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 60
<b>K<sub>c</sub></b>	Coefficiente de película de transferencia de masa en la fase continua (m/s)
<b>K<sub>d</sub></b>	Coefficiente de película de transferencia de masa en la fase dispersa (m/s)
<b>K<sub>oc</sub></b>	Coefficiente global de transferencia de masa de la fase continua (m/s)
<b>K<sub>od</sub></b>	Coefficiente global de transferencia de masa de la fase dispersa (m/s)
<b>K<sub>oc</sub>*a</b>	Coefficiente volumétrico de transferencia de masa de la fase dispersa (m/s)*(m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> )
<b>m</b>	Parámetro empírico constante de la Ecuación N° 57
<b>m<sub>dc</sub></b>	Coefficiente de distribución (Adimensional)
<b>NDP</b>	Número de datos (Adimensional)
<b>N</b>	Flujo de transferencia de masa (Kg/m <sup>2</sup> *s)
<b>Nt</b>	Flujo de transferencia de masa total (Kg/m <sup>2</sup> *s)
<b>NTU<sub>oc</sub></b>	Número unidades de transferencia de masa global para la fase continua (Adimensional)
<b>NTU</b>	Número unidades de transferencia de masa (Adimensional)

---

---



---

<b><math>Q_C</math></b>	Flujo volumétrico de la fase continua ( $m^3/s$ )
<b><math>Re_c</math></b>	Número de Reynolds de la fase continua (Adimensional)
<b><math>Re_d</math></b>	Número de Reynolds de la fase dispersa (Adimensional)
<b><math>Sc_c</math></b>	Número Schmidt de la fase continua (Adimensional)
<b><math>Sc_d</math></b>	Número Schmidt de la fase dispersa (Adimensional)
<b><math>t_e</math></b>	Tiempo de escurrimiento (s)
<b><math>t_d</math></b>	Tiempo de residencia de la gota (s)
<b><math>U_0</math></b>	Velocidad característica (m/s)
<b><math>U_{slip}</math></b>	Velocidad de deslizamiento (m/s)
<b><math>U_c</math></b>	Velocidad superficial de la fase continua (m/s)
<b><math>U_d</math></b>	Velocidad superficial de la fase dispersa (m/s)
<b><math>U_{c,fl}</math></b>	Velocidad superficial de la fase continua en la inundación (m/s)
<b><math>U_{d,fl}</math></b>	Velocidad superficial de la fase dispersa en la inundación (m/s)
<b><math>U_T</math></b>	Velocidad terminal de una sola gota en un medio infinito (m/s)
<b><math>We_c</math></b>	Número de Weber de la fase continua (Adimensional)
<b><math>x</math></b>	Fracción molar (Adimensional)
<b><math>x_{C-B}</math></b>	Concentración de soluto (C) en la fase extracto ( $Kg/m^3$ )
<b><math>y_{C-A}</math></b>	Concentración de soluto (C) en la fase refinado ( $Kg/m^3$ )
<b><math>Z</math></b>	Altura de contacto(m)

### Símbolos griegos

<b><math>\beta_r</math></b>	Porcentaje de inundación en el diseño (Adimensional)
<b><math>\Delta C</math></b>	Diferencia de las concentraciones de soluto en las dos fases con respecto a los valores de equilibrio ( $Kg/m^3$ )
<b><math>\Delta \rho</math></b>	Diferencia de densidad entre las fases ( $Kg/m^3$ )
<b><math>\Delta P</math></b>	Diferencia de presiones a través de una superficie curva (Pa)
<b><math>\varepsilon</math></b>	Fracción vacía del relleno (Adimensional)
<b><math>\phi_s</math></b>	Retención estática de la fase dispersa (Adimensional)

$\phi_{d,máx}$	Retención máxima de la fase dispersa (Adimensional)
$\phi_d$	Retención operacional de la fase dispersa (Adimensional)
$\phi_{d,\Pi}$	Retención operacional de la fase dispersa en la inundación (Adimensional)
$\lambda$	Relación entre las velocidades superficiales de las fases dispersa y continua (Adimensional)
$\Phi$	Criterio para la determinación del coeficiente de transferencia de masa de la fase dispersa, $k_d$ (Adimensional) (Ecuación N° 23)
$\mu_c$	Viscosidad dinámica de la fase continua (Pa*s)
$\mu_d$	Viscosidad dinámica de la fase dispersa (Pa*s)
$\nu_c$	Viscosidad cinemática de la fase continua (m <sup>2</sup> /s)
$\rho_c$	Densidad de la fase continua (Kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_d$	Densidad de la fase dispersa (Kg/m <sup>3</sup> )
$\sigma$	Tensión interfacial (N/m)
$\psi_m$	Coeficiente de resistencia de la fase continua de la Ecuación N° 57 y Ecuación N° 58 (Adimensional)
$\zeta$	Tortuosidad (Adimensional)
$\gamma$	Coeficiente de actividad (Adimensional)

## 1. Introducción

Los elementos de mezclado estático son empleados hoy en día para una amplia gama de aplicaciones en la ingeniería de procesos. Estos elementos inducen un mezclado transversal intensivo inhibiendo el mezclado axial. Las ecuaciones que permiten modelar adecuadamente el comportamiento de dos fases líquidas en el empaque Sulzer SMVP no se encuentran completamente desarrolladas.

En este trabajo se realizaron pruebas experimentales en una columna de extracción líquido-líquido rellena con este tipo de empaque, con el flujo a contracorriente, utilizando el sistema n-butanol – ácido succínico – agua (B-AS-A), con dirección de transferencia de masa de la fase continua (acuosa) a la fase dispersa (orgánica), con el objeto de evaluar la capacidad del empaque y su eficiencia en los procesos de transferencia de masa.

### 1.1. Antecedentes

Durante los últimos años se ha ido estableciendo un abanico de posibilidades en crecimiento para los cuales la extracción en fase líquida en columnas empacadas es la mejor alternativa en separación, por lo tanto se han desarrollado una serie de investigaciones encargadas de analizar el comportamiento fluidodinámico y de transferencia de masa en columnas empacadas con rellenos estructurados.

- **Año 1984.** Los investigadores Streiff y Jancic desarrollaron modelos empíricos que permiten predecir la velocidad de deslizamiento, tamaño de gota, y retención en la inundación para columnas empacadas con relleno Sulzer SMV, y para el sistema n-butanol-agua.



- **Año 1984.** Los investigadores Streiff y Jancic desarrollaron modelos empíricos que permiten predecir la velocidad de deslizamiento, tamaño de gota, y retención en la inundación para columnas empacadas con relleno Sulzer SMV, y para el sistema n-butanol-agua.
- **Año 1986.** Los investigadores Mackowiak y Billet desarrollaron modelos empíricos que permiten predecir la velocidad de deslizamiento, tamaño de gota, retención de la fase dispersa y capacidad máxima para columnas empacadas con rellenos al azar y estructurados, para diferentes sistemas químicos.
- **Año 1987.** Los investigadores Seibert, Fair desarrollaron modelos teóricos que permiten predecir la velocidad terminal y deslizamiento, tamaño de gota, retención de la fase dispersa y carga máxima para diversos sistema entre los cuales se encuentran el sistema B-AS-A, y el empaque Sulzer SMV analizando la fluidodinámica y el proceso de transferencia de masa en columnas de extracción.
- **Año 1993.** EL invetigados Mackowiak desarrolló un modelo empírico que permite mejorar la predicción de la capacidad máxima para columnas empacadas con rellenos al azar y estructurados, para diferentes sistemas químicos.
- **Año 1994.** Los investigadores Kumar y Hartland desarrollaron modelos empíricos que permiten predecir el tamaño de gota, la retención de la fase dispersa y capacidad máxima para columnas empacadas con rellenos al azar y estructurados, para diferentes sistemas químicos ente los que se encuentra el sistema B-AS-A.
- **Año 1995.** Los investigadores Seibert, Fair y Humphrey realizaron pruebas experimentales para el sistema B-AS-A, y el empaque Sulzer SMV analizando la fluidodinámica y el proceso de transferencia de masa en columnas de extracción.

- ***Año 2000.*** Arranque y evaluación fluidodinámica de una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando como sistema de trabajo naftas-solución de soda cáustica, desarrollado por Di Sarli G. y García H.
- ***Año 2001.*** Selección de un sistema químico para evaluar el desempeño fluidodinámico de la columna, el cual fue el resultado de un compromiso entre la selectividad, toxicología, propiedades físicas del sistema y disponibilidad en el mercado venezolano. Esta selección estuvo a cargo de la Pérez A.
- ***Año 2001.*** Evaluación fluidodinámica de una columna rellena con empaque estructurado SMVP, empleando como sistema de trabajo n-butanol/ácido succínico/agua, desarrollado por Ávila H. Y García A.

## 1.2. Planteamiento del Problema

Debido a que los empaques estructurados pertenecen a una generación relativamente joven; su comportamiento fluidodinámico aún no está totalmente definido, y las ecuaciones que podrían modelarlos tampoco han sido probadas en su totalidad.

De estudios anteriores, desarrollados por diversos autores, se sabe que tanto la dirección de la transferencia de masa como la presencia de un soluto que se distribuye entre las fases, influyen en el tamaño de las gotas de la fase dispersa y esto a su vez influye en la retención de la fase dispersa, que afecta tanto a la eficiencia de la separación como a la capacidad máxima de la columna.

El objetivo fundamental de este trabajo está dirigido a recopilar la mayor cantidad de información que permita establecer parámetros de diseño y condiciones óptimas de operación de las columnas empacadas con relleno SMVP, puesto que la unidad piloto objeto de estudio es la única columna empacada con ese relleno estructurado para extracción en fase líquida existente en el país, pudiéndose desarrollar sucesivas investigaciones que conduzcan a nuevas aplicaciones sobre la base de los resultados obtenidos.

### 1.3. Objetivos

#### *Principal*

- Estudiar el comportamiento fluidodinámico y de transferencia de masa de una columna de extracción líquido-líquido rellena con empaque estructurado Sulzer SMVP, para el sistema n-butanol - ácido succínico – agua, con dirección de transferencia de masa de la fase continua a la fase dispersa, con una concentración de 1% en peso para la fase continua.

#### *Secundarios*

- Determinar la curva de equilibrio para el sistema butanol – ácido succínico – agua a 28 °C y presión atmosférica.
- Analizar el efecto de la velocidad para las fases continua y dispersa que se emplee en el desempeño fluidodinámico y en la eficiencia en el proceso de transferencia de masa de la fase continua a la fase dispersa.
- Evaluar la exactitud con la que los diferentes modelos existentes en la literatura reproducen algunas de las variables fluidodinámicas del proceso de extracción líquido-líquido bajo consideración, con miras a determinar, el o los modelos mas adecuados para el sistema y empaque utilizado.
- Determinar la altura equivalente a un plato teórico.

## **2. Generalidades**

A continuación se expondrá de que se trata el proceso de extracción líquido-líquido, la aplicabilidad de este proceso de separación y los tipos de equipos de contacto continuo que se conocen hasta el momento. Adicionalmente se describirá las ventajas y aplicabilidad del empaque Sulzer SMVP en la industria química.

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

La extracción en fase líquida, llamada también extracción por disolvente, es un método para separar los componentes de una solución y, por ende, una de las diversas operaciones de transferencia de masa en la tecnología química. Esta operación de transferencia suele basarse en la distribución desigual en el equilibrio, de las sustancias que han de separarse entre dos fases líquidas mutuamente insolubles o parcialmente solubles.[Treybal, 1968]

A pesar del gran número de artículos que han aparecido en la literatura, hay relativamente poca información publicada sobre el diseño de contactores a escala industrial. La gran mayoría de los artículos informa acerca de unidades a pequeña escala en laboratorios que operan con un número limitado de sistemas, y el resultado de los trabajos ofrece una guía para el diseño industrial. Sin embargo, las impurezas presentes en los licores de los procesos industriales pueden tener una profunda influencia en la velocidad de transferencia de masa por su efecto en la tensión interfacial. [Madhavan, 2000]

#### **2.1.1. Aplicaciones**

Las aplicaciones de la extracción líquida se clasifican en varias categorías: aquellas aplicaciones de la extracción en que la misma está en competencia directa con otros métodos de separación y aquellas aplicaciones en que es el único método adecuado. [Treybal, 1988]

- **En competencia con otras operaciones de transferencia de masa:** Aquí, los costos relativos son importantes. La destilación y la evaporación son métodos directos de separación; los productos obtenidos están formados básicamente de sustancias puras. Por otra parte, la extracción líquida produce nuevas soluciones, que a su vez deben separarse, frecuentemente por destilación o evaporación. En particular, para las soluciones más diluidas, la extracción es más económica; especialmente, porque el calor de evaporación de la mayoría de los disolventes orgánicos es sustancialmente menor que el del agua. La extracción también puede resultar aconsejable como alternativa frente a la destilación a alto vacío, a temperaturas muy bajas, o para evitar la descomposición térmica.
- **Como un sustituto de métodos químicos:** Los métodos químicos consumen reactivos y con frecuencia conducen a una costosa eliminación de los subproductos químicos. La extracción líquida, que no provoca gastos químicos o eliminación de subproductos, puede ser menos costosa. La separación de metales como uranio-vanadio, tungsteno-molibdeno y los productos de fusión de los procesos de energía atómica, se llevan a cabo más económicamente por extracción líquida. Aun los metales menos costosos como el cobre y sustancias químicas inorgánicas como ácido fosfórico, ácido bórico y similares, se pueden purificar de manera económica mediante extracción líquida, a pesar de que el costo de recuperación del disolvente debe incluirse en las cuentas finales.
- **Para separaciones que no se pueden realizar por otros métodos:** En la destilación, en donde la fase vapor se crea a partir del líquido por adición de calor, el vapor y el líquido están compuestos necesariamente de las mismas sustancias; por lo tanto, son muy similares químicamente. Entonces, las separaciones producidas dependen de las presiones de vapor de las sustancias. En contraste, en el caso de la extracción líquida, los componentes principales de las dos fases son muy distintos químicamente; por esto, son posibles las separaciones de acuerdo con el tipo

químico. Por ejemplo, los hidrocarburos aromáticos y parafínicos de aproximado peso molecular no se pueden separar por destilación, ya que sus presiones de vapor son casi iguales; sin embargo, pueden separarse fácilmente por extracción con distintos solventes, como dióxido de azufre líquido, dietilenglicol o sulfolano.

### **2.1.2. Equipos Industriales de Contacto Continuo**

En extracción líquido-líquido, lo mismo que en absorción de gases, es preciso poner en íntimo contacto dos fases para permitir la transferencia de materia y separar después las fases. En absorción y destilación la separación de las fases es fácil y rápida. Sin embargo, en extracción las dos fases tienen densidades comparables, de forma que la energía disponible para mezcla y separación (si se utiliza flujo por gravedad) es pequeña, mucho menor que en el caso de una fase líquida y otra gaseosa. Con frecuencia las fases son difíciles de mezclar y todavía más difíciles de separar. Las viscosidades de ambas fases también son relativamente elevadas y las velocidades lineales a través de la mayoría del equipo de extracción son bajas. En algunos tipos de extractores, por tanto, la energía de mezcla y separación se comunica mecánicamente. [McCabe, 1988]

El equipo de extracción puede operar por cargas o de forma continua. Una cierta cantidad de alimentación puede mezclarse con una cantidad determinada de disolvente en un tanque agitado y después se dejan decantar las fases y se separan. El extracto es la fase de disolvente más el soluto extraído y el refinado es la fase de la que se ha separado el soluto. El extracto puede ser más o menos denso que el refinado, de forma que el extracto unas veces puede salir por la parte superior del equipo y otras por el fondo. Por supuesto que la operación puede repetirse si se precisa más de un contacto, pero cuando las cantidades que intervienen son grandes y se necesitan varios contactos, resulta más económico el flujo continuo. Las características de diferentes tipos de equipos de extracción se relacionan en la Tabla N°1.

- **Mezcladores-Sedimentadores.** Para estos tipos de equipos es muy frecuente el uso de un tanque que contiene un agitador de rodete o turbina, donde al terminar el ciclo de mezcla, se detiene la agitación y las fases se dejan decantar por efecto de gravedad, retirando después el extracto y refinado que se recogen separados.
- **Torres de Pulverización y de Relleno para Extracción:** Estos extractores de torre operan con contacto diferencial y no por etapas, teniendo lugar la mezcla y sedimentación de forma simultánea y continua. El líquido menos denso se introduce por el fondo y se distribuye en pequeñas gotas por medio de las boquillas, ascendiendo a través de la masa de líquido más pesado que desciende por la torre como una corriente continua; las gotas coalescen en la parte superior de la columna y forman la corriente de líquido más ligero que sale por el tope de la torre y el líquido más pesado sale por el fondo de la misma; en el caso en que se disperse la fase pesada, la corriente continua la conforma el líquido más liviano.
- **Torres de platos perforados:** La redispersión de las gotas de líquido se puede realizar también por medio de platos perforados transversales, análogos a los de destilación. Las perforaciones en los platos de una torre de extracción son de 1 ½ a 4 ½ mm de diámetro. El espaciado entre los platos varía desde 6 hasta 24 pulg. (150 a 600 mm). Generalmente el líquido ligero es la fase dispersa y los conductos de descenso permiten el paso de la fase pesada continua de un plato a otro. El líquido ligero se recoge formando una delgada capa debajo de cada plato y se proyecta en forma de chorros en el interior del líquido pesado situado encima.



**Tabla N° 1. Características de equipos comerciales de extracción.**

<b>Tipo</b>	<b>Capacidad de tratamiento de las corrientes combinadas, pie<sup>3</sup>/pie<sup>2</sup>-h</b>	<b>HTU pies</b>	<b>Eficacia del plato, %</b>	<b>Espaciado entre platos pulg</b>	<b>Aplicaciones Típicas</b>
Mezclador - sedimentador	-		75-100	-	Procesos Duol-Sol para aceites lubricantes
Columna de pulverización	50-250	10-20	-	-	Extracción de sal con amoníaco a partir de sosa cáustica
Columna de relleno	20-150	5-20	-	-	Recuperación de fenol
Columna de platos perforados	10-200	1-20	6-24	30-70	Proceso de furfural para aceites lubricantes
Torre agitada	50-100	1-2	80-100	12-24	Productos orgánicos y farmacéuticos

**Fuente:** Chemical Engineers Resource, 2000.

- **Torres de Placas:** Estas torres de extracción contienen una serie de placas deflectoras horizontales. El líquido pesado fluye por encima de cada placa y cae a la parte inferior; el líquido ligero fluye por debajo de cada placa y se proyecta hacia arriba desde el borde a través de la fase pesada. Los dispositivos más frecuentes son los de discos y anillos.
- **Columnas Pulsadas:** La agitación puede también producirse por medios externos, tal como ocurre en las columnas pulsadas. Una bomba alternativa “pulsa” todo el contenido de la columna a intervalos frecuentes, de forma que un rápido movimiento alternativo de amplitud relativamente pequeña se superpone al flujo ordinario de las fases líquidas. La torre puede ser de relleno ordinario o de platos perforados. En una torre de relleno la pulsación dispersa los líquidos y suprime la

canalización, de forma que mejora considerablemente el contacto entre las fases. Estas torres se utilizan casi siempre para tratar líquidos radioactivos altamente corrosivos. [Madhavan, 2000]

- **Extractores Centrifugos:** La dispersión y separación de la fase se puede acelerar grandemente por medio de la fuerza centrífuga y es utilizada por varios extractores comerciales. Los extractores centrifugos son caros y encuentran una aplicación relativamente limitada. Tienen las ventajas de producir muchos contactos teóricos en un pequeño espacio y tener tiempos de residencia muy pequeños, del orden de 4 minutos. Son muy valiosos para la extracción de productos sensibles tales como vitaminas y antibióticos.
- **Equipo Auxiliar:** La fase dispersa de una torre de extracción se deja coalescer en algún punto para formar una capa continua de la que se retira una corriente de producto. La interfase entre esta capa y la fase continua predominante, se forma en una sección abierta en la cima o en el fondo de una torre de relleno. En columnas grandes la interfase se mantiene a veces en el nivel deseado por medio de un controlador de nivel que acciona una válvula situada en la línea de descarga del líquido pesado.

En extracción líquido-líquido casi siempre es necesario separar el disolvente del extracto o del refinado, o de ambos. Por tanto, resultan esenciales equipos auxiliares tales como sistemas de destilación, evaporadores, calentadores y condensadores, para su empleo en sistemas de extracción y, con frecuencia, su costo es mucho mayor que el dispositivo de extracción en sí.

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

Las columnas empacadas, utilizadas tanto para el contacto continuo con flujo a contracorriente como a corriente paralela, son columnas verticales que se han llenado con empaque. [Treybal, 1988]

El empaque de la columna debe ofrecer las siguientes características:

1. Poseer las características deseables del flujo de fluidos, de manera que la fase continua moje el empaque.
2. Ser químicamente inerte con respecto a los fluidos que se están procesando.
3. Ser estructuralmente fuerte para permitir su fácil manejo e instalación.

### **2.2.1. Columnas Empacadas**

Como extractores líquidos se han utilizado torres llenas con los mismos empaques al azar empleados para el contacto gas-líquido. El empaque sirve para reducir ligeramente el mezclado axial, y distorsionar el camino de las gotas de la fase dispersa. El espacio vacío en el empaque se llena en su mayoría con el líquido pesado, que fluiría en forma descendente. El resto del espacio vacío está lleno con gotas del líquido ligero formadas en un distribuidor inferior, que ascienden a través del líquido pesado y coalescen en la parte superior en una sola capa; formando así una interfase. Las posiciones de la interfase se regulan mejor mediante un instrumento de control del nivel del líquido que activa la válvula de salida del fluido más denso que se retira por el fondo de la columna.

La naturaleza del flujo del líquido en estas torres requiere que la elección del empaque y el arreglo del distribuidor de la fase dispersa se hagan con el mayor cuidado. Si el líquido disperso humedece preferentemente el empaque, pasará a través del empaque

como riachuelos y no como gotas, y el área interfacial producida será pequeña. Por esta razón, el material del empaque debe humedecerse preferencialmente con la fase continua. En este sentido, las cerámicas son humedecidas preferentemente por los líquidos acuosos, mientras que el carbón y los plásticos tienen mayor afinidad por líquidos orgánicos.

### **2.2.2. Diferencia entre empaques estructurados y empaques al azar**

Los empaques son generalmente divididos en dos clases:

1. Empaques al azar: Éstos son piezas discretas de empaque de una forma geométrica específica, que se descargan en la columna.
2. Empaques estructurados: Éstos son capas de malla de alambre o láminas corrugadas, los cuales se apilan en secciones en la columna.

Los empaques al azar son los más comunes en la práctica comercial. Los empaques estructurados son menos comunes, pero su porción del mercado del empaque ha crecido rápidamente durante la última década.

El empaque promueve la transferencia de masa entre la fase continua y la fase dispersa obligando a las fases a atravesar los intersticios del empaque, causando que las gotas de la fase dispersa sigan un camino tortuoso a través del lecho del empaque. Esto produce un mayor tiempo de residencia entre las fases, que el encontrado en las columnas de rocío de una altura equivalente.

### **2.2.3. Empaque estructurado Sulzer SMVP**

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

Al contrario de otros tipos de contactores, en las columnas de extracción de platos perforados con empaque estructurado se suprime la formación de grandes remolinos incluso en unidades de un gran diámetro. La influencia de los extremos sobre el comportamiento del mezclado en el equipo, para el caso de elementos de empaque que producen hermeticidad, es de poca importancia independientemente del diámetro de columna.

Específicamente para el caso bajo consideración se trabajará con una columna empacada con el elemento de mezclado estático SMVP de Sulzer. Este favorece la formación de gotas de la fase dispersa y promueve el mezclado radial. La fuerza impulsora que, como se verá más adelante, es el gradiente de concentraciones, se mantiene elevada a lo largo de toda la unidad, lo que permite disponer de un equipo con una alta eficiencia de separación. [Di Sarli y García, 2000]

El que estén instalados platos de flujo dual (binario) divide la columna en celdas individuales, asegura la reducción del retromezclado axial y, en consecuencia, incrementa adicionalmente la eficiencia de separación. La combinación patentada de relleno para extracción y los platos de flujo dual permite una optimización sistemática de la eficiencia y capacidad que satisface algunas aplicaciones específicas.

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

Seguidamente se procede a listar todas las ventajas asociadas a la utilización de este elemento de empaque en servicios de extracción: [Sulzer Chemtech, 1991]

- No tiene partes móviles, por lo que no se verifican problemas de hermeticidad.
- Permite alcanzar altas capacidades máximas (típicamente entre 50 y 80 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>\*h).
- La eficiencia de separación que se alcanza es casi independiente de los flujos que se manejen.
- Es adecuado para manejar sistemas de bajas tensiones interfaciales (por debajo de 0,5 mN/m) y/o pequeñas diferencias de densidades (30 – 50 Kg/m<sup>3</sup>).
- Es más económico que sus competidores para servicios a altas temperaturas y/o presiones.
- Tiene un escalamiento asegurado.
- Presenta un amplio rango de operación, de por lo general entre el 40% y el 110% de la carga establecida.
- Permite incrementar la capacidad y/o la eficiencia de separación de las columnas existentes.
- Permite la utilización de la pulsación para incrementar la eficiencia en la separación.
- Está disponible en todos los materiales estándar, incluyendo los adecuados para medios corrosivos.

### ***Aplicaciones***

Las columnas de extracción Sulzer con diámetros superiores a 2,4 m están siendo utilizadas exitosamente en el extranjero, para resolver problemas de separación en diferentes sectores industriales, algunos de los cuales se listan a continuación:

- Eliminación de compuestos de alto valor y/o contaminantes de corrientes efluentes acuosas con solventes orgánicos.
- Extracción de caprolactama con benceno o tolueno.
- Extracción de aromáticos de una solución orgánica con n-metil-pirrolidona.
- Extracción de propilenclorhidrina de dicloropropano con agua.
- Recuperación de ácido acético de soluciones acuosas con etilacetato.
- Extracción de metilacrilato de soluciones orgánicas con perclorotileno.
- Extracción de agentes saborizantes con alcanos.
- Recuperación de sulfolano de la mezcla C<sub>6</sub>/C<sub>7</sub> con agua.
- Extracción de alcohol isopropílico de una solución orgánica con agua.
- Extracción de metanol de diclorometano con agua.
- Extracción del alcohol bencílico de una solución acuosa con tolueno.
- Remoción de H<sub>2</sub>S de LPG con aminas.
- Extracción con agua del metanol de hidrocarburos.

### 3. Ley de distribución

Cuando un soluto se distribuye entre dos líquidos inmiscibles o parcialmente miscibles, existe una relación entre las actividades de éste en las dos fases en el equilibrio, la actividad ( $a_{ct}$ ) se define como: [Van Ness, 1989]

$$a_{ct} = \gamma_i * x_i \quad (1)$$

en donde,  $\gamma_i$  es el coeficiente de actividad y mide el grado de divergencia del comportamiento de la sustancia “i” con respecto al comportamiento ideal o idealmente diluido, y  $x_i$  es la fracción molar. Cuando el componente “i” presenta un comportamiento ideal, el coeficiente de actividad es igual a la unidad.

La actividad de una especie química en una fase, presenta una relación constante al alcanzar el equilibrio con la actividad de esta misma especie en la otra fase líquida: [Van Ness, 1989]

$$m_{DC} = \frac{a_{ct\ C-A}}{a_{ct\ C-B}} \quad (2)$$

aquí  $a_{ct}$  representa la actividad del soluto en cuestión en la fase de extracto y refinado. Esta relación define la constante  $m_{DC}$  como el “coeficiente de distribución o coeficiente de partición del soluto en las dos fases. [Van Ness, 1989]

Dado que el uso de la expresión de actividad hace muy complejo un estudio químico en el que participe el valor teórico de  $m_{DC}$ , con mucha regularidad y sin perder exactitud se utilizan concentraciones en lugar de actividades, es decir:

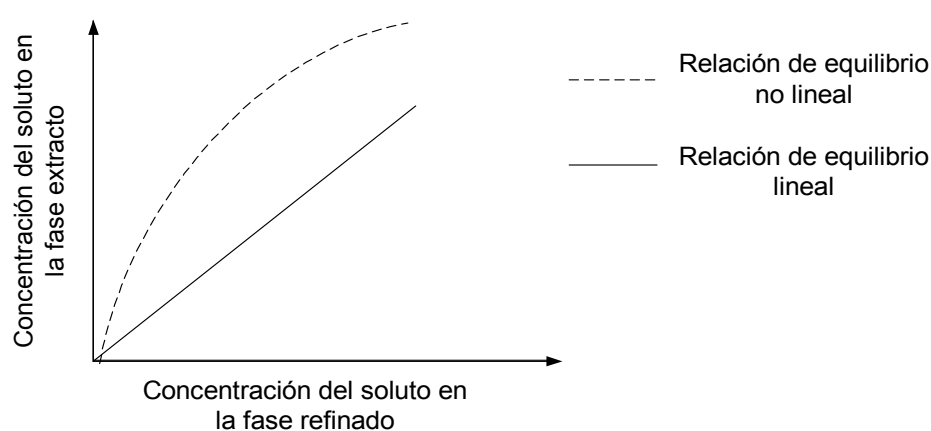
$$m_{DC} = \frac{y_{C-A}}{x_{C-B}} \quad (3)$$

donde  $y_C$  y  $x_C$  son las concentraciones en las fases ricas en A y B respectivamente.

Una representación sencilla de las composiciones de equilibrio, viene dada por una gráfica de la concentración de C en la fase rica en B, en función de la concentración de



equilibrio de C en la fase rica en A (en coordenadas cartesianas como se ve en la Figura N° 1). Esta representación a una temperatura y presión dada, permite reflejar claramente el coeficiente de distribución como la pendiente de la curva en cada punto de concentraciones, basado en la definición descrita por la Ecuación N° 3. En caso de que ésta relación sea lineal, representa un coeficiente de distribución constante.



**Figura N° 1. Representación de las concentraciones en el equilibrio.**

A continuación se presentan los datos experimentales de equilibrio, para el sistema n-butanol-ácido succínico-agua, a 20°C reportados en la bibliografía. Estas servirán de base para evaluar los valores de composición másica de ácido succínico en la fase acuosa y en la fase orgánica en el equilibrio, para una temperatura de 28°C y presión atmosférica, los cuales se obtendrán experimentalmente. Es importante señalar que al graficar los datos de la Tabla N° 2 se observa un comportamiento lineal, con una pendiente de 1,14.

**Tabla N° 2. Datos de equilibrio para el sistema n-butanol - Ácido Succínico – Agua a 20°C**

Fase Acuosa			Fase Orgánica		
Composición Agua (% Peso)	Composición N-Butanol (% Peso)	Composición Ácido Succínico (% Peso)	Composición Agua (% Peso)	Composición N-Butanol (% Peso)	Composición Ácido Succínico (% Peso)
91,02	8,48	0,50	21,56	77,76	0,68
90,50	8,50	1,00	21,80	76,89	1,31
89,98	8,52	1,50	22,08	76,03	1,89
89,44	8,56	2,00	22,37	75,19	2,44
88,91	8,59	2,50	22,64	74,35	3,01
88,40	8,60	3,00	22,86	73,53	3,61
87,85	8,65	3,50	23,16	72,71	4,13
87,32	8,68	4,00	23,42	71,90	4,68
86,78	8,72	4,50	23,68	71,10	5,22
86,24	8,76	5,00	23,93	70,31	5,76
85,70	8,80	5,50	24,19	69,53	6,28
85,16	8,84	6,00	24,45	68,75	6,80
84,63	8,87	6,50	24,66	67,97	7,37
84,09	8,91	7,00	24,93	67,20	7,87
83,55	8,95	7,50	25,12	66,43	8,45
83,01	8,99	8,00	25,36	66,34	8,87

Fuente: Misk T., Berger R., Schroter T., 1985

## 4. Análisis de las variables de proceso en una extracción en fase líquida

A continuación se describen las variables involucradas en el proceso de extracción líquido-líquido desde el punto de vista fluidodinámico, de manera de facilitar la comprensión de los modelos que se expondrán en esta sección.

Una comprensión de la fluidodinámica de un contactor es crítica para el diseño del diámetro y altura de la columna de extracción. La fluidodinámica afecta la capacidad y eficiencia de transferencia de masa dentro del extractor. Una predicción exacta del diámetro de gota, retención de la fase dispersa, velocidad de deslizamiento y velocidad de inundación entre otros, son necesarios para evaluar el desempeño de la columna rellena.

### 4.1. Velocidad de Deslizamiento

La velocidad de deslizamiento (o velocidad relativa) es el parámetro más importante que controla los coeficientes de transferencia de masa, cuando un soluto se transfiere entre las dos fases. [Treybal, 1968]

La medida directa de la velocidad de deslizamiento en columnas de extracción es difícil, pero puede obtenerse de las velocidades de la fase continua y dispersa, además de la retención operacional. Para un flujo de fases a contracorriente en una columna empacada se define generalmente como:

$$U_{slip} = \frac{U_d}{\varepsilon\phi_d} + \frac{U_c}{\varepsilon(1-\phi_d)} \quad (4)$$

Esta ecuación es aplicable cuando no hay variación radial en cuanto a velocidad o retención. La velocidad de deslizamiento es una función del tamaño de gota y de las propiedades físicas del sistema.

#### 4.1.1 Modelo de Mackowiak y Billet

La Ecuación N° 5 fue desarrollada por Gayler, Pratt y Thornton, siguiendo el modelo de doble capa y es válida para columnas empacadas. Cuando se aplica a columnas de rocío, el término de porosidad del empaque  $\varepsilon$  toma el valor de uno.

Los investigadores Mackowiak y Billet mencionan que existe la siguiente relación entre la velocidad de deslizamiento  $U_{slip}$  y la velocidad característica  $U_0$  de las gotas, según las bases de Thornton: [Mackowiak y Billet, 1986]

$$U_{slip} = U_0(1 - \phi_d) \quad (5)$$

Aquí,  $U_0$  representa la velocidad de una gota si las velocidades superficiales  $U_d$  y  $U_c$  tienden a ser cero, es decir:

$$U_0 = U_T \quad \text{para} \quad U_d \rightarrow 0 \quad \text{y} \quad U_c \rightarrow 0 \quad (6)$$

Los autores recomiendan que la determinación de la velocidad característica de gota en un extractor deba encontrarse empíricamente. Mackowiak y Billet presentan una relación empírica para la obtención de la velocidad característica para anillos Raschig y sillas Intalox de cerámica. Debido a que no se presentan ecuaciones para el empaque Sulzer SMVP o SMV, no es posible obtener la velocidad de deslizamiento empleando la Ecuación N° 5.

#### 4.1.2. Modelo de Streiff y Jancic

El estudio realizado por estos investigadores surge del amplio campo de aplicaciones que tienen los elementos de mezclado estático actualmente dentro de las operaciones estudiadas por la ingeniería de procesos, por lo tanto, procedieron a investigar la aplicación de este tipo de internos en columnas de extracción líquido-líquido en contracorriente, utilizando como relleno el empaque Sulzer SMV.

Estos autores establecen la siguiente relación para el concepto de velocidad de deslizamiento, sin ser modificada por la fracción vacía de relleno, y que puede ser evaluado en esta investigación: [Streiff y Jancic, 1984]

$$U_{slip} = \frac{U_d}{\phi_d} + \frac{U_c}{1 - \phi_d} \quad (7)$$

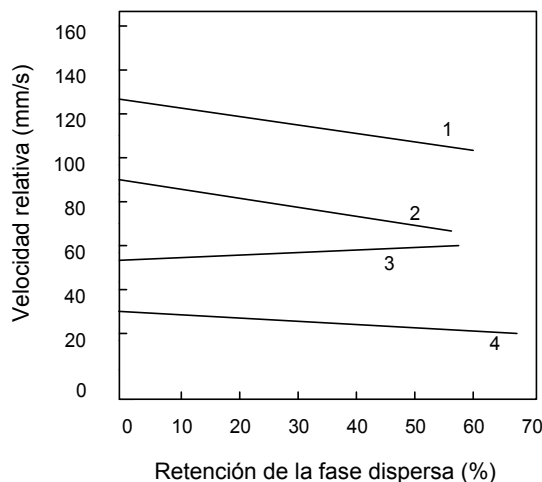
Otra correlación, planteada por Streiff y Jancic para el cálculo de la velocidad de deslizamiento, y que se ha aplicado a varias columnas de extracción es:

$$U_{slip} = U_0 (1 - \phi_d)^n \quad (8)$$

Donde  $U_0$  (velocidad característica) es la velocidad de deslizamiento extrapolada para una retención igual a cero. Para nuestra investigación, no es posible determinar la velocidad característica en la planta piloto, por lo tanto, la Ecuación N° 8 no podrá ser evaluada. Cabe destacar que el exponente  $n$  debe obtenerse experimentalmente y el valor que se obtenga puede ser considerado poco confiable, debido a los grandes errores en las mediciones a bajos niveles de retención.

La Figura N° 2 muestra el resultado de las experiencias de Streiff y Jancic de valores medidos de velocidad de deslizamiento como una función de la retención para

cuatro sistemas de prueba, en el empaque Sulzer SMV. Como se muestra, la velocidad de deslizamiento es prácticamente independiente de la retención.



**Figura N° 2. Velocidad de deslizamiento de las fases como una función de la retención para cuatro sistemas: 1) Tetracloruro de carbono/agua ( $n=0,26$ ), 2) Kerosén/agua ( $n=0,44$ ), 3) Tolueno/agua ( $n=0$ ), 4) Butanol/agua ( $n=0,26$ ).**

Fuente: Streiff y Jancic, 1984

#### 4.1.3. Modelo de Seibert y Fair

Seibert y Fair desarrollan un modelo completamente teórico sobre la base de ciertas consideraciones, como: a) las gotas son esféricas, b) el tamaño promedio de las gotas puede representarse por un diámetro medio Sauter y c) el mezclado axial de las fases continua y dispersa puede despreciarse para el estudio de las columnas empacadas.

Entre los modelos que presentan estos autores, se encuentra un modelo generalizado para la velocidad de deslizamiento, que es corregida por el efecto de la retención de la fase dispersa y la naturaleza del dispositivo de contacto, para obtener la velocidad de deslizamiento real entre las fases. El modelo de velocidad de deslizamiento generalizada, se da a continuación: [Seibert y Fair, 1988]

$$U_{slip} = U_T * \exp(-1,92\phi_d) * \cos\left\{\frac{\pi\zeta}{4}\right\} + \left(1 - \cos\left\{\frac{\pi\zeta}{4}\right\}\right) * \left(\frac{U_c}{1 - \phi_d}\right) \quad (9)$$

donde  $\zeta$  es la tortuosidad de la gota definida como:

$$\zeta = \frac{d_{vs} * a_p}{2}$$

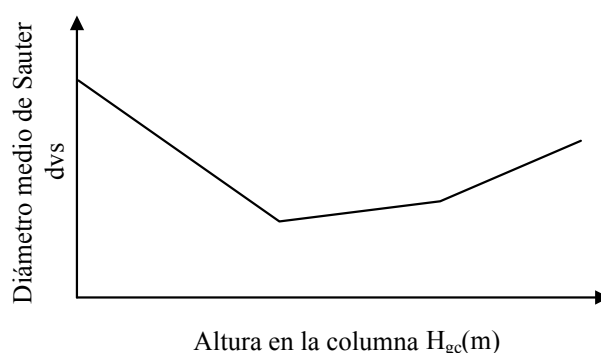
La Ecuación N° 9 puede ser aplicada en esta investigación, debido a que Seibert y Fair trabajaron con empaques estructurados entre los cuales se encuentra el empaque Sulzer SMV y el sistema n-butanol/ácido succínico-agua

## 4.2. Tamaño de Gota

El tamaño de la gota es la variable más importante que controla la eficiencia y capacidad de un contactor líquido-líquido.

El análisis a presentar en lo que se refiere a tamaño de gota estará fundamentado en el diámetro medio de Sauter ( $d_{vs}$ ), que no es más que el valor promedio del cociente entre el volumen y el área superficial de la gota, haciéndose posible de esta forma, el establecimiento de una medida característica de la misma que compense el hecho de que, por lo general, las gotas no son completamente esféricas, lo que impide caracterizarlas con un diámetro.

A continuación en la Figura N° 3, se representa la variación del diámetro de gota Sauter con respecto a la altura de la columna en la dirección de flujo de la fase dispersa.



**Figura N° 3. Perfil del tamaño de gota en función de la altura de la columna.**

Después de entrar en el empaque predomina, en principio, la influencia de la dispersión de las gotas, ya que el diámetro medio de Sauter para la distribución del tamaño de partículas producidas por el distribuidor es, en todos los casos, mayor que el diámetro de gota estable. [Treybal, 1968]

Posteriormente apenas aumenta el tamaño de las gotas, puesto que poco después de entrar en el empaque este valor es el resultado de la interacción entre la coalescencia gota/gota y la redispersión como ya se ha comentado, predominando apenas en la parte superior de la columna la influencia de la coalescencia. [Treybal, 1968]

#### **4.2.1 Modelo de Kumar y Hartland**

Kumar y Hartland presentan correlaciones empíricas para la predicción del tamaño de gota, retención de la fase dispersa, velocidad de deslizamiento y la capacidad máxima en columnas empacadas. [Kumar y Hartland, 1994]

Estos autores basaron el desarrollo de su modelo empírico en la utilización del algoritmo de Marquardt's sobre la base de un análisis dimensional y empleando datos experimentales reportados por diferentes investigadores, los cuales abarcaban una gran



variedad de sistemas químicos y contactores entre los que se encontraban columnas empacadas con relleno estructurado Sulzer SMV. De esta manera pudieron determinarse los parámetros de sus correlaciones para el tamaño de gota, la retención de la fase dispersa y los flujos límites.

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

De acuerdo a las consideraciones preliminares, se esperaba que el tamaño de gota fuese función de variables como: las propiedades físicas ( $\Delta\rho$ ,  $\rho_d$ ,  $\mu_c$  y  $\sigma$ ), la aceleración de gravedad y las tasas de flujo ( $U_c$  y  $U_d$ ). Las estimaciones realizadas mostraron que el tamaño de gota no se ve afectado por  $\mu_c$ ,  $U_c$  y  $U_d$ , lo que condujo a que éstas se omitieran de los análisis posteriores. Adicionalmente se encontró necesario introducir la densidad y la viscosidad del agua a 20°C como parámetros de referencia para evaluar correctamente los efectos de  $\Delta\rho$ ,  $\rho_d$ , y  $\sigma$ . A partir de la utilización de los datos de las 376 mediciones seleccionadas se desarrolló la siguiente ecuación.

$$\frac{d_{VS}}{\sqrt{\frac{\sigma}{\Delta\rho \cdot g}}} = C_o \left[ \frac{\mu_w \cdot g^{\frac{1}{4}} \cdot \rho_w}{\Delta\rho^{\frac{1}{4}} \cdot \sigma^{\frac{3}{4}} \cdot \rho_d} \right]^{0,19} \quad (10)$$

Al ser los exponentes de los grupos  $\frac{\mu_w \cdot g^{1/4}}{\Delta\rho^{1/4} \cdot \sigma^{3/4}}$  y  $\frac{\rho_w}{\rho_d}$  casi idénticos, se introdujeron dentro de un mismo término en la ecuación anterior.  $C_o$  es una constante que puede tomar diversos valores tal y como se muestra:

- 2,54 cuando no hay transferencia de masa,
- 2,24 cuando la transferencia de masa es en la dirección  $c \rightarrow d$ , y
- 3,13 cuando la transferencia de masa es en la dirección  $d \rightarrow c$ ,

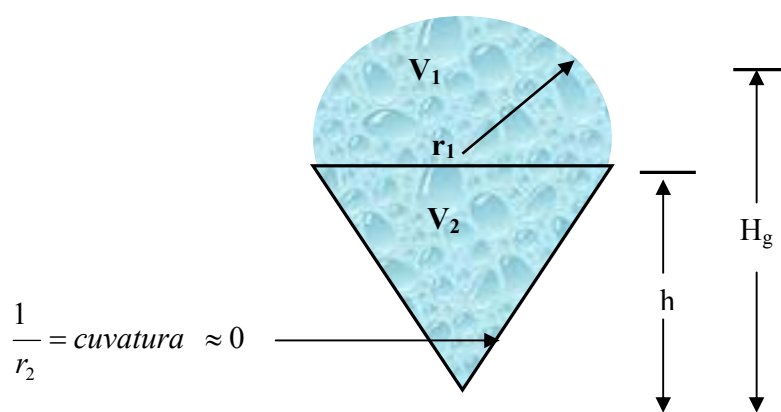
La Ecuación N° 10 reproduce el conjunto de valores experimentales recopilados de tamaño de gota con un valor absoluto promedio de la desviación relativa de un 15,7%.

Al ser conocido el conjunto de parámetros y la constante  $Co$ , se podrá evaluar el diámetro de gota en esta investigación.

#### 4.2.2. Modelo de Seibert y Fair

Durante la formación de la gota, esta puede dividirse en dos partes de volúmenes iguales: una sección esférica y otra cónica. Como consecuencia de la tensión interfacial se origina una diferencia de presiones a través de cualquier superficie curva, pudiendo ubicar el mayor de estos valores de presión en el lado cóncavo. Como se muestra en la Figura N° 4, la superficie curva producida durante la formación de la gota presenta dos radios principales de curvatura,  $r_1$  y  $r_2$ . Para un caso como este, la diferencia de presiones a través de la interfase está dada por la ecuación de Young-Laplace. [Sattler, 1995]

Se considera que cuando la gota se está deformando, la diferencia de presiones entre ésta y el fluido circundante alcanza un valor máximo de equilibrio en el momento de ruptura de la gota.



**Figura N° 4. Geometría de formación de la gota. Fuente: Sattler, 1995**

La ecuación que se muestra a continuación se apoya en ciertas consideraciones, entre la que se incluye: la fase continua humedece preferiblemente el empaque y no están presentes fuerzas importantes de coalescencia.

Esta diferencia de presión puede ser calculada a partir de ecuaciones planteadas sobre la base de la geometría de la gota, para obtener finalmente: [Sattler, 1995]

$$d_{vs} = 1,15 * \eta * \sqrt{\frac{\sigma}{\Delta\rho * g}} \quad (11)$$

Donde el parámetro  $\eta$  es un factor de corrección calculado a partir de datos experimentales de diámetro de gota proveniente de distintos investigadores, donde  $\eta$  toma el valor de 1,0 en ausencia de transferencia de masa o en la dirección c→d y entre 1 – 1,8 si la dirección de transferencia de masa es d→c. Conocido el valor de la constante para la dirección de transferencia de masa c→d se podrá evaluar la Ecuación N° 11 para la investigación.

Aunque los autores parten de la base inicial de considerar que las gotas se mueven a su velocidad terminal en una columna sin empaque, reconocen la necesidad de estimar las interacciones gota - gota y los efectos de la superficie del empaque. El modelo derivado teóricamente (Ecuación N° 11) predice el tamaño de gota con una desviación del 12%. [Seibert y Fair, 1987]

#### 4.2.3. Modelo de Mackowiak y Billet

El diámetro promedio de gota Sauter,  $d_{vs}$ , es medido por experimentos en columnas tubulares de empaques estructurados con anillos Bialecki de 25 mm, usando los métodos fotográficos. En estas pruebas, la diferencia de densidad  $\Delta\rho$  oscilaba entre 131,5 y 595,8 Kg/m<sup>3</sup> y la tensión interfacial  $\tau$  entre 2,8 y 44,5 mN/m. El diámetro promedio de gota,  $d_{vs}$ , demostró ser independiente de la carga dentro del rango de la relación lineal entre la retención  $\phi_d$  y la velocidad superficial de la fase dispersa  $U_d$ . [Mackowiak y Billet, 1986]

El diámetro promedio de gota Sauter depende de los siguientes parámetros:

$$d_{vs} = f(\rho_d, \rho_c, \sigma, g) \quad (12)$$

y se da por la ecuación:

$$d_{vs} = C_2 \sqrt{\sigma / (\Delta\rho * g)} \quad (13)$$

donde  $C_2$  es un parámetro que puede tomar los siguientes valores:

$$C_2 = 1 \quad \text{para} \quad \rho_d < \rho_c \quad \text{o} \quad (14)$$

$$C_2 = 0,8 \quad \text{para} \quad \rho_d > \rho_c \quad \text{y} \quad \text{para} \quad U_c / U_{c,fl} = U_d / U_{d,fl} \leq 0,65 \quad (15)$$

Mackowiak y Billet, usando el método fotoeléctrico Pilhofer, realizaron medidas del diámetro de gota,  $d_{vs}$ , las cuales se llevaron a cabo en un empaque metálico de una columna de 100 mm de diámetro y con una altura empacada de 2,95 m. El tamaño de gota y el tamaño de distribución eran medidos en dos puntos, es decir, a alturas de 0,75 y 2 m. Los sistemas de prueba empleados eran: tolueno(D) - ácido acético - agua y tolueno(D) - acetona-agua.

Los experimentos realizados por dichos autores confirman la validez de la Ecuación N° 13 para la determinación del diámetro de gota  $d_{vs}$ , además observaron que en el empaque metálico, era independiente de la posición del punto de medida. En el rango  $U_c > 0,65 U_{c,fl}$  en el cual la retención de la fase dispersa,  $\phi_d$ , aumenta con la velocidad superficial de la fase continua  $U_c$ , mientras  $U_d$  permanece constante, se observó un incremento en el tamaño de gota. Así, y para el caso límite de inundación, el diámetro de gota  $(d_{vs})_{fl}$  puede calcularse como sigue: [Mackowiak y Billet, 1986]

$$(d_{vs})_{fl} = 1.2 \sqrt{\frac{\sigma}{\Delta\rho * g}} \quad (16)$$

Según Mackowiak y Billet, en la dirección de transferencia de masa  $d \rightarrow c$  se produce aproximadamente un 30% de aumento en el diámetro de gota  $d_{vs}$ , en comparación con el mismo sistema estudiado, tolueno(D)-agua, sin transferencia de masa, bajo las mismas condiciones de operación. El tamaño de gota en la dirección de transferencia de masa  $c \rightarrow d$  puede calcularse con bastante precisión usando la Ecuación N° 13.

#### 4.2.4. Modelo de Mackowiak

Para determinar el diámetro de gota, Mackowiak utiliza la expresión definida por la Ecuación N° 13, con la diferencia que la constante  $C_2$  puede tomar los siguientes valores: [Mackowiak, 1993]

- Si se trabaja con sistemas puros de dos materiales o de tres especies y la dirección de la transferencia de masa es  $c \rightarrow d$ :
  - 1 para sistemas con gran tensión interfacial,
  - 1,15 para sistemas con tensión interfacial pequeña o moderada.
- Si se opera con un sistema de tres especies y la dirección de transferencia de masa es  $d \rightarrow c$ :
  - 1,25 para sistemas con altas tensiones interfaciales,

1,55 para sistemas con bajas tensiones interfaciales.

De acuerdo a los ensayos realizados por el autor y las mediciones de Seibert y Fair, para la dirección de transferencia de masa D→C, el tamaño de gota es prácticamente independiente de la forma y el tamaño del empaque, así como de las condiciones de operación para un sistema dado. [Mackowiak, 1993]

#### 4.2.5. Modelo de Streiff y Jancic

Estos investigadores determinaron los tamaños de gota, medidos fotográficamente, y observaron que eran prácticamente independientes de las velocidades de las fases. Proponen una correlación del tamaño de gota para el empaque Sulzer SMV, cuya estructura difiere significativamente de las expresiones presentadas por otros autores la cual se presenta a continuación: [Streiff y Jancic, 1984]

$$\frac{d_{vs}}{d_h} = C_F * W_{e_c}^{-0,5} Re_c^{0,15} \quad (17)$$

donde el número de Weber y Reynolds se calculan empleando la velocidad de deslizamiento. El diámetro hidráulico del empaque se define como:

$$d_h = \frac{4 * \varepsilon}{a_p} \quad (18)$$

Mediante la comparación con los tamaños de gota observados y los valores predichos se obtuvo que  $C_F = 0,12$  para los sistemas en ausencia de transferencia de masa, y  $C_F = 0,21$  con transferencia de masa afirman que, la transferencia de masa puede influir en el tamaño de gota considerablemente.

La Tabla N° 3 muestra la comparación entre los diámetros de gota predichos y los obtenidos experimentalmente para los cuatro sistemas de prueba en ausencia de transferencia de masa, donde se observa que la ecuación propuesta por Streiff y Jancic responde bastante bien para la influencia de las propiedades físicas, a excepción de algunas interacciones gota-empaque que observaron para el sistema tolueno- agua, que pueden explicar la gran diferencia entre el valor experimental y el valor predicho por este sistema.

**Tabla N° 3. Comparación entre los valores experimentales y predichos del diámetro de gota, sin Transferencia de Masa.**

Sistemas de Pruebas	Tensión Interfacial $\sigma$ (mN/m)	Diferencia de densidades $\Delta\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	Valores experimentales	Valores predichos
			Diámetro de gota $d_{vs}$ (mm)	Diámetro de gota $d_{vs}$ (mm)
Butanol/Agua	1,2	130	1,5	1,6
Tolueno/Agua	35	133	5,5	4,1
Tetracloruro de carbón / Agua	45	602	2,5	2,8
Kerosén/Agua	35	178	4,5	3,8

Fuente: Streiff y Jancic, 1984

### 4.3. Velocidad Terminal

Se ha hallado que para todo par líquido-líquido, la velocidad terminal de ascenso o descenso (según la diferencia de densidades) de la gota, variará con el tamaño de ésta. Como el tamaño depende de la forma y de las propiedades físicas del líquido, es costumbre expresar el tamaño como,  $d_{vs}$ , el diámetro de una esfera igual al diámetro de gota Sauter. Sin embargo, el comportamiento de la gota es muy diferente del de esferas rígidas, cuyas velocidades terminales aumentan constantemente con el aumento del diámetro. [Treybal, 1968]

En la mayoría de los casos, las gotas líquidas de menor diámetro se mueven a mayor velocidad que las esferas rígidas del mismo tamaño y la misma densidad. Este es el resultado de la movilidad de la superficie de la gota, la cual es transportada desde el punto de vista anterior de estancamiento, hacia la parte posterior por esfuerzo cortante y del contenido de la gota que circula internamente. [Treybal, 1968]

La velocidad terminal corresponde a la tasa de flujo de una sola gota en una columna de líquido, en reposo, es decir, es la velocidad de las gotas cuando se cumplen las siguientes condiciones:  $U_c = 0$  y  $U_d \rightarrow 0$ . Debido a los choques de las gotas con los internos (fenómenos estos que disminuyen la energía cinética de las gotas) la velocidad terminal no coincide con la velocidad característica, siendo siempre mayor a esta última. [Treybal, 1968]

#### 4.3.1. Modelo de Seibert y Fair

Según Seibert y Fair la velocidad terminal de la gota de la fase dispersa, relativa a la fase continua, puede ser determinada por un balance de fuerzas en una gota con un



diámetro promedio  $d_{vs}$ . En la Figura N° 5, se muestra un balance de fuerza en una gota. Las fuerzas de gravedad, flotación y arrastre, son consideradas en el balance. [Seibert y Humphrey, 1995]

$$F_{flotación} - F_{gravedad} - F_{arrastre} = 0 \quad (19)$$

donde:

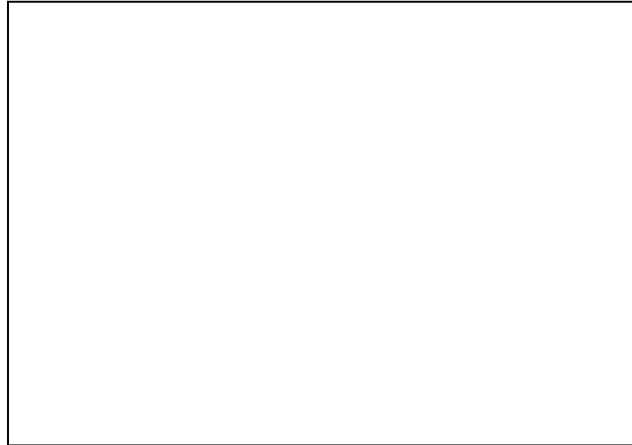
$$F_{flotación} = \rho_c \left( \frac{\pi}{6} d_{vs}^3 \right) g \quad (20)$$

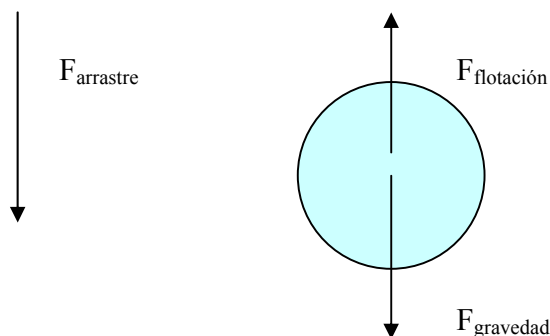
$$F_{gravedad} = \rho_d \left( \frac{\pi}{6} d_{vs}^3 \right) g \quad (21)$$

$$F_{arrastre} = \frac{1}{2} C_D \rho_c \left( \frac{\pi}{4} d_{vs}^2 \right) U_T^2 \quad (22)$$

El re-arreglo de la Ecuaciones N° 19 a la N° 22, permite la determinación de la velocidad terminal, denominada velocidad de deslizamiento característica  $U_T$ , dada en la Ecuación N° 23.

$$U_T = \left[ \frac{4 * \Delta \rho * g * d_{vs}}{3 * \rho_c * C_D} \right]^{0,5} \quad (23)$$





**Figura N° 5. Balance de Fuerzas en una Gota. Fuente: Seibert y Humphrey, 1995.**

Seibert y Fair utilizaron para determinar el parámetro  $C_D$  el resultado del trabajo realizado por Schlichting (1960) del arrastre inducido por un flujo que pasa a través de esferas sólidas. De acuerdo a este estudio se observó una reducción en el valor de  $C_D$  al incrementar el número de Reynolds hasta que, por encima de  $Re_c = 1000$ , permanecía constante con un valor de 0,38.

Para el caso de números de Reynolds intermedios, comprendidos en el intervalo  $0,1 < Re_c < 10^3$ , una revisión crítica realizada por Alonso indica que la mejor de las formulaciones disponibles para la determinación de  $C_D$  es la debida a Abraham, Concha y Almendra que puede escribirse como: [Alonso, 1995]

$$C_D = C_{oo} * \left( 1 + \frac{\delta}{\sqrt{Re_c}} \right)^2 \quad C_{oo} = 0,28 \ ; \ \delta = 9,06 \quad (24)$$

Para valores de  $Re_c$  mayores a 1000, la ecuación anterior presenta discrepancias importantes con los valores experimentales puesto que, según Alonso, el coeficiente  $C_{oo}$  no es una constante sino que varía de manera mensurable con el número de Reynolds. Sin embargo, es posible reformular la expresión de Concha y Almendra de modo que se

extienda su rango de aplicación más allá del límite aquí indicado y hasta el valor crítico de este parámetro.

Esta corrección se desarrolló sobre la base de los valores experimentales estándar del coeficiente de arrastre  $C_D$  y se expresa como:

$$C_D = C_0(\text{Re}) * \left(1 + \frac{\delta}{\sqrt{\text{Re}}}\right)^2 \quad \delta = 9,06 \quad (25)$$

donde: [Alonso, 1995]

$$C_0(\text{Re}) = C_{oo} * [1 + m_1 * \tanh(m_2 * \text{Re})] \quad (26)$$

$$1$$

$$C_{oo} = 0,28 \quad ; \quad m_1 = 0,75 \quad \text{y} \quad m_2 = 2,6 * 10^{-5}$$

De acuerdo a Alonso, la Ecuación N° 25 y la Ecuación N° 26 proporcionan una descripción satisfactoria y un buen grado de ajuste para la representación de la relación existente entre el coeficiente de arrastre y el número de Reynolds, con lo cual se podrá evaluar la velocidad terminal sobre la base del modelo de Seibert y Fair, para esta investigación.

#### 4.3.2. Modelo de Seibert y Humphrey

Según Seibert y Humphrey el cálculo del coeficiente de arrastre  $C_D$  para esferas no rígidas (Ecuación N° 25) es muy complicado, por lo tanto, proponen como procedimiento de cálculo alternativo el modelo de Grace y Nguyen para determinar la velocidad terminal, cuyo desarrollo puede seguirse a través de los siguientes pasos: [Seibert y Humphrey, 1995]

1. Calcular el parámetro P:

$$P = \frac{\rho^2 * \sigma^3}{\mu_c^4 * g * \Delta\rho} \quad (27)$$

2. A partir del valor anterior, calcular el parámetro H, donde  $\mu_w$  es la viscosidad del agua a 20°C, tomando el valor de 0,9 cp:

$$H = \left[ \frac{4 * d_{vs}^2 * g * \Delta\rho}{3\sigma} \right] \left[ \frac{\mu_w}{\mu_c} \right]^{0,14} P^{0,149} \quad (28)$$

3. Conocido el valor de H, seleccionar cual de las siguientes ecuaciones debe emplearse y determinar el número de Reynolds terminal.

$$\frac{Re_c}{P^{0,149}} = 0,94H^{0,757} - 0,857 \quad H \leq 59,3 \quad (29)$$

$$\frac{Re_c}{P^{0,149}} = 3,42H^{0,441} - 0,857 \quad H > 59,3 \quad (30)$$

4. Calcular la velocidad terminal, conocido el número de Reynolds.

$$U_T = \frac{Re_c * \mu_c}{d_{vs} * \rho_c} \quad (31)$$

#### 4.3.3. Modelo de Mackowiak y Billet

En la investigación de Mackowiak y Billet, se adoptó un modelo teórico como el punto de partida para la determinación de la velocidad de gota individual  $U_T$ . En columnas empacadas, las gotas eran medidas dentro del rango,

$$1 < \frac{d_{vs}^2 * \Delta \rho * g}{\sigma} < 9, \quad (32)$$

En este rango, las gotas alcanzan prácticamente su velocidad terminal la cual no afecta su tamaño. De esta manera, la siguiente ecuación teórica puede usarse para la determinación de la velocidad individual de la gota en la presente investigación. [Mackowiak y Billet, 1986]

$$U_T = \left[ \frac{4 * g * \Delta \rho * \sigma}{\rho_c^2 * C_D} \right]^{1/4} \quad \text{con } C_D \equiv 1 \quad (33)$$

Mackowiak y Billet consideran que, de acuerdo a la recomendación de Levich, el coeficiente de arrastre puede ser aproximado a la unidad. Esto concuerda con Pajak, quien confirmó la validez de esta consideración con una exactitud de  $\pm 10\%$  a través de la realización de experimentos con sistemas líquidos. Por lo tanto la Ecuación N° 33 puede emplearse para el cálculo de la velocidad terminal, para la evaluación se emplearon empaques estructurados como Montz y Filip.

#### 4.4. Retención

En este punto es necesario definir lo que se entiende por retención; pudiendo señalar de este modo que es la fracción de volumen de la columna ocupada por la fase dispersa. En una columna empacada pueden presentarse dos tipos de retención: Retención estática (o permanente)  $\phi_s$ , y retención operacional o libre,  $\phi_d$ . La retención estática representa la fase dispersa que está atrapada dentro de los intersticios del empaque, la cual se ve afectada de manera importante por la presencia de soluto y la dirección de transferencia de masa, pero no por la tasa de flujo de las fases. [Kumar y Hartland, 1994]

Gayler y Pratt observaron experimentalmente dos, y a veces tres regiones de operación en columnas empacadas. En la primera región de operación, ocurriendo a bajas y medias velocidades de flujo de la fase dispersa, las gotas se mueven libremente a través de los cauces bien definidos; la retención aumenta más o menos linealmente con la capacidad de la fase dispersa. A mayores velocidades de flujo de la fase dispersa, ocurre un rápido aumento en la retención y las interacciones gota a gota llegan a ser importantes. En la tercera región, que es principalmente asociada con los sistemas líquidos de alta tensión interfacial, la retención no se ve prácticamente afectada por el aumento en la velocidad de flujo de la fase dispersa. [Kumar y Hartland, 1994]

##### 4.4.1. Modelo de Kumar y Hartland

Kumar y Hartland adoptaron el valor absoluto promedio de la desviación relativa, AARD, para comparar los resultados predichos por este modelo y los expuestos en la literatura. Esta se define como sigue: [Kumar y Hartland, 1994]

$$AARD = \frac{1}{NDP} * \sum_{i=1}^{NDP} \frac{|\text{Valor Predicho}_i - \text{Valor Experimental}_i|}{\text{Valor Experimental}_i} \quad (34)$$

en donde NDP es el número de datos.

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

$$\phi_d = C_1 * \varepsilon^{-1,11} \left( \frac{\Delta\rho}{\rho_c} \right)^{-0,50} \left[ \frac{1}{a_p} * \left( \frac{\rho_c^2 * g}{\mu_c^2} \right)^{1/3} \right]^{-0,72} * \left( \frac{\mu_d}{\mu_c} \right)^{0,10} \left[ U_D \left( \frac{\rho_c}{g * \mu_c} \right)^{1/3} \right]^{1,03} * \exp \left[ 0,95 * U_c \left( \frac{\rho_c}{g * \mu_c} \right)^{1/3} \right] \quad (35)$$

EL valor del parámetro  $C_1$  es:

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

Las Ecuación N° 35 predice la retención de la fase dispersa con un valor absoluto promedio de la desviación relativa de un 16,4%.

#### 4.4.2. Modelo de Seibert y Fair

Los autores proponen que la retención de la fase dispersa sea determinada a partir de la componente axial de la velocidad de la gota, la longitud de la trayectoria de ésta y la tasa de flujo de la fase dispersa, presentada por la Ecuación N° 36: [Seibert y Fair, 1988]

$$\phi_d = \frac{U_d * \left[ \cos\left(\frac{\pi * \zeta}{4}\right) \right]^{-2}}{\varepsilon * U_T * \exp\left(\frac{-6 * \phi_d}{\pi}\right) - \frac{U_c}{\varepsilon * (1 - \phi_d)}} \quad (36)$$

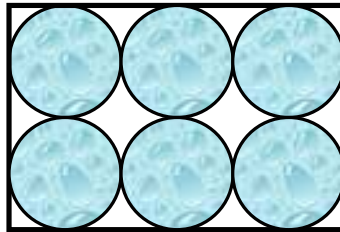
donde el factor de tortuosidad  $\zeta$  se define como:

$$\zeta = \frac{a_p * d_{vs}}{2} \quad (37)$$

Estas ecuaciones son el producto de evaluaciones en columnas empacadas con empaques estructurados como Sulzer SMV y sistemas líquidos como tolueno-acetona-agua y n-butanol-ácido succínico-agua; por ello este modelo será empleado en este trabajo.

Según Seibert y Fair en la inundación habrá un valor máximo para la retención de la fase dispersa, tal como se ilustra en la Figura N° 6 (diagrama para retención máxima). Esta puede ser calculada teóricamente suponiendo que la fase dispersa viaja en gotas esféricas uniformes. Para el caso de un arreglo cúbico de esferas, la máxima retención de la fase dispersa es: [Seibert y Fair, 1988]

$$\phi_{d,\max} = \frac{\pi}{6} = 0,52 \quad (38)$$



**Figura N° 6. Arreglo de las gotas en la inundación. Fuente: Seibert y Fair, 1988.**

#### 4.4.3. Modelo Mackowiak y Billet

Sus experiencias permitieron la valoración de la influencia de la dirección de transferencia de masa en la retención de la fase dispersa, el diámetro promedio de gota, el



límite de inundación y el área interfacial. La información disponible involucra principalmente empaques de cerámica como anillos Raschig, sillas de Intalox y anillos Bialecki. [Mackowiak y Billet, 1986]

El objetivo del trabajo realizado por Mackowiak y Billet era encontrar un método de cálculo de las principales dimensiones de columnas de extracción con elementos empacados ordenados y al azar empleando diferentes sistemas de prueba. Los efectos del mezclado axial no son considerados en esta investigación.

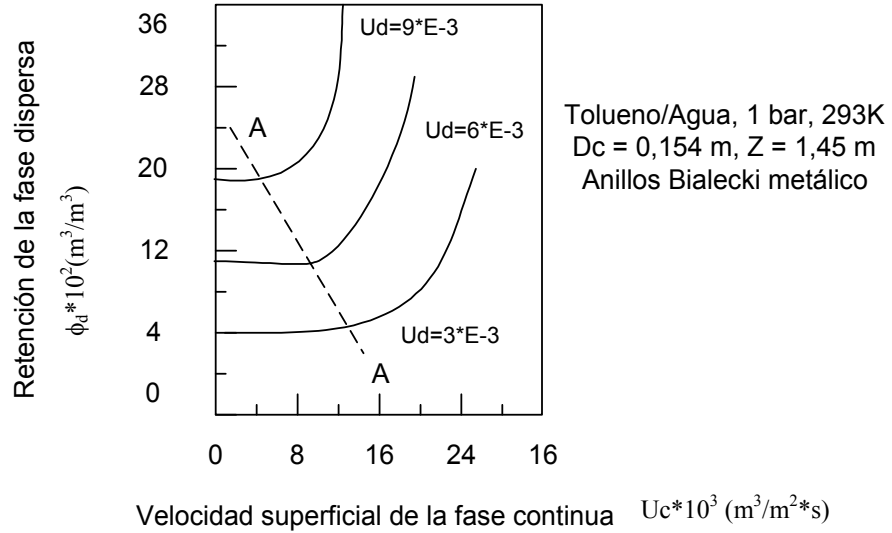
El comportamiento general de la fase dispersa en el rango entero en el que opera, se ilustra cualitativamente en la Figura N° 7. La retención de la fase dispersa,  $\phi_d$  es graficado como una función de la velocidad superficial  $U_c$  de la fase continua, con la velocidad superficial  $U_d$  de la fase dispersa, como el parámetro. Las medidas se llevaron a cabo para el sistema de prueba tolueno(D) / agua bajo las condiciones normales, en columnas de 0,154 y 0,0532 m de diámetro con 2,5 y 1,45 m de altura, respectivamente. [Mackowiak y Billet, 1986]

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

La gráfica de retención de la fase dispersa  $\phi_d$  como una función de la velocidad superficial  $U_d$ , con la velocidad superficial de la fase continua  $U_c$  como el parámetro, (Figura N° 8), resulta en una línea prácticamente recta en el rango donde  $\phi_d \neq f(U_c)$  aplica. Esta función se describe por la siguiente ecuación: [Mackowiak y Billet, 1986]

$$\phi_d = C_{1e} * U_D \quad (39)$$

donde  $C_{le}$  denota la constante del empaque, específico del sistema, válido en el rango de operación  $U_c < 0,65 U_{c,fl}$ . Es importante señalar que ésta constante no es reportada por los investigadores para el empaque Sulzer SMV o SMVP, pero a partir de los valores experimentales a obtenerse en esta investigación serán establecidos.



**Figura N° 7. Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase continua para empaques apilados. Parámetro: velocidad superficial de la fase dispersa. Fuente: Mackowiak y Billet, 1986.**

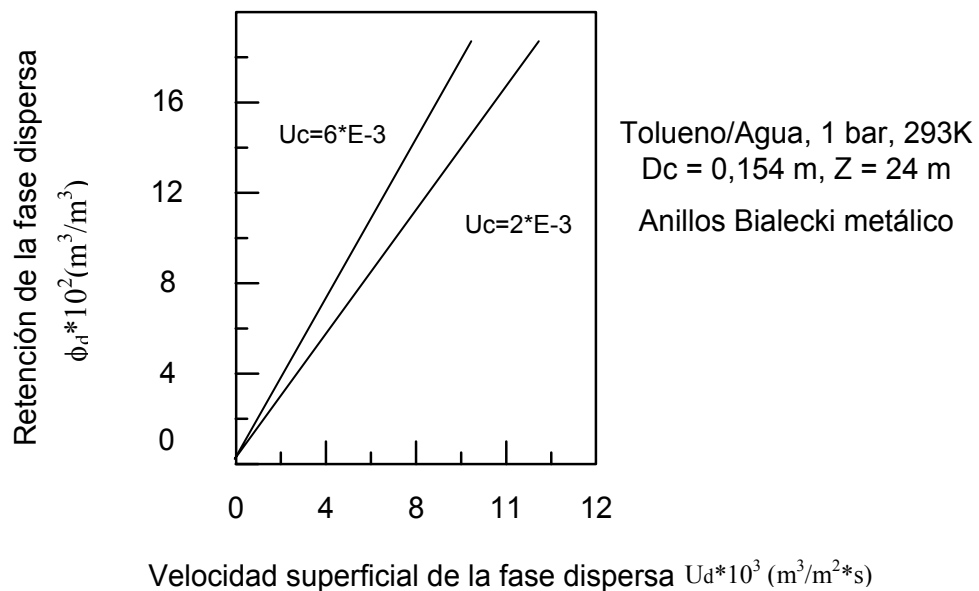
Las medidas de retención de la fase dispersa  $\phi_d$ , llevan a la conclusión de que, para los empaques ordenados y al azar, existe un rango de operación a aproximadamente 65% del límite de inundación, en que la retención de la fase dispersa, para un sistema dado, depende prácticamente sólo de la velocidad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

El modelo que describe la retención de la fase dispersa, se presenta en la Ecuación N° 40: [Mackowiak y Billet, 1986]

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

Si la constante del empaque  $C_{1e}$  de la Ecuación N° 39 se conoce (la cual es específica del sistema), la constante del empaque  $C_{0a}$  podría determinarse de la siguiente ecuación: [Mackowiak y Billet, 1986]

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



**Figura N° 8. Retención de la fase dispersa como una función de la velocidad superficial de la fase dispersa. Parámetro: velocidad superficial de la fase continua.**

**Fuente: Mackowiak y Billet, 1986.**

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

Los investigadores concluyen de los datos experimentales, que la constante  $C_{0a}$  para varios empaques metálicos, sólo difiere ligeramente de diseño a diseño. Debido a que la carga límite de la columna empacada difiere ligeramente entre sí, de anillos y empaques metálicos, puede asumirse que el comportamiento hidráulico de estos empaques es similar y las reglas que gobiernan la retención de la fase dispersa, el diámetro de gota y la carga límite, pueden ser aplicados a estos diseños.

En conclusión, obteniendo la constante  $C_{1e}$  (Ecuación N° 39) a partir de los valores experimentales, se podrá obtener la constante del empaque  $C_{0a}$  (Ecuación N° 41) y por último conocer el valor de la retención de la fase dispersa, a partir de este modelo.

#### 4.5. Cargas límites

Además de conocer y manejar las variables de proceso inherentes a un esquema de extracción en fase líquida es necesario, conocer los límites operativos de la unidad en estudio. Para ello es necesario determinar el punto de inundación o punto de máxima carga que puede ser manejada por la columna.

La inundación ocurre cuando la retención se hace tan grande que la fase dispersa coalesce en algún punto de la columna y pasa a ser continua. Generalmente aparece primero una segunda interfase al final de la columna (cuando la interfase principal se encuentra en el tope, como para el caso en estudio), o más generalmente, en alguna zona distinta en donde se encuentra y se controla la interfase principal. Este fenómeno encuentra su origen en el hecho de que las gotas más pequeñas de la fase dispersa no pueden superar la velocidad opuesta de la fase continua. [Cusack, 1991]

La inundación causa que la eficiencia de la separación caiga drásticamente, y como las gotas de la fase dispersa no pueden subir o caer en contra del flujo de la fase continua, la retención se incrementa. [Kumar y Hartland, 1994]

Otra forma de inundación que usualmente ocurre a altas relaciones de la fase dispersa a la fase continua es la inversión de fases, durante la cual las gotas se compactan, coalescen y se hacen continuas.

Las correlaciones disponibles para la capacidad máxima incluyen las correlaciones derivadas de una relación de la velocidad de deslizamiento aplicando la condición dada por la Ecuación N° 42 (o Ecuación N° 43). Sin embargo, en la mayoría de las ecuaciones publicadas, las velocidades de inundación y la retención en la inundación son directamente

relacionadas en términos de las propiedades físicas y las características del empaque. [Kumar y Hartland, 1994]

$$\left( \frac{dU_c}{d\phi_d} \right)_{U_d} = 0 \quad (42)$$

$$\left( \frac{dU_d}{d\phi_d} \right)_{U_c} = 0 \quad (43)$$

#### 4.5.1. Modelo de Kumar y Hartland

El número total de mediciones utilizadas para el desarrollo de este modelo fue de 845, incluyendo 86 valores con transferencia de masa. Este cuerpo de datos también incluye 95 experimentos para los cuales la fase dispersa humedece preferentemente el relleno. [Kumar y Hartland, 1994]

Para derivar la correlación se consideró que las curvas de inundación pueden ser descritas a través de una ecuación de la forma: [Kumar y Hartland, 1994]

$$U_{c,fl}^{\frac{1}{2}} + C_{1c} * U_{d,fl}^{\frac{1}{2}} = C_{2c} \quad (44)$$

Los parámetros  $C_{1c}$  y  $C_{2c}$  pueden ser expresados en función de los grupos adimensionales obtenidos mediante la utilización de las variables predictoras  $\Delta\rho$ ,  $\rho_d$ ,  $\mu_c$ ,  $\sigma$ ,  $a_p$ ,  $\varepsilon$ , y  $g$ . donde la forma de la mejor correlación para los datos es: [Kumar y Hartland, 1994]

$$U_{c,fl} * \left( 1 + \lambda^2 \right)^2 * \sqrt{\frac{a_p}{g}} = \alpha \cdot C_{1d} * \varepsilon^{1,54} * \left( \frac{\Delta\rho}{\rho_d} \right)^{0,41} * \left[ \frac{1}{a_p} * \left( \frac{\Delta\rho^2 * g}{\mu_c^2} \right)^{\frac{1}{3}} \right]^{0,3} * \left( \frac{\mu_c}{\sqrt{\frac{\Delta\rho * \sigma}{a_p}}} \right)^{0,15} \quad (45)$$

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

$$\lambda = \frac{U_D}{U_C} \quad (46)$$

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

$$U_{d,fl} * \sqrt{\frac{a_p}{g}} = \alpha * C_{1d} * \varepsilon^{1,54} * \left(\frac{\Delta\rho}{\rho_d}\right)^{0,41} \left[ \frac{1}{a_p} * \left(\frac{\Delta\rho^2 * g}{\mu_c^2}\right)^{\frac{1}{3}} \right]^{0,3} * \left( \frac{\mu_c}{\sqrt{\frac{\Delta\rho * \sigma}{a_p}}} \right)^{0,15} \quad (47)$$

En la ecuación anterior el parámetro  $\alpha$  contabiliza la divergencia entre los datos para los dos tipos de mojado. Sus valores posibles son: [Kumar y Hartland, 1994]

- 1 cuando la fase continua humedece el relleno y,
- 1,29 cuando la fase dispersa humecta el empaque.

Los valores del parámetro  $C_{1d}$  son una función del tipo de empaque y para el empaque Sulzer SMV tiene un valor de 0,22; con lo cual se podrá aplicar la ecuación anterior en este trabajo. Las ecuaciones anteriores predicen las velocidades de inundación con un valor absoluto promedio de la desviación relativa de un 19,5%. [Kumar y Hartland, 1994]

#### 4.5.2. Modelo de Seibert y Fair

Seibert y Fair desarrollaron un modelo teórico que consistente en la inundación para el empaque SMV, utilizando la ecuación de retención de la fase dispersa. Sustituyendo  $\pi/6$  o 0,52 en el término de la retención  $\phi_d$  de la ecuación, desarrollaron el siguiente modelo general de inundación. [Seibert y Fair, 1988]

$$\frac{1}{U_{c,fl}} = \frac{5,63}{\varepsilon * U_T} + 5,21 \left[ \cos \left\{ \frac{\pi \zeta}{4} \right\} \right]^{-2} * \left[ \frac{\left( \lambda * U_{c,fl} / U_{c,fl} \right)}{\varepsilon * U_T} \right] \quad (48)$$

La Ecuación N° 48, que será empleada en esta investigación, proporciona un panorama general de importancia, pues permite estimar la velocidad de inundación para la fase continua, ya que involucra los parámetros más importantes que controlan la inundación como: la fracción vacía del empaque, el factor de tortuosidad y la velocidad de gota. La desviación promedio de los valores experimentales fue de un 12%. [Seibert y Fair, 1988]

La ventaja de este acercamiento es que el modelo de inundación presentado por los investigadores, podrá extrapolarse a empaques de menor área superficial usados comúnmente en la industria. [Seibert y Humphrey, 1995]

$$\text{Limite } a_p \rightarrow 0 \quad \frac{1}{U_{c,fl}} = \frac{5,63}{U_T} + 5,21 \left[ \frac{\left( U_{d,fl} / U_{c,fl} \right)}{U_T} \right] \quad (49)$$

El diámetro de la columna puede calcularse de la velocidad de inundación y el porcentaje de inundación en el diseño,  $\beta_f$ . [Seibert y Humphrey, 1995]

$$\text{Diámetro de Columna} = \sqrt{\frac{4 * Q_c}{\pi * \beta_f * U_{c,fl}}} \quad (50)$$



#### 4.5.3. Modelo Mackowiak y Billet

Para obtener la velocidad superficial  $U_{c,fl}$  y  $U_{d,fl}$  en el punto de inundación, los investigadores combinan la velocidad de deslizamiento y la velocidad característica de la gota, si el espacio vacío interno,  $\varepsilon$  y la retención de la fase dispersa  $\phi_d$  en el punto de inundación, para una relación entre las velocidades superficiales de la fase dispersa y continua dada  $\lambda$ , son conocidas. [Mackowiak y Billet, 1986]

Estos investigadores plantean la siguiente ecuación para la velocidad de deslizamiento, que permitirá la obtención de un modelo para determinar la retención en la inundación.

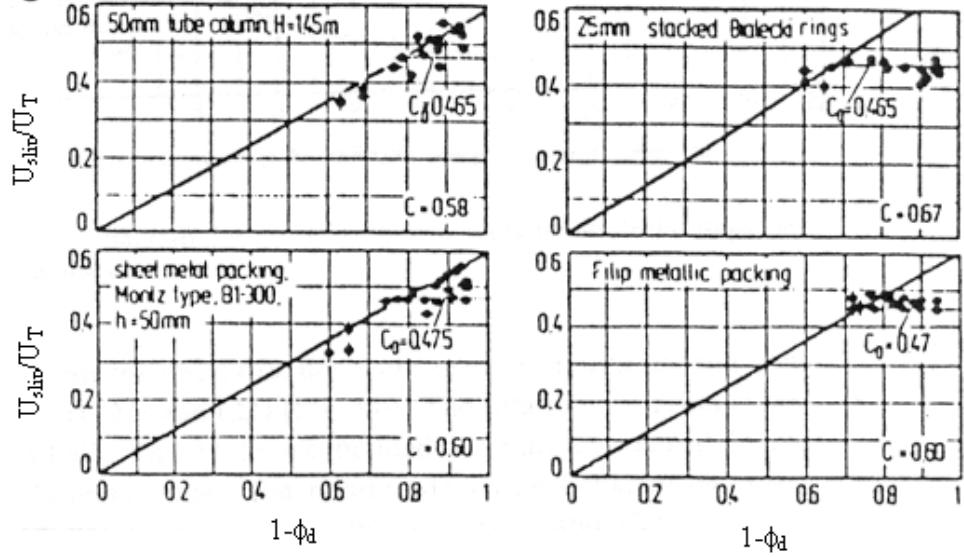
$$\frac{U_{slip}}{U_T} = C(1 - \phi_d) \quad (51)$$

La Figura N° 9 muestra hasta que punto  $C$  (parámetro proporcional al factor de fricción) puede ser considerado constante. En estos diagramas, las velocidades  $U_{slip}/U_T$  son graficadas como funciones de las diferencias  $(1 - \phi_d)$  para los empaques regulares y al azar usados en esta investigación para el sistema tolueno(D)/agua. La pendiente de estas líneas rectas en la representación proporciona los valores de la constante  $C$ , para la velocidad característica. [Mackowiak y Billet, 1986]

La aplicación de las ecuaciones que definen el límite de inundación (Ecuación N° 42, Ecuación N° 43) y la diferenciación produce la siguiente relación para el cálculo de velocidades superficiales en el punto de inundación: [Mackowiak y Billet, 1986]

$$U_{c,fl} = C * U_T * \varepsilon * (1 - \phi_{d,fl})^2 (1 - 2\phi_{d,fl}) \quad (52)$$

$$U_{D,fl} = 2 * C * U_T * \varepsilon * (1 - \phi_{d,fl}) \phi_{d,fl}^2 \quad (53)$$



**Figura N° 9. Relación  $U_{slip}/U_T$  como una función de  $(1 - \phi_d)$ . Para láminas de metal, empaques plásticos y para anillos Bialecki apilados.**

Fuente: Mackowiak y Billet, 1986.

La combinación de la Ecuación N° 46, la Ecuación N° 52 y la Ecuación N° 53, a una relación entre las velocidades superficiales dada,  $\lambda$ , da como resultado la siguiente ecuación para la retención  $\phi_{d,fl}$  de la fase dispersa en el punto de inundación: [Mackowiak y Billet, 1986]

$$\phi_{d,fl} = \frac{(\lambda^2 + 8\lambda)^{1/2} - 3\lambda}{4 * (1 - \lambda)} \quad (54)$$

Así, la carga límite del diagrama  $U_{d,f} = f(U_{c,fl})$  puede ser calculado de la constante del empaque experimental  $C$  (constante desconocida para el empaque SMVP) y de las propiedades físicas del sistema.

Para obtener la constante C se podrá emplear la Ecuación N° 52 y la Ecuación N° 53, utilizando los valores experimentales de la retención en la inundación, ya que estas ecuaciones provienen de un desarrollo de la condiciones de inundación, con ello se podrá determinar los valores de la velocidad de inundación teórica, usando el valor de retención a partir de la Ecuación N° 54.

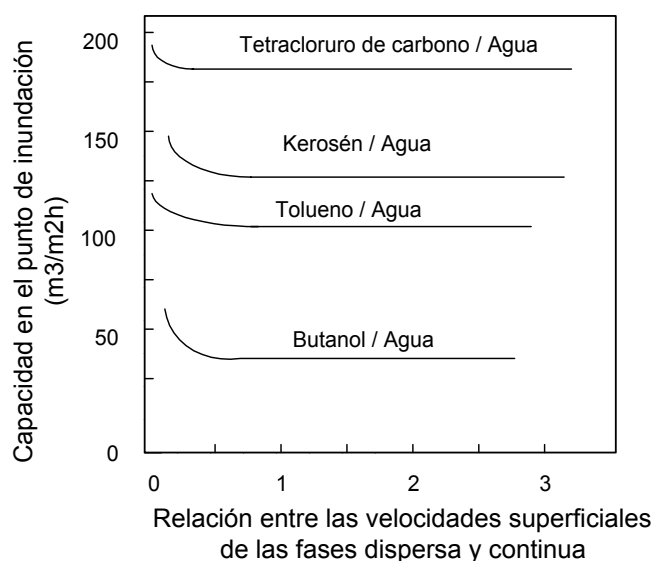
Mackowiak y Billet presentan medidas de carga límites bajo las condiciones de transferencia de masa. El aumento de carga límite bajo estas condiciones es particularmente pronunciado con anillos Pall y Bialecki de 25 mm. El que ocurra una redistribución de soluto propicia que tanto las columnas rellenas con elementos de empaque desordenados como con estructurados sean capaces de soportar cargas considerablemente mayores si la transferencia de masa se verifica de la fase dispersa a la fase continua.. Sin embargo,  $U_{d,fl}$  y  $U_{c,fl}$  presentaron un aumento de aproximadamente 25% en la dirección D→C, comparado a las sustancias puras. Las medidas para la dirección inversa de transferencia de masa (C→D) estaban en el rango válido para las sustancias puras. [Mackowiak y Billet, 1986]

#### 4.5.4. Modelo de Streiff y Jancic

Según estos investigadores las velocidades máximas de la fase en el punto de inundación se obtienen por la diferenciación parcial de la Ecuación N° 42 y la Ecuación N° 43, con lo cual obtuvieron la siguiente relación para la retención en el punto de inundación: [Streiff y Jancic, 1984]

$$\phi_{d,fl} = \frac{\lambda^{0.5}}{1 + \lambda^{0.5}} \quad (59)$$

En la Figura N° 10 se muestra las medidas de las capacidades en el punto de inundación como una función de la relación entre las velocidades superficiales de la fase dispersa y continua. Las capacidades predichas por los modelos de Streiff y Jancic para los cuatro sistemas de prueba están dentro de  $\pm 10\%$  de los valores medidos.



**Figura N° 10. Capacidades en el punto de inundación para el empaque Sulzer SMV.**

**Fuente: Streiff y Jancic, 1984.**

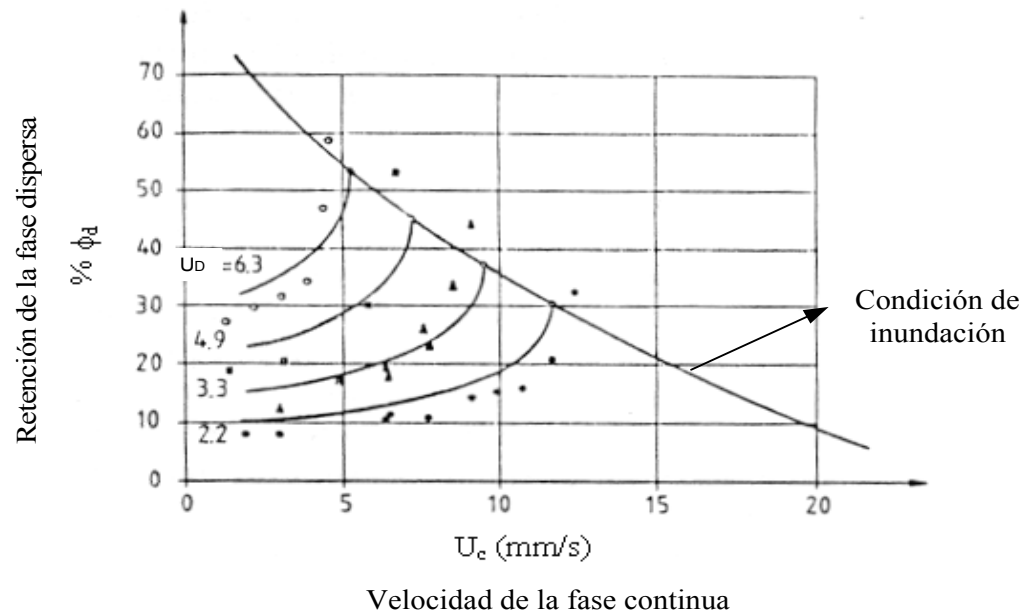
La Figura N° 11 muestra el diagrama de retención calculado para el sistema butanol/agua, comparado con los valores medidos, en función de la velocidad de la fase continua.

Se observa en la Figura N° 11 que la retención se incrementa con la velocidad de la fase dispersa y la de la fase continua hasta llegar al punto de inundación.

Por último se presentan dos observaciones que incluyen los autores en su investigación:

- Si la retención de la fase dispersa en el punto de inundación excede 0,6, o más exactamente, si se acerca al valor que concuerda con una estructura de esferas estrechamente empacadas (0,68 – 0,74), puede ocurrir la inversión de fases.

- El empaque Sulzer SMV genera un mezclado radial homogéneo en una longitud muy pequeña a su alrededor. Se ha observado un mezclado transversal casi siete veces mejor con este tipo de elementos que con rellenos al azar.



**Figura N° 11. Diagrama de retención para el sistema Butanol/Agua. Fuente: Streiff y Jancic, 1984.**

## 5. Transferencia de masa en un proceso de extracción líquido-líquido

Los métodos gráficos son muy ampliamente utilizados para visualizar las relaciones existentes entre un grupo de variables, por ello su uso general en ingeniería química. Resultan útiles en el diseño de sistemas de contacto por etapas debido a que los procedimientos de cálculo implican la resolución simultánea de relaciones de equilibrio y balances de materia y entalpía. Las relaciones de equilibrio, que son funciones complejas de las propiedades del sistema son representadas frecuentemente de forma gráfica, y las ecuaciones de los balances de materia y energía pueden representarse en los mismos gráficos. Mediante una adecuada elección de las coordenadas y de las construcciones geométricas se pueden resolver gráficamente los problemas de diseño.

### 5.1. Contacto de etapa múltiple en contracorriente

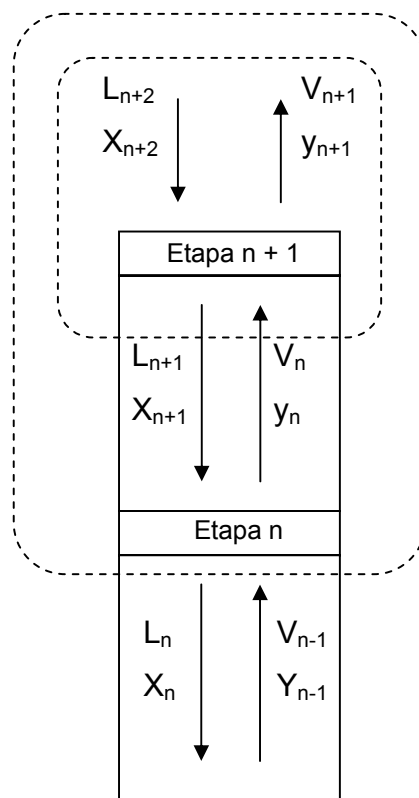
En una sección de etapa múltiple en contracorriente las fases que se han de poner en contacto entran por los extremos opuestos de una serie de etapas ideales o de equilibrio. Asumiendo que  $L$  y  $V$  son los flujos molares de las fases más densa y menos densa respectivamente y  $x_i$  e  $y_i$  las correspondientes fracciones molares (o de masa) del componente  $i$ , el desarrollo comienza con un balance de materia alrededor de la etapa  $n+1$ , la etapa superior del contactor como se muestra en la Figura N° 12, en ella las corrientes  $L_{n+2}$  y  $V_n$  entran en la etapa mientras que  $L_{n+1}$  y  $V_{n+1}$  salen de la misma,

$$L_{n+2}x_{n+2} + V_n y_n = V_{n+1}y_{n+1} + L_{n+1}x_{n+1} \quad (60)$$

o bien

$$y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{V_{n+1}y_{n+1} - L_{n+2}x_{n+2}}{V_n} \quad (61)$$

La Ecuación N°63 puede ser utilizada para localizar los puntos sobre el diagrama x-y, la línea que pasa por todos estos puntos recibe el nombre de línea de operación.



**Figura N° 12. Balance de Materia en un Contactor.**

Todas las corrientes que circulan en contracorriente a través de la columna están situadas sobre esta línea de operación, que puede ser una recta o una curva. Si la relación de flujos de las fases es constante en toda la sección de etapas, las pendientes de las líneas definidas son idénticas.

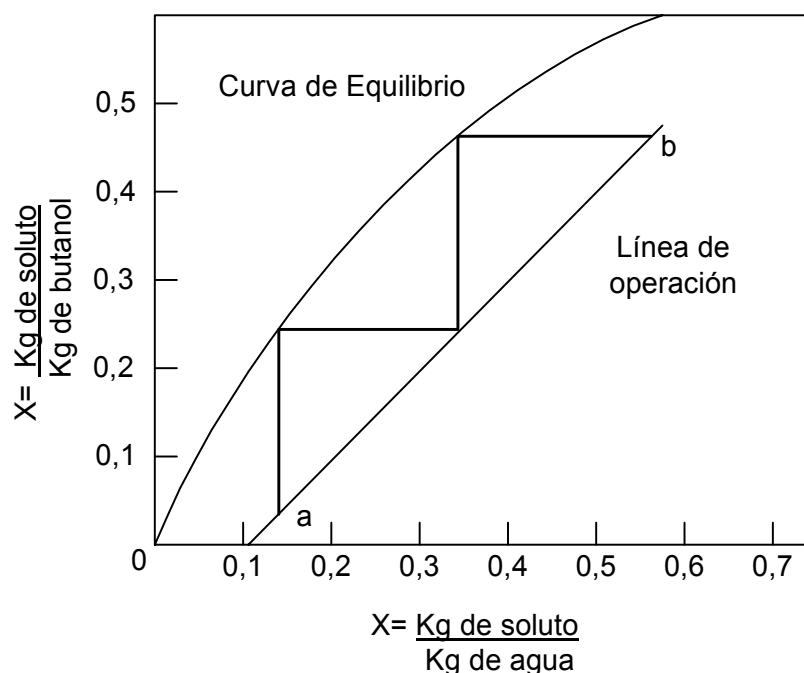
El número de etapas teóricas que se requieren para efectuar la transferencia de una cantidad especificada de componente desde la fase L hasta la fase V se puede determinar

utilizando la línea de operación del balance de materia juntamente con una curva de equilibrio en un diagrama  $x$ - $y$ .

Las composiciones de las corrientes de entrada y salida vienen dadas por los puntos **a** y **b** que están localizados en  $(x_1, y_0)$  e  $(x_{n+1}, y_n)$  de la Figura N° 13 que muestran también la curva de las fases en equilibrio del sistema. Si  $L/V$  es constante en toda la sección de las etapas, la recta que une los puntos **a** y **b** es la línea de operación (el lugar geométrico de las corrientes que se cruzan). Para determinar el número de etapas que se requieren para alcanzar el cambio de composición desde **a** hasta **b** se realiza la construcción en escalera que se muestra en la Figura N° 13. Partiendo de **a** (composición de las corrientes que se cruzan por debajo de la etapa 1) se sigue verticalmente sobre  $x_1$  hasta alcanzar la curva de equilibrio en el fin de obtener  $y_1$  (composición del vapor que sale de la etapa 1). Después se camina horizontalmente sobre  $y_1$  hasta el punto de la línea de operación  $(x_2, y_1)$ , la composición de las corrientes que se cruzan entre las etapas 1 y 2. Se continúa vertical y horizontalmente en la forma indicada apoyándose alternativamente en las líneas de equilibrio y operación hasta que se alcanza o sobrepasa el punto **b**. [Treybal, 1988]

La construcción gráfica que se muestra en la Figura N° 13 fue aplicada a los cálculos de destilación de sistemas binarios por McCabe-Thiele en 1925, y desde entonces la gráfica  $x$ - $y$  con línea(s) de operación y curva de equilibrio se denomina diagrama de McCabe-Thiele. [Treybal, 1988]





**Figura N° 13. Diagrama de McCabe-Thiele.**

## 5.2. Aplicación a la Extracción

La extracción líquido-líquido introduce una complejidad adicional, puesto que el balance de materia debe considerar al menos dos componentes en la alimentación y además un componente adicional como agente material de separación. En extracción los dos disolventes son inmiscibles entre sí, pero el soluto es miscible en ambos. La fase extracto, rica en disolvente es representada por  $E_n$  y la fase de refinado por  $R_n$ , donde  $x_i$  es la fracción de masa de soluto presente en  $R$  y  $y_i$  es la fracción másica de soluto presente en  $E$ ; Las corrientes constantes de extracto y refinado son representados por  $E_s$  y  $R_w$  respectivamente.

El flujo de masa de soluto por flujo de masa de disolvente en la fase  $E$  es representado por  $Y_n$  y el flujo de masa de soluto por flujo de masa de inertes en la fase  $R$  se representa por la variable  $X_n$ , análogamente, aplicando un balance de materia en dos etapas consecutivas se obtiene la Ecuación N°62 que representa la línea de operación recta

en el diagrama de equilibrio entre las fases X-Y con la suposición análoga a destilación de flujo molar constante. Para la extracción es posible utilizar indistintamente relaciones másicas o molares.

$$Y_{n-1} = \frac{R_w}{E_s}(X_n) + \frac{E_s Y_a - R_w X_a}{E_s} \quad (62)$$

### 5.3. Altura Equivalente a un Plato Teórico HETP

En el diseño de columnas empacadas se puede decir que las mismas son equivalentes a las que tienen ciertos números de platos teóricos cuando la línea de operación y la de equilibrio son rectas, la ecuación del HETP esta definida por:

$$HETP = \frac{h_{relleno}}{n} \quad (63)$$

Por consiguiente las columnas empacadas altas, en las que las separaciones son difíciles y las líneas de operación son casi paralelas a la curva de equilibrio, los platos teóricos se pueden utilizar para la caracterización de la separación obtenida.

Cuando se trabaja en zonas donde la línea de operación y la curva de equilibrio no son constantes, cada valor de HETP es el incremento de la altura de empaque requerido para la etapa teórica que corresponde, la suma de los HETP representa la altura total empacada, que se puede separar en zonas de separación.

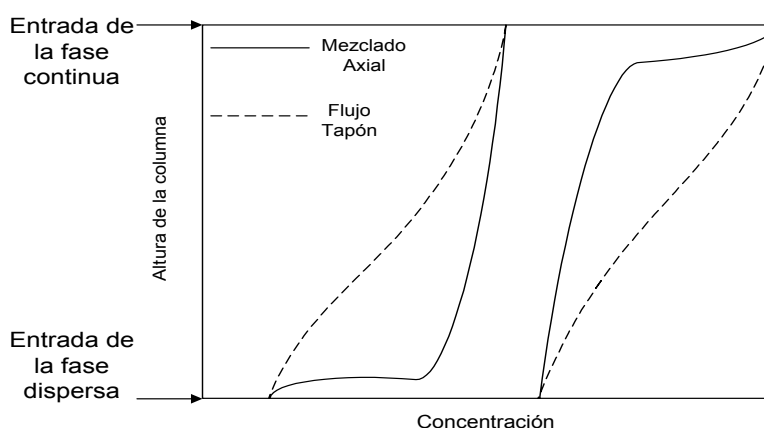
Un método más estricto es el uso de *Número de Unidades de Transferencia de masa (NTU)* y *Altura equivalente de una unidad de transferencia (HTU)*, el NTU requerido para una separación determinada está íntimamente relacionado con el número de etapas o platos teóricos requeridos para realizar la misma separación en un equipo tipo platos o de transferencia por etapas. [Treybal, 1988]

#### 5.4. Mezclado Axial

Por mezcla axial se entiende la circulación vertical (retromezcla) de los líquidos; esto es, el movimiento de líquido ligero hacia abajo y del denso hacia arriba, opuestos a su dirección ordinaria de flujo y dispersión radial. [Treybal, 1988]

El grado de mezcla axial que ocurre en un extractor es en gran medida función del diseño y de las circunstancias en que se afecta la operación. La influencia sobre la altura del extractor requerida puede calcularse si las expresiones para describir la mezcla axial han sido establecidas. [Treybal, 1988]

Los extractores diferenciales también están sujetos al mezclado axial, el cual reduce severamente la rapidez de extracción debido al deterioro de las diferencias de concentración entre las fases que es la fuerza motriz para la transferencia de masa. Esto se ilustra en la Figura N° 14, en donde los perfiles reales de concentración (mezclado axial) muestran una diferencia de concentración sustancialmente menor que para el flujo tapón. Si se dispersa el líquido principal, el problema de mezclado axial se agrava. El problema se agudiza tanto más cuanto mayor es la relación de flujo; esta dificultad es común en todos los extractores diferenciales. [Treybal, 1988]



**Figura N° 14. Efecto del mezclado axial en los perfiles de concentración en las torres de extracción. Fuente: Treybal, 1988**

El empaque Sulzer SMVP se distingue por un mezclado cruzado pronunciado y un bajo retromezclado axial (movimiento opuesto de los fluidos a su dirección ordinaria de flujo y dispersión radial), lo que permite manejar altos flujos para sistemas con pequeñas diferencias de densidad y de tensión superficial, manteniendo en estas condiciones el buen funcionamiento de la unidad. [Sulzer Chemtech, 1991]

## 6. Descripción de la unidad piloto

Para facilitar la comprensión del procedimiento experimental, es necesario realizar un bosquejo de la unidad piloto (Figura N°15) en la cual se realizaron las pruebas fluidodinámicas y de transferencia de masa.

Para ello se realizó una revisión del diagrama de flujo de la unidad piloto, presentado en el trabajo de grado de Ávila y García. Las hojas de especificación de los equipos que forman parte de la columna fueron presentadas en el trabajo de grado de Di Sarli y García.

### Descripción de los equipos que integran la unidad piloto.

A continuación se presenta una lista de los equipos instalados en la planta piloto ubicados en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU):

**Tabla N° 4. Inventario general de equipos instalados en la planta piloto.**

N° de unidades	Tipo de Equipo	Códigos referidos al DFP
1	Agitador mecánico de hélice	MA-1
2	Bombas centrífugas de vidrio de borosilicato	P-1, P-2
1	Bomba centrífuga de acoplamiento magnético	P-3
1	Filtro de paso rápido	S-1
3	Rotámetros	FI-100, FI-200, FI-300
4	Tambores cilíndricos	T-1, T-5, T-6, T-10
4	Tanques cilíndricos con tapa	T-3, T-7, T-8, T-9

Fuente : Di Sarli y García, 2000.

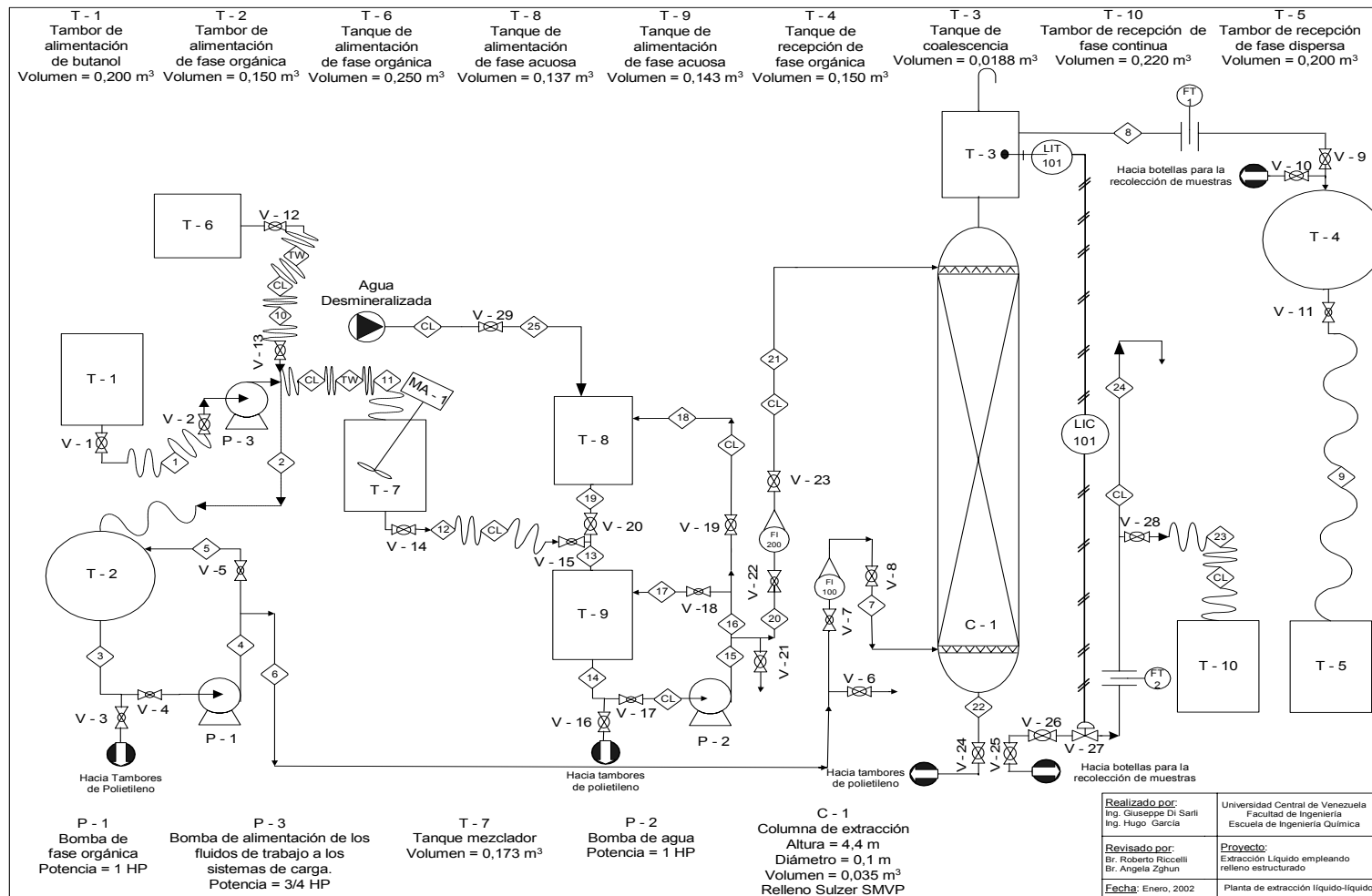


Figura N°15. Diagrama de flujo de la planta de extracción líquido-líquido

**Tabla N° 4. (Continuación) Inventario general de equipos instalados en la planta piloto.**

<b>N° de unidades</b>	<b>Tipo de Equipo</b>	<b>Códigos referidos al DFP</b>
2	Tanques esféricos	T-2, T-4
12	Válvulas de globo	V-3, V-4, V-5, V-7, V-11, V-15, V-17, V-18, V-22, V-30, V-31, V-33
1	Columna empacada de extracción líquido-líquido	C-1
21	Válvulas de paso rápido	V-1, V-2, V-6, V-8, V-9, V-10, V-12, V-13, V-14, V-16, V-19, V-20, V-21, V-23, V-24, V-25, V-26, V-27, V-28, V-29, V-32

**Fuente: Di Sarli y García, 2000.**

Además, se tiene un lazo de control de nivel de interfase que está integrado por los siguientes dispositivos:

- Sensor-transmisor-indicador
- Controlador
- Elemento final de control

La columna de extracción líquido-líquido cuenta con distribuidores, relleno y visores, que son descritos en las hojas de especificaciones de proceso que desarrollaron Di Sarli y García.

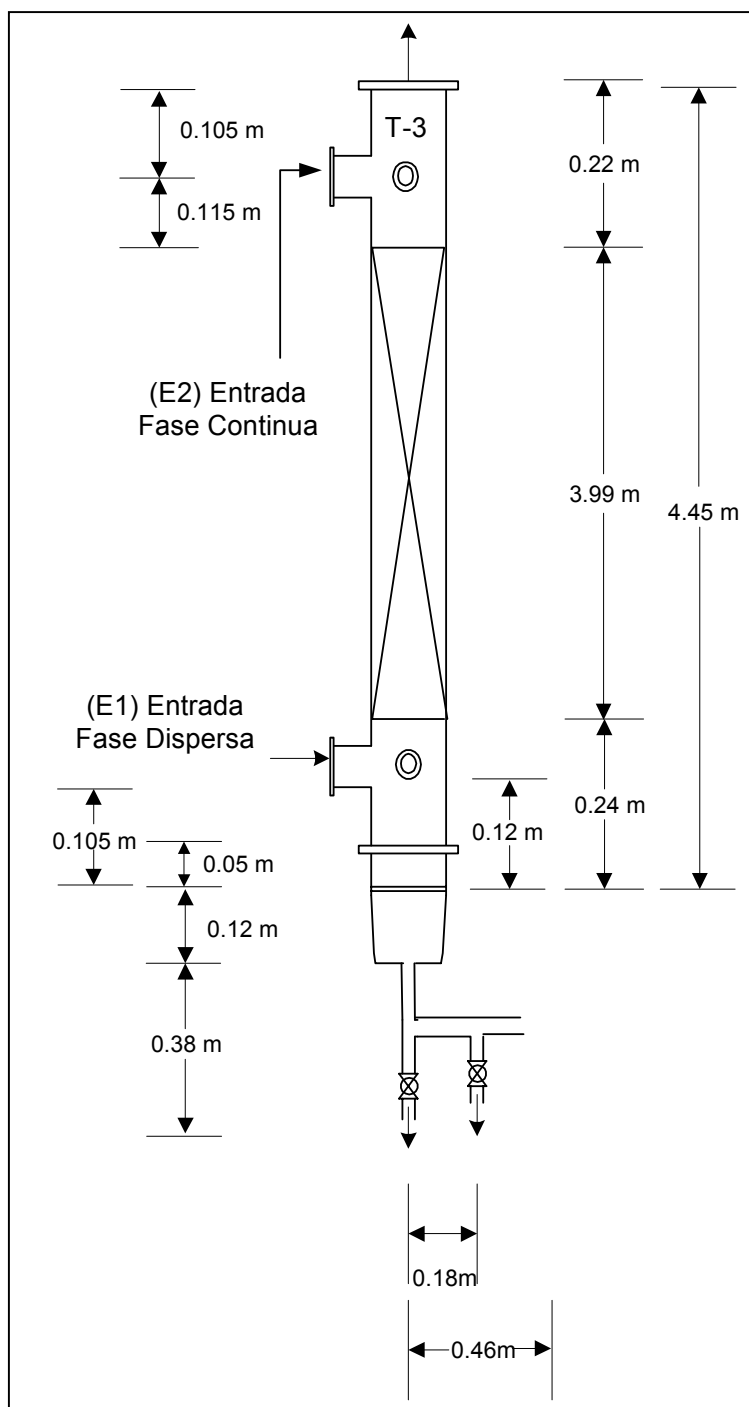


Figura N° 15. Esquema de la columna de extracción. Fuente: Di Sarli y García, 2000.



En la Figura N° 15 se presenta las dimensiones de la columna de extracción, en donde el empaque Sulzer SMVP ocupa 3,99 m, constituido por 19 elementos SMV tipo 350Y de 21 cm cada uno, y placas de flujo dual en cada uno de ellos, alternándolos 90° con el anterior. El área superficial del relleno es de  $353 \text{ m}^2/\text{m}^3$ , con una porosidad del 96%

Por la parte inferior (E1) entra la fase dispersa al distribuidor y la fase continua entra por la boquilla (E2). En la parte superior de la columna, la fase dispersa que asciende por la unidad en forma de gotas, decanta en el tanque T – 3 lo que permite la separación de las fases por gravedad con el fin de minimizar el arrastre de la fase continua y permite obtener en consecuencia un refinado limpio. Para una óptima operación se dispone del sistema de control automático del nivel de la interfase. Este sistema de control encuentra su sustentación en la capacidad que tiene de brindar un entorno más seguro y facilitar la operación de la columna.

En la planta piloto se encuentran actualmente dos transmisores de flujo para las salidas de la fase dispersa y continua, que traducen las señales enviadas por unos sensores que están ubicados en las respectivas líneas de flujo. Estos sensores trabajan con unas turbinas, de material PVDF capaz de soportar los ataques químicos del sistema a utilizar, pueden traducir el flujo de líquido a una cierta intensidad de corriente entre 4-20 mA, es decir, para 4 mA el caudal indicado por el transmisor es igual a cero, y para 20 mA el caudal indicado por el transmisor es el máximo.

### **Equipos auxiliares**

Además de todos los equipos descritos hasta el momento, es necesario señalar los siguientes equipos que permitirán cumplir con los objetivos de la investigación.

- Planta desmineralizadora de agua, cuyo diseño fue desarrollado en el trabajo de grado Ávila y García, instalada para garantizar la calidad del agua, ya que, los

electrolitos pueden tener un efecto muy fuerte en la extracción líquido-líquido en concentraciones bastantes bajas.

- Un equipo de análisis químico, constituido por una bureta, pipeta, soporte universal para de succión, mezclador magnético, , soda cáustica, erlenmeyers.
- Un reactor de vidrio para pruebas de equilibrio: El equipo es de vidrio, de 4 cm. de diámetro interno y 23 cm. de longitud, de aproximadamente 265 ml de capacidad; posee una camisa de vidrio que permite el control de la temperatura por medio de un baño térmico de recirculación, el cual envía agua a la camisa del contactor. El baño térmico controla la temperatura deseada con una precisión de  $\pm 2$  °C. El contacto adecuado entre las fases se realiza mediante un agitador de vidrio, acoplado a un motor de agitación que permite variar el número de revoluciones por minuto. Dicho agitador, consta de seis paletas distribuidas a lo largo del mismo y colocadas cada unos aproximadamente 30 grados con respecto a la anterior, de tal forma que abarcan toda la longitud interna del equipo, cubriendo un diámetro de 2,5 cm.

El reactor dispone de tres válvulas de teflón, una en la parte inferior y las otras dos en la parte lateral del equipo, que permiten la evacuación de las fases formadas, es decir el extracto y el refinado. Tanto la carga o alimentación como el solvente se alimentan por la boquilla de la parte superior.

- Un conductímetro en línea.
- Paletas de madera que sirven como base a los tambores a utilizar.
- Dos carretillas que sirven para el transporte de tambores.
- Equipos de protección personal: guantes, lentes de seguridad, mascarillas con filtro para vapores orgánicos.
- Una balanza analítica de cinco cifras significativas.

## 7. Metodología para realizar el estudio fluidodinámico

Para una fácil comprensión de los pasos seguidos en esta investigación, a continuación se presenta la metodología que se utilizó para la obtención de los valores experimentales que posteriormente serán analizados.

### Marco Teórico

Se consultó una extensa cantidad de referencias bibliográficas a fin de familiarizarse con el proceso de extracción líquido-líquido, analizando cada una de las variables que afectan a este proceso y su sensibilidad al proceso de extracción.

Se analizaron los antecedentes realizados en esta línea de investigación, buscando todos los trabajos que tuviesen información concerniente a las variables fluidodinámicas que influyen en el proceso de extracción líquido-líquido. Para cada uno de los modelos existentes en la literatura que representaban a las variables fluidodinámicas, se determinaron cuales eran los parámetros de los cuales dependían dichos modelos.

Al no contar con los equipos apropiados para realizar todas las mediciones que eran necesarias para caracterizar el estudio completo del proceso de extracción líquido-líquido, se procedió a realizar el estudio de los modelos que se podían utilizar de acuerdo a las limitaciones tecnológicas que se tenían, por esta razón, se decidió comparar las variables que no se podían medir en la práctica únicamente de forma teórica, a fin de obtener parámetros que permitan validar el grado de ajuste o desviación de los diferentes modelos entre ellos mismos.

La información teórica indicaba que el sistema en estudio era parcialmente miscible tanto el agua en el n-butanol como el n-butanol en el agua, a fin de definir el grado de miscibilidad se determinaron curvas de saturación tanto de agua en butanol como de

butanol en agua, tomando como parámetro de referencia para este análisis el índice de refracción.

Dentro de los objetivos propuestos se encontraba la cuantificación de la altura equivalente a un plato teórico. A través del método de McCabe Thiele se calculó el número de etapas teóricas de la columna. Debido a las condiciones de presión y temperatura del laboratorio se procedió a determinar la curva de equilibrio del sistema n-butanol – ác. succínico – agua a una temperatura de 28°C y a presión atmosférica.

### **Curvas de Saturación**

Como punto de partida se midieron los índices de refracción de las sustancias puras.

Manteniendo constante la cantidad de volumen de una de las fases, se comenzó a agregar cantidades pequeñas de la otra fase midiendo, se mantenía agitada la solución un tiempo prudente para que se homogeneizara la mezcla, se medía el índice de refracción y se repetía la experiencia hasta que se visualizara la formación de una segunda fase en la solución.

Se generaron las curvas de índice de refracción versus composición volumétrica identificando el punto donde se saturaba la mezcla.

De acuerdo a las relaciones de volumen que aceptaban ambas fases, se procedió a calibrar el tanque de mezclado donde se preparaban las cargas que iban a ser alimentadas a la columna, a fin de disminuir el error que se pudiese producir al preparar las mezclas.

### **Pruebas de Equilibrio a 28°C**

Se preparó el equipo a utilizar constituido por un reactor cilíndrico de vidrio con un baño térmico para garantizar la temperatura de 28°C y un sistema de agitación para mantener constante la concentración en todo el sistema.

Se planificaron las pruebas para caracterizar un rango de concentraciones de soluto entre 0,5 y 2 % en peso de ácido succínico.

Utilizando el volumen del reactor como límite de operación, se prepararon las fases a introducir tomando iguales cantidades de masa aunque tuviesen volúmenes diferentes.

Se analizó la cantidad de ácido succínico en una de la fases en intervalos de tiempos variantes, una vez que la cantidad de ácido succínico no variaba con el tiempo se procedió a realizar el estudio completo del sistema a fin de cuantificar cuanto ácido se encontraba presente en cada una de las fases.

### **Planta de Extracción Líquido-Líquido**

Sobre la base del diagrama de flujo del proceso de la planta, realizado por Ávila y García, se estudiaron las líneas de proceso y se actualizó el diagrama ya que se instalaron nuevos equipos en la planta.

Utilizando los medidores de caudal que se instalaron en la planta se realizó la comparación de los valores arrojados por ellos y los que presentaban el software de los rotámetros, que se emplean para medir los flujos de entrada a la columna, al no converger ambos valores se procedió a realizar la curva de calibración para los rotámetros.

Se desarrolló una nueva metodología para la obtención práctica de la retención dentro de la columna, ya que al analizar el procedimiento con que se obtenía la misma en trabajos anteriores esta acarreaba un error que se podía eliminar.

En pruebas de familiarización de la planta se observó que el controlador no mantenía la interfase del tanque de coalescencia en un nivel constante, no llegando a estabilizar los flujos de salida de la columna, debido a esto se procedió a reajustar el controlador, utilizando el manual del controlador desarrollado por Di Sarli y García.

Se procedió a reparar las fugas que presentaban las bombas y los rotámetros a fin de disminuir la pérdida de líquido y los riegos de utilización de la planta piloto.

### **Pruebas en la Planta Piloto**

Se prepararon las cargas de fase dispersa parcialmente saturada con agua y la continua parcialmente saturada con n-butanol añadiendo la cantidad de ácido succínico necesaria para llevar la concentración a 1% en peso. Tomando en cuenta los volúmenes a emplear en cada corrida y la relación de fases a utilizar, se deben preparar continuamente cargas de alimentación a fin de mantener contaste en ingreso de fases a la columna.

Se introduce primero la fase continua a fin de garantizar de que sea esta la que moje al empaque, seguidamente se ingresa la fase dispersa, fijando los caudales de entrada por debajo de la relación de fases a utilizar.

Luego de esperar un tiempo prudente, se tomaron muestras a las salidas de ambas fases para verificar la cantidad de ácido succínico en cada una de ellas, a fin de saber cuando se encontraba la columna en condiciones estacionarias. Alcanzado el estado

estacionario, se prosiguió a dar un salto en escalón, llevando los caudales a la relación de fases a utilizar en dicha prueba, con el propósito de ver como se comporta la columna ante una perturbación, comenzado desde este punto la toma de muestras tanto de la fase continua y fase dispersa a la salida de la columna en intervalos de tiempos diferentes hasta alcanzar nuevamente las condiciones estacionarias.

Una vez en el estado estacionario se procedía a realizar las mediciones necesarias para obtener todas las variables necesarias para los cálculos de los valores experimentales, se cerraba la entrada y salida de líquido a la columna para así obtener la retención en el estado estacionario. La misma se obtuvo esperando el tiempo prudente para que se separasen las dos fases por su diferencia de densidad, una vez transcurrido este tiempo se suministro fase continua a la columna hasta alcanzar el nivel de la interfase igual al ultimo nivel en que se encontraba la interfase antes de cerrar todas las válvulas.

Medida la retención en el estado estacionario, se prosiguió a la inundación de la columna, realizando un aumento gradual de cantidades de fase dispersa y fase continua que se estaban alimentando, manteniendo constante la relación de fases, para realizar dicho aumento, se realizaba un estudio de cuan lejos se encontraban los caudales de alimentación en ese instante de los caudales teóricos de inundación, de esta forma poder planificar cuantos puntos se podrían situar en este rango a fin de no realizar un salto muy grande entre punto y punto, para garantizar la rápida estabilización de la interfase en el tanque de coalescencia por medio del sistema de control, este aumento gradual se realizaba hasta visualizar la inundación de la columna.

La inundación de la columna se identificaba cuando en el visor inferior de la columna se formaba una segunda interfase. Antes de la formación de la segunda interfase se apreciaba el arrastre de fase dispersa por fase continua dando inicio en este punto el rango donde se piensa que puede estar verdaderamente el punto de inundación de la

columna, debido a la no certeza del punto exacto de inundación se genera una zona de inundación.

Alcanzada la inundación, se median los caudales a la salida de ambas fases para así conocer experimentalmente el límite operacional de la columna cuando se trabaja a esa relación de fases.

Medidos los datos necesarios con la columna en funcionamiento, se procedía a cerrar todas las entradas y salidas de líquido para así poder medir la retención acumulada cuando se opera a cargas límites utilizando el mismo procedimiento que se utilizó para la retención en el estado estacionario.

### **Análisis de Datos**

Una vez obtenidos todas las muestras de una corrida, se prosiguió a su análisis, los parámetros que se determinaron fueron: tiempo de escurrimiento, para la obtención de la viscosidad tanto de la fase dispersa como de la fase continua, masa de picnómetro lleno para determinar la densidad de ambas fases, y el método que se utilizó para el análisis de cantidad de soluto fue el de titulación, utilizando como indicador fenolftaleína y solución titulante hidróxido de sodio al 0,05 N.

A fin de corroborar el uso óptimo de la titulación como método de análisis, se realizaron unas pruebas de validación para predecir el porcentaje de error que se tenía al utilizar la titulación como método de análisis de cantidad de soluto en una solución.

Adicionalmente se calculó el error asociado a las mediciones experimentales de algunas variables, mediante el método de propagación del error.



## **8. Procedimiento experimental**

Debido a lo complicado que puede resultar la operación de una planta piloto como la aquí estudiada y la peligrosidad de los fluidos de trabajo, fue necesario ser precisos y claros al momento de diseñar el método que se utilizó para realizar las experiencias que generaron los valores sobre los que fue posible alcanzar los objetivos planteados.

### **8.1. Procedimiento para el servicio de agua desmineralizada a la planta piloto.**

Al iniciar la operación de la planta es necesario desmineralizar el agua a ser empleada en las fases orgánica y acuosa, por lo tanto se debe verificar la conductividad del agua, de manera que se encuentre entre 1-5  $\mu\text{mhos}$ .

### **8.2. Procedimiento para la saturación parcial de la fase orgánica.**

Para preparar la carga de alimentación de fase orgánica debe realizarse previamente una saturación parcial de la fase, por lo tanto se debe agregar agua desmineralizada al butanol en un tanque, a razón de 6(butanol):1 (agua). Seguidamente medir el índice de refracción de la mezcla y mediante la curva de saturación parcial verificar el índice de refracción garantizando que no se haya alcanzado la sobre saturación de la fase. Luego de la saturación parcial de la fase orgánica, agregar dicha carga al tambor de vidrio (T-2) dispuesto para dicha fase. Por último tomar una muestra de la fase orgánica parcialmente saturada para su posterior análisis de densidad, viscosidad y tensión interfacial.

### **8.3. Procedimiento para la saturación parcial de la fase acuosa.**

Para la saturación de la fase acuosa debe agregarse 1 parte de butanol por 12 partes de agua al tanque T-7, medir el índice de refracción de esta mezcla y mediante la curva de

saturación parcial verificar el índice de refracción garantizando que no se haya alcanzado la sobre saturación de la fase.

#### **8.4. Procedimiento para preparar una solución al 1% peso**

Luego de haber realizado la saturación parcial de la fase acuosa, se debe agregar la masa de ácido succínico necesaria para llevar ese volumen de fase al 1% en peso. Se deja mezclar la solución por aproximadamente 25 minutos y se titula la fase acuosa de manera de garantizar el 1%. Esta titulación debe repetirse 10 minutos después de manera de verificar el buen mezclado del ácido succínico, es decir, de manera que la composición sea igual en cualquier zona del tanque de mezclado.

Seguidamente debe trasvasarse todo el contenido de fase acuosa al 1% en peso al tanque T-8, de manera de tener los tanques de alimentación a la columna lleno, y no perder la continuidad en el proceso. Por último tomar una muestra de la fase acuosa parcialmente saturada (1%) para su posterior análisis de densidad, viscosidad y tensión interfacial.

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

Inicialmente debe inyectarse fase acuosa a la columna poniendo en funcionamiento la bomba centrífuga P-2 y manipulando el rotámetro FI-200 hasta observar que el indicador de nivel de la interfase este por encima de 53 (set point), con lo cual se procede a humedecer el empaque con la fase más densa.

En segundo lugar se debe poner en funcionamiento la bomba P-1 y el rotámetro de la fase dispersa sin inyectar fase continua a la columna, de manera de esperar que exista una continuidad a la salida de la fase dispersa.

Luego de llenar la columna con fases continua y dispersa se debe poner en funcionamiento ambos rotámetros en los caudales pre-establecidos y ubicar el controlador en modo automático.

Esperar un cierto tiempo hasta que el controlador se encuentre estable y que los flujos a las salidas de cada una de las fases se mantengan constantes.

#### **8.6. Procedimiento para las pruebas en el estado estacionario de transferencia de masa.**

Cuando se encuentre estable el controlador y los flujos a la salida de cada una de las fases, se debe comenzar a tomar el tiempo. Cuando se este cerca del tiempo estimado para alcanzar el estado estacionario comenzar a tomar muestras a la salida de la fase continua y dispersa de manera de realizar una titulación y conocer la composición másica en ese instante de tiempo, lo cual se debe realizar cada cierto tiempo de manera de verificar el estado estacionario.

Cuando se haya alcanzado el estado estacionario se debe tomar nota de los caudales a la salida para cada fase y tomar muestras de fase dispersa y fase continua, para realizar análisis de composición másica, densidad, viscosidad y tensión interfacial.

#### **8.7. Procedimiento para la determinación de la retención de la fase dispersa.**

Luego de alcanzar el estado estacionario cerrar las entradas y salidas simultáneamente, de manera de medir la retención de la fase dispersa presente en el volumen empacado. Esperar 90 minutos aproximadamente a que las fases presentes dentro de la columna decanten, alimentar lentamente fase acuosa a la columna y en el momento que el nivel del flotador se encuentre en el valor dispuesto como set point cerrar la válvula de salida de la fase dispersa, ya que ese volumen desplazado representa la retención de la fase dispersa.

### **8.8. Procedimiento para la determinación de las pruebas de inundación.**

Después de realizar las medidas de retención de la fase dispersa, se debe alimentar la columna con fase dispersa, y esperar a que salga flujo a la salida de la misma ubicando inmediatamente el controlador en modo automático. Una vez estabilizado el sistema, es decir, que el controlador se encuentre estable al flujo dado, se aumenta los flujos de ambas fases, manteniendo constante la relación de fases, verificando el arrastre de la fase dispersa por la fase continua, o la formación de una segunda interfase en el visor del fondo de la columna de extracción, los cuales indicarán el inicio y final del proceso de inundación. Al alcanzar la zona de inundación medir la retención de la fase dispersa en la inundación, cerrando todas las entradas y salidas de la columna y dejar decantar las fases por 90 minutos. Luego de ello desplazar la fase dispersa alimentando fase continua a la columna mediante la bomba P-2, hasta que el nivel del flotador en el tanque de coalescencia se ubique en el valor del set-point. Medir el volumen desplazado el cual representa la retención en la inundación.

### **8.9. Procedimiento para la limpieza de la unidad piloto.**

Por último vaciar la columna y recoger la solución en bidones para su posterior tratamiento. Dejar la columna llena con agua desmineralizada.

### **8.10. Procedimiento para la determinación experimental de la curva de equilibrio a 28°C del sistema n-butanol-ácido succínico-agua**

Ubicar el reactor con el agitador, con su respectivo motor de velocidad variable. Llenar con agua destilada el equipo de baño térmico y establecer la temperatura del baño térmico en 28°C. Preparar una solución de Agua y Ácido Succínico (100 ml agua + masa escogida de ácido succínico para obtener fracciones másicas de 0,5% en 2,0%. Añadir la

solución de Agua y ácido succínico al reactor. Poner en funcionamiento el agitador y esperar aproximadamente 30 minutos, verificando que no exista presencia de soluto no disuelto, para detener la agitación. Añadir n-butanol al reactor en una cantidad de masa equivalente a la solución de agua-ácido succínico. Poner en funcionamiento el agitador y esperar 30 minutos para iniciar el proceso de análisis de muestras. Apagar el motor de velocidad variable.

Para la verificación del equilibrio se debe esperar a que se separen las dos fases, es decir, que no se observe un desplazamiento de la interfase. Titular la fase acuosa tomando 2ml para su análisis. Poner en funcionamiento el agitador y transcurridos 30 minutos titular en ese instante 2ml de fase acuosa hasta que se repita el volumen empujado en la titulación y así indicar que se alcanzó el equilibrio. Tomar 2 ml de la fase orgánica, por la parte superior del reactor, para la titulación.

## 9. Plan de Experiencias

A continuación se expone el cronograma de actividades para la obtención de una serie de datos que permitieron cumplir con los objetivos establecidos, siguiendo el procedimiento descrito en la sección en la sección anterior.

- **Validación del método analítico de titulación**

Para evaluar la exactitud del método de titulación se realizaron 3 pruebas experimentales para cada una de las fases, donde era conocida la cantidad de masa de ácido succínico agregada y se determinaba la cantidad presente por titulación con titulante NaOH al 0,05N con fenolftaleína como indicador. En la siguiente tabla se muestra el total de pruebas realizadas y las características de cada una de ellas.

**Tabla N° 5. Pruebas realizadas para la validación del método de titulación.**

<i>Mezcla</i>	<i>Número de pruebas</i>	<i>Composición másica</i>	<i>Volumen de solución</i>
n-Butanol-Ácido succínico	3	0,3%	150ml
Agua-Ácido succínico	3	0,3%	150ml

- **Validación del método de saturación parcial.**

Para la validación de la prueba de saturación parcial de cada una de las fases, se experimentó con volúmenes mayores de solución, y con la presencia de ácido succínico

en la fase acuosa. A continuación en la Tabla N° 6 se muestran las pruebas realizadas y las características de las mismas.

**Tabla N° 6. Pruebas realizadas para la validación del método de saturación parcial.**

<i>Mezcla</i>	<i>Número de pruebas</i>	<i>Composición másica</i>	<i>Volumen de solución</i>
Saturación de la fase orgánica	1	-	50 ml
Saturación de la fase acuosa	1	1%	80 ml

- **Determinación de la curva de equilibrio a 28°C.**

Se realizó las pruebas de equilibrio para concentraciones de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0% en peso, para los cuales se tituló la fase acuosa y orgánica de manera de obtener las composiciones para cada una de las fases en equilibrio. De manera de determinar el grado de reproducibilidad de los datos en el equilibrio se procedió a realizar un duplicado para todas las concentraciones empleadas. En la siguiente tabla se muestran las características para las pruebas realizadas.

**Tabla N° 7. Pruebas realizadas para la determinación de equilibrio.**

<i>Fase</i>	<i>Composición másica</i>	<i>Volumen</i>
Acuosa	0,5% -2,0%	106 ml
Orgánica	-	130 ml

- **Calibración para los rotámetros de la fase continua y la fase dispersa.**

Debido a que el programa encargado de la calibración de los rotámetros para diversos tipos de flujo no reporta el flujo real que pasa por ellos, se hizo necesaria la calibración de los medidores empleando los medidores de flujo a la salida, por lo tanto se realizaron una serie de pruebas experimentales para la calibración de los rotámetros FI-100 y FI-200.

A continuación se muestran las pruebas realizadas para la calibración de los rotámetros de ambas fases:

<i>Flujo</i>	<i>Rotámetro</i>	<i>Altura en el rotámetro</i>
<i>Fase Acuosa</i>	FI-200	30
		40
		60
		80
<i>Fase Orgánica</i>	FI-100	20
		40
		60
		80
		100

- **Evaluación del proceso fluidodinámico y de transferencia de masa de la fase continua a la fase dispersa.**

Para analizar el proceso de transferencia de masa, inicialmente se tenía pautado el utilizar velocidades de la fase continua constante variando la velocidad de la fase dispersa, pero en vista de las dificultades operativas en los medidores de flujo presentes a la salida de cada una de las fases en cuanto al límite inferior de lectura de caudales el cual es



aproximadamente 0,7 l/min, se seleccionó dos rangos de velocidades de manera que el medidor de flujos a las salidas determinara el caudal y adicionalmente cumplir con uno de los criterios para la evaluación del modelo de Mackowiak y Billet el cual es  $U_c < 0,65U_{c,fl}$ .

A continuación se muestra en la Tabla N° 8 las velocidades superficiales tanto para la fase continua como para la fase dispersa para siete relaciones de fases distintas, de las cuales se duplicaron las relaciones de 1,00 y 1,50.

En vista de que en la selección de la velocidad de la fase continua se generaron dos velocidades iguales para la fase dispersa, se tomó la decisión de realizar un punto adicional con velocidad de la fase dispersa igual a  $3,00 \cdot 10^{-3}$  m/s.

**Tabla N° 8. Relaciones de fases a emplear.**

<b>Relación de Fases <math>\lambda</math> (<math>U_d/U_c</math>) (Adim.)</b>	<b>Velocidad de la Fase Continua <math>U_c</math> (m/s)</b>	<b>Velocidad de la Fase Dispersa <math>U_d</math> (m/s)</b>
0,35	$9,00 \cdot 10^{-3}$	$3,15 \cdot 10^{-3}$
	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$1,40 \cdot 10^{-3}$
0,45	$6,67 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$
0,55	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$2,20 \cdot 10^{-3}$
0,75	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$
1,00	$3,00 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$
1,50		$4,50 \cdot 10^{-3}$
2,00		$6,00 \cdot 10^{-3}$

## 10. Discusión de Resultados

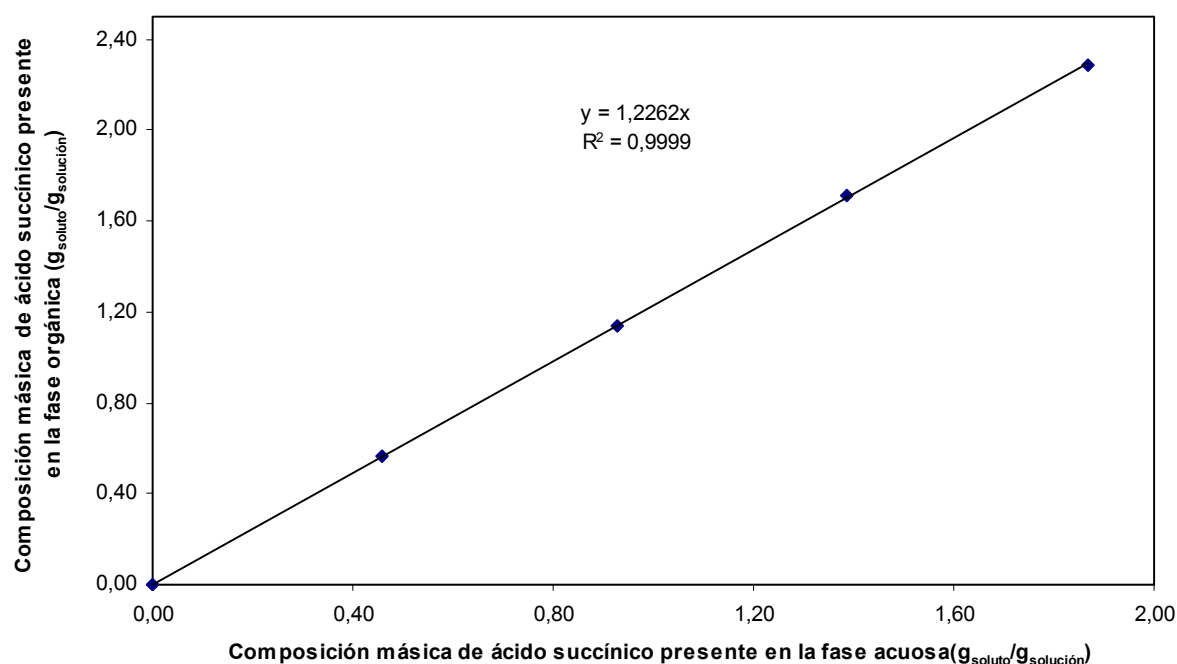
En esta sección se expondrán los resultados que se obtuvieron experimentalmente para un total de 8 corridas diferentes en un rango de relaciones de fases comprendidas entre 0,35 y 2,00, de las cuales 2 fueron duplicadas  $\lambda=1,00$  y 1,50; para verificar el grado de reproducibilidad de las variables fluidodinámicas y de transferencia de masa. Los resultados presentados en tablas de resultados son un promedio de los duplicados.

Para cada una de las corridas se determinaron las variables fluidodinámicas a partir de los modelos reportados en la bibliografía, a fin de determinar cual de los modelos reproduce mejor a las variables obtenidas experimentalmente.

La velocidad superficial para la fase continua se varió entre  $3 \cdot 10^{-3}$  y  $9 \cdot 10^{-3}$  m/s, y para la fase dispersa entre  $1,4 \cdot 10^{-3}$  y  $6 \cdot 10^{-3}$  m/s garantizando en lo posible que el punto de operación está por debajo del 65% de la inundación, para cumplir con una de las condiciones que presenta el modelo de Mackowiak y Billet.

Las pruebas se realizaron a una presión de 693 mmHg y una temperatura de 28°C, empleando agua desmineralizada con una conductividad variable entre 1 y 3  $\mu$ mhos.

Para la obtención de la altura equivalente a un plato teórico, a partir del trazado de etapas por el método de McCabe, fue necesario determinar inicialmente la curva de equilibrio a 28°C para el sistema n-butanol – ácido succínico – agua (B-AS-A). El resultado de esta prueba experimental puede observarse en la Figura N° 16, donde la línea de equilibrio es adecuadamente representada por una recta.



**Figura N° 16. Curva de Equilibrio a 28°C, del Sistema n-Butanol - Ácido Succínico – Agua.**

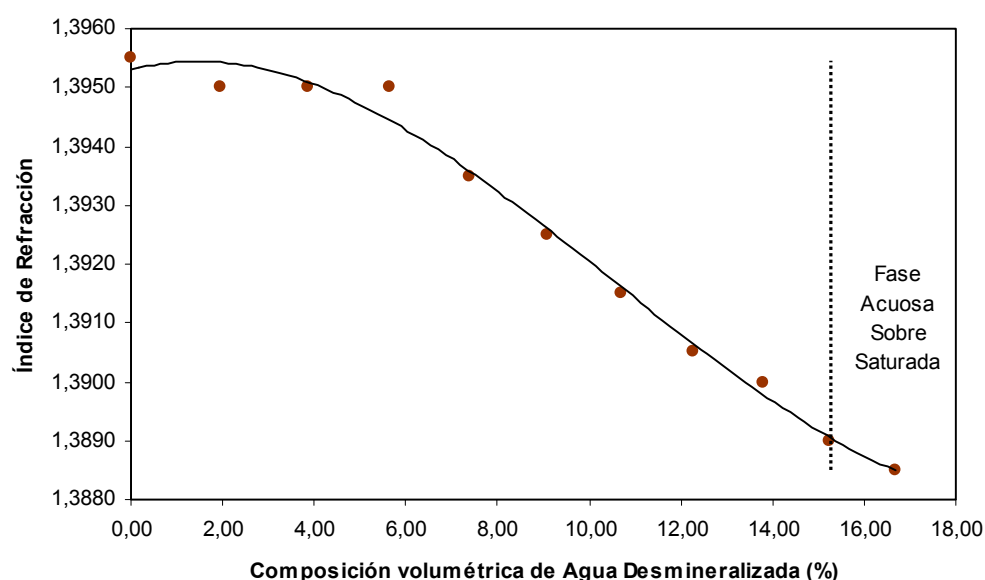
Los valores experimentales del coeficiente de reparto (Figura N° 16) muestran una desviación del 2% con respecto al valor de 1,20 presentado en la bibliografía (Misek, 1985) a una temperatura de operación de 20°C para el mismo sistema ternario; lo cual indica que la variación de 8°C de temperatura afecta muy ligeramente al coeficiente de reparto.

Los datos experimentales de equilibrio para el sistema B-AS-A a 20°C (Misek, 1985), evidenciaron la miscibilidad entre el n-butanol y el agua, donde la proporción de B/A y A/B es mayor que la cantidad de ácido succínico presente en el n-butanol (B) o en el agua (A), es decir que la transferencia de masa neta es mayor en cuanto al butanol y el agua.

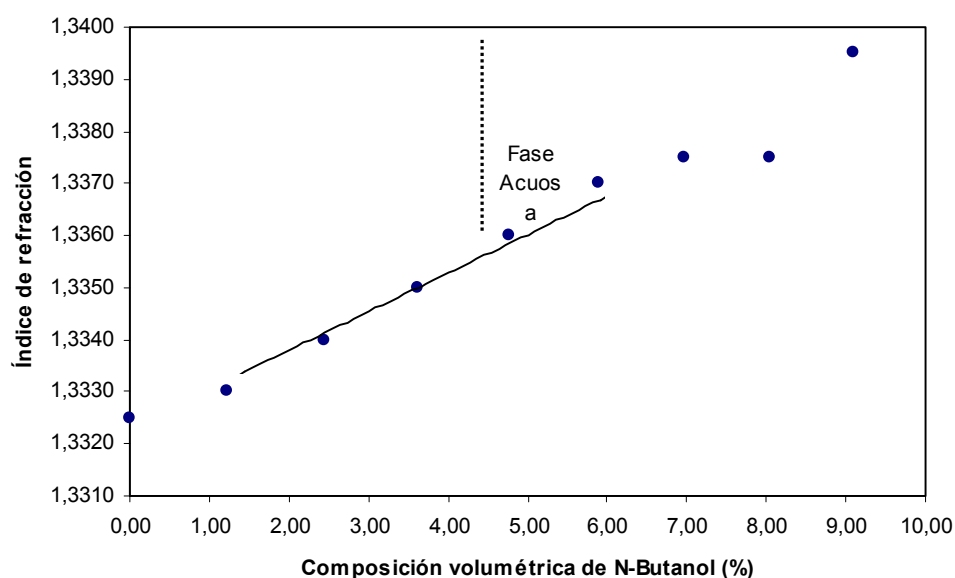
A fin de garantizar que los flujos volumétricos de entrada y salida se mantuvieran lo más constante posible se procedió a saturar parcialmente las fases orgánica y acuosa.

Para evaluar el grado de saturación de las fases se generaron dos curvas (Ver Figura N° 17 y Figura N° 18). En estas curvas se muestra el valor del índice de refracción para mezclas de butanol en agua y de agua en butanol en diferentes proporciones. Para preparar mezclas binarias en las proporciones en que se requieren para la planta piloto se simplifica la preparación y caracterización de las mismas con solo medir el índice de refracción. Por otro lado se comprobó experimentalmente que la posterior adición del ácido succínico por debajo del punto de saturación de mezclas B-A y A-B no inducía la formación de una segunda fase.

Se tomó como límite para la saturación parcial de la fase acuosa el equivalente a una proporción volumétrica de 12 volúmenes de agua por volumen de butanol, mientras que para la fase orgánica se estableció una proporción de 6 volúmenes de butanol por volumen de agua.



**Figura N° 17. Fase Orgánica Parcialmente Saturada.**



**Figura N° 18. Fase Acuosa Parcialmente Saturada.**

### Porcentaje de Desviación

Para la comparación de los resultados predichos por los modelos fluidodinámicos y los reportados experimentalmente en este trabajo, se adoptó el valor absoluto promedio de la desviación relativa VADR recomendado por Kumar y Hartland, 1994; se define a continuación:

$$VADR = \frac{1}{NDP} * \sum_{i=1}^{NDP} \frac{|\text{Valor Predicho}_i - \text{Valor Experimental}_i|}{\text{Valor Experimental}_i}$$

en donde NDP es el número de datos.

## Errores Experimentales

El valor de una medida está asociado a una incertidumbre propia del instrumento de medición empleado, y las operaciones matemáticas realizadas a partir de medidas con incertidumbre pueden conducir a resultados ilógicos por lo que es importante poder estimar el error de los resultados finales a partir de los errores de los números con los que se opera.

En este trabajo se empleó el método de propagación del error experimental, que es válido sólo en los siguientes supuestos:

- El error de cada variable es mucho menor que la propia variable.
- Las variables son independientes en el sentido estadístico del término. Quiere decir esto que el valor de una de ellas no afecta en absoluto al valor de la otra.

En la Tabla N° 9 se muestra el error experimental asociado a las variables medidas en las pruebas experimentales.

**Tabla N° 9. Error experimental asociada a cada parámetro, de acuerdo a la propagación del error.**

Descripción	Error experimental $\epsilon_a$
Densidad $\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	0,008
Composición másica $X_{\text{másica}}$ (adimensional)	0,0002
Retención $\phi_d$ (adimensional)	0,008

El resultado del error asociado al método analítico está dentro de un 2 y 5% de error, de acuerdo a las pruebas realizadas.

## 10.1. Variables Fluidodinámicas

A continuación se presentan los resultados fluidodinámicos para cada uno de los modelos de Kumar y Hartland, Seibert y Fair, Mackowiak y Billet y por último Streiff y Jancic. Por supuesto antes iniciar la discusión, es importante verificar la confiabilidad de los resultados experimentales a través de los balances de masa y de componente.

### 10.1.1. Balance de masa global y por componente

Para cada una de las corridas realizadas se procedió a comprobar que los flujos máscicos a la entrada y salida de la columna fueran iguales, a partir de los valores de flujos volumétricos reportados por los medidores de flujo y las densidades de entrada y salida correspondiente a cada fase, los cuales arrojaron las siguientes desviaciones:

**Tabla N° 10. Balance de Masa Global**

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Flujo máscico de la Fase Continua $M_c$ (Kg/s)		Flujo máscico de la Fase Dispersa $M_d$ (Kg/s)		Flujo máscico Total $M$ (Kg/s)		Porcentaje de Desviación (%)
	Entrada	Salida	Entrada	Salida	Entrada	Salida	
0,35	$7,28 \cdot 10^{-2}$	$8,27 \cdot 10^{-2}$	$2,06 \cdot 10^{-2}$	$1,29 \cdot 10^{-2}$	$9,35 \cdot 10^{-2}$	$9,56 \cdot 10^{-2}$	2
0,35	$3,18 \cdot 10^{-2}$	$3,29 \cdot 10^{-2}$	$9,40 \cdot 10^{-2}$	$5,96 \cdot 10^{-2}$	$4,11 \cdot 10^{-2}$	$3,89 \cdot 10^{-2}$	6
0,45	$5,28 \cdot 10^{-2}$	$7,03 \cdot 10^{-2}$	$2,02 \cdot 10^{-2}$	$1,02 \cdot 10^{-2}$	$7,30 \cdot 10^{-2}$	$8,05 \cdot 10^{-2}$	9
0,55	$3,24 \cdot 10^{-2}$	$3,96 \cdot 10^{-2}$	$1,51 \cdot 10^{-2}$	$7,75 \cdot 10^{-2}$	$4,75 \cdot 10^{-2}$	$4,73 \cdot 10^{-2}$	1
0,75	$3,24 \cdot 10^{-2}$	$4,17 \cdot 10^{-2}$	$2,06 \cdot 10^{-2}$	$1,29 \cdot 10^{-2}$	$5,29 \cdot 10^{-2}$	$5,46 \cdot 10^{-2}$	3
1,00	$2,42 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-2}$	$2,01 \cdot 10^{-2}$	$2,20 \cdot 10^{-2}$	$4,43 \cdot 10^{-2}$	$4,20 \cdot 10^{-2}$	5
	$2,43 \cdot 10^{-2}$	$3,14 \cdot 10^{-2}$	$2,05 \cdot 10^{-2}$	$1,19 \cdot 10^{-2}$	$4,48 \cdot 10^{-2}$	$4,33 \cdot 10^{-2}$	4
1,50	$2,42 \cdot 10^{-2}$	$3,81 \cdot 10^{-2}$	$3,07 \cdot 10^{-2}$	$3,43 \cdot 10^{-2}$	$5,49 \cdot 10^{-2}$	$7,24 \cdot 10^{-2}$	24
	$2,4 \cdot 10^{-2}$	$2,66 \cdot 10^{-2}$	$3,08 \cdot 10^{-2}$	$2,41 \cdot 10^{-2}$	$5,50 \cdot 10^{-2}$	$5,07 \cdot 10^{-2}$	9
2,00	$2,43 \cdot 10^{-2}$	$2,68 \cdot 10^{-2}$	$4,10 \cdot 10^{-2}$	$3,99 \cdot 10^{-2}$	$6,54 \cdot 10^{-2}$	$6,67 \cdot 10^{-2}$	2
Promedio (%)					7		

Según la Tabla N° 10, las corridas realizadas muestran que se cumple el balance de masa global, donde todo lo que entra a la unidad piloto es lo que sale, lo que implica que los datos recopilados para cada una de las experiencias son confiables.

De dicha tabla también se puede notar que a pesar de la previa saturación parcial a cada una de las fases, se observa que los flujos a la entrada y salida para cada una de las fases no se mantienen, es decir, la fase acuosa a la salida es mayor, ya que se transfirió fase orgánica, lo que implica que hubo transferencia de masa neta de la fase dispersa a la fase continua, aunque la transferencia de soluto (ácido succínico) era en la dirección  $C \rightarrow D$ .

Ahora bien es importante verificar adicionalmente el balance de masa en ácido succínico, de manera de comprobar que lo que entra a la columna de ácido succínico en la fase continua, es lo que sale por la fase dispersa y por supuesto lo restante que no se transfirió. Estos valores se muestran en la Tabla N° 11.

**Tabla N° 11. Balance de Masa en Ácido Succínico.**

<b>Relación de Fases <math>\lambda</math> (Adim.)</b>	<b><i>Entrada de Ácido Succínico</i> <i>Por la fase continua</i> <i>(Kg/s)</i></b>	<b><i>Salida de Ácido Succínico</i> <i>Por la fase dispersa y trazas en la fase continua</i> <i>(Kg/s)</i></b>	<b>Porcentaje de Desviación (%)</b>
0,33	$7,62 \cdot 10^{-4}$	$8,37 \cdot 10^{-4}$	9
0,35	$3,28 \cdot 10^{-4}$	$3,49 \cdot 10^{-4}$	6
0,45	$4,86 \cdot 10^{-4}$	$5,08 \cdot 10^{-4}$	4
0,55	$3,56 \cdot 10^{-4}$	$3,94 \cdot 10^{-4}$	10
0,75	$3,55 \cdot 10^{-4}$	$4,13 \cdot 10^{-4}$	14
1,00	$2,87 \cdot 10^{-4}$	$3,71 \cdot 10^{-4}$	23
	$2,48 \cdot 10^{-4}$	$3,02 \cdot 10^{-4}$	18



Tabla N° 11. (Continuación) Balance de Masa en Ácido Succínico.

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Entrada de Ácido Succínico Por la fase continua (Kg/s)	Salida de Ácido Succínico Por la fase dispersa y trazas en la fase continua (Kg/s)	Porcentaje de Desviación (%)
1,50	$2,48 \cdot 10^{-4}$	$4,04 \cdot 10^{-4}$	39
	$2,49 \cdot 10^{-4}$	$2,98 \cdot 10^{-4}$	16
2,00	$2,89 \cdot 10^{-4}$	$3,60 \cdot 10^{-4}$	20
Promedio (%)			16

Para las mayoría de relaciones de fases, el porcentaje de desviación es aceptable considerando los volúmenes que se manejan ( $>200$  lts/corrida) y el error experimental asociado, notándose que la desviación se incrementa a mayores relaciones de fases. Las relaciones de fases  $\lambda = 1,00$  y  $1,50$ , fueron duplicadas debido a esta desviación, mejorándose así el balance de masa por componente. Es importante señalar que la desviación en estos valores se debe a las cargas de fase acuosa en la unidad, ya que se realizan en general 5 cargas por corrida lo que impide que se mantenga una concentración constante de 1% peso de ácido succínico en la columna. Por supuesto este error afecta el cálculo del número de etapas por el método de McCabe-Thiele para determinar la altura equivalente a un plato teórico, ya que, hay más ácido a la salida que a la entrada de la columna de extracción lo que implica que las composiciones no son confiables para este cálculo. Este análisis se observará más adelante.

### 10.1.2. Velocidad de Deslizamiento

La medición directa de la velocidad de deslizamiento en columnas de extracción es difícil, por lo que esta deberá obtenerse a partir de los flujos de las fases continua y dispersa y de la retención operacional.

En la siguiente tabla se observa en la primera columna los resultados de la velocidad de deslizamiento para la ecuación general, la cual presenta variaciones entre cada una de las corridas y presenta gran desviación con respecto al modelo presentado por Seibert y Fair, debido que para la aplicación de este modelo se emplearon los valores de retención según la ecuación planteada por estos investigadores; y como se verá más adelante este modelo tiene una gran desviación con respecto a los valores experimentales. Por lo tanto la ecuación más confiable para utilizar en el resto de los modelos será la ecuación general.

Cabe resaltar que la ecuación general para la determinación de la velocidad de deslizamiento es exacta cuando no hay variación radial en la velocidad o retención.

**Tabla N° 12. Velocidad de Deslizamiento.**

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Ecuación General $U_{slip} (m/s)$	Modelo de Seibert y Fair $U_{slip} (m/s)$
0,35	$3,53 \cdot 10^{-2}$	$1,51 \cdot 10^{-2}$
0,35	$4,87 \cdot 10^{-2}$	$2,79 \cdot 10^{-2}$
0,45	$4,87 \cdot 10^{-2}$	$1,29 \cdot 10^{-2}$
0,55	$3,92 \cdot 10^{-2}$	$2,54 \cdot 10^{-2}$
0,75	$4,13 \cdot 10^{-2}$	$2,19 \cdot 10^{-2}$

Tabla N° 12. (Continuación) Velocidad de Deslizamiento.

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Ecuación General $U_{slip} (m/s)$	Modelo de Seibert y Fair $U_{slip} (m/s)$
1,00	$3,64 \cdot 10^{-2}$	$2,34 \cdot 10^{-2}$
	$3,64 \cdot 10^{-2}$	$2,29 \cdot 10^{-2}$
1,50	$3,09 \cdot 10^{-2}$	$8,99 \cdot 10^{-3}$
	$3,12 \cdot 10^{-2}$	$8,98 \cdot 10^{-3}$
2,00	$3,04 \cdot 10^{-2}$	$9,01 \cdot 10^{-3}$

Según la siguiente figura los resultados obtenidos para la velocidad de deslizamiento mediante los valores experimentales son lógicos, ya que intuitivamente se sabe que al aumentar la velocidad de la fase dispersa (aumenta la retención de la fase dispersa) debe disminuir la velocidad de deslizamiento, porque el aumentar la fase dispersa trae como consecuencia más gotas dentro de la columna y una mayor interacción entre ellas lo cual disminuirá la velocidad de deslizamiento.

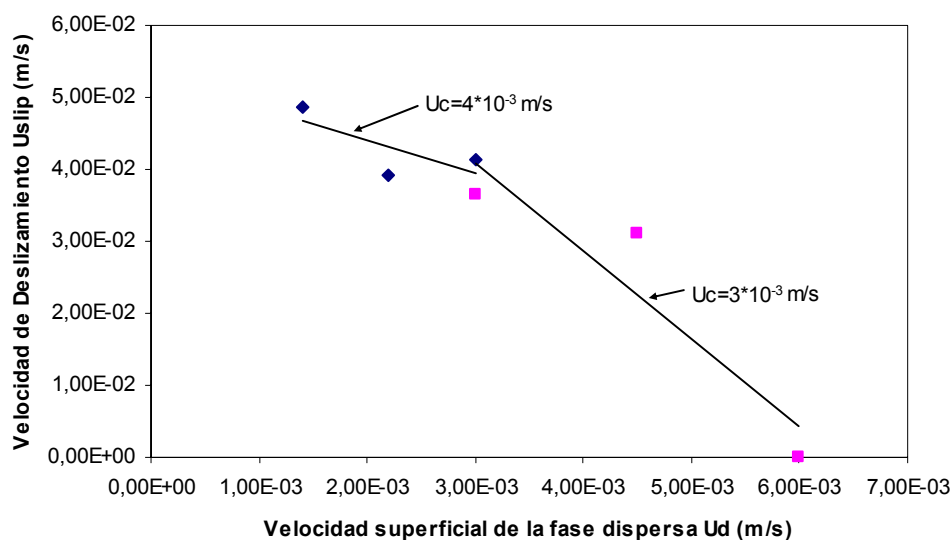


Figura N° 19. Comportamiento de la velocidad de deslizamiento.

### 10.1.3. Velocidad de Terminal

En general las ecuaciones que predicen la velocidad terminal dependen de los mismos parámetros como propiedades físicas del sistema, diámetro de gota y el coeficiente de arrastre. Estas ecuaciones son válidas para el caso de flujo que pasa alrededor de una esfera rígida, pero no toma en cuenta las interacciones gota-gota o los efectos de la superficie del empaque. Aunque las gotas de líquido no son perfectamente rígidas, es razonable suponer que mantienen una forma esférica consistente.

Según la Tabla N° 13 se observa que la velocidad terminal es un parámetro prácticamente constante para todas las corridas, y la variación entre los modelos que las predicen están dentro del orden de magnitud, por lo tanto este parámetro no afecta la desviación de las variables que dependen de este término como retención de la fase dispersa y carga máxima.

**Tabla N° 13. Velocidad Terminal según los modelos teóricos.**

<b>Relación de Fases <math>\lambda</math> (Adim.)</b>	<b>Ecuación de Seibert y Fair <math>U_T(\text{m/s})</math></b>	<b>Modelo de Seibert y Humphrey <math>U_T(\text{m/s})</math></b>	<b>Modelo de Mackowiak y Billet <math>U_T(\text{m/s})</math></b>
0,35	$3,14 \cdot 10^{-2}$	$4,05 \cdot 10^{-2}$	$4,74 \cdot 10^{-2}$
0,35	$3,17 \cdot 10^{-2}$	$4,20 \cdot 10^{-2}$	$4,79 \cdot 10^{-2}$
0,45	$3,16 \cdot 10^{-2}$	$4,16 \cdot 10^{-2}$	$4,77 \cdot 10^{-2}$
0,55	$3,16 \cdot 10^{-2}$	$4,04 \cdot 10^{-2}$	$4,77 \cdot 10^{-2}$
0,75	$3,16 \cdot 10^{-2}$	$4,01 \cdot 10^{-2}$	$4,77 \cdot 10^{-2}$
1,00	$3,20 \cdot 10^{-2}$	$4,11 \cdot 10^{-2}$	$4,83 \cdot 10^{-2}$
	$3,15 \cdot 10^{-2}$	$4,16 \cdot 10^{-2}$	$4,77 \cdot 10^{-2}$
1,50	$3,16 \cdot 10^{-2}$	$4,15 \cdot 10^{-2}$	$4,77 \cdot 10^{-2}$
	$3,16 \cdot 10^{-2}$	$4,12 \cdot 10^{-2}$	$4,77 \cdot 10^{-2}$
2,00	$3,16 \cdot 10^{-2}$	$4,08 \cdot 10^{-2}$	$4,78 \cdot 10^{-2}$

#### 10.1.4. Diámetro de Gota

Este parámetro solo fue calculado teóricamente, ya que esta medida experimental sólo se puede realizar con equipos especiales fotográficos los cuales no se poseían en el momento de realizar las pruebas adicionalmente se requiere de una columna transparente para realizar estas pruebas, es por esta razón que se puede únicamente comparar estos valores de forma teórica.

A continuación se muestran los resultados obtenidos por los modelos fluidodinámicos de diámetro gota para cada una de las velocidades superficiales de la fase dispersa. Este parámetro es solo dependiente de las propiedades físicas del sistema, y es prácticamente constante para todas las corridas realizadas.

**Tabla N° 14. Diámetro de Gota según los modelos teóricos.**

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Modelo de Kumar y Hartland dvs (m)	Modelo de Seibert y Fair dvs (m)	Modelo de Mackowiak y Billet dvs (m)	Modelo de Mackowiak dvs (m)	Modelo de Streiff y Jancic dvs (m)
0,35	$1,22 \cdot 10^{-3}$	$9,07 \cdot 10^{-4}$	$7,89 \cdot 10^{-4}$	$9,07 \cdot 10^{-4}$	$4,88 \cdot 10^{-2}$
0,35	$1,19 \cdot 10^{-3}$	$9,11 \cdot 10^{-4}$	$7,92 \cdot 10^{-4}$	$9,11 \cdot 10^{-4}$	$3,47 \cdot 10^{-2}$
0,45	$1,19 \cdot 10^{-3}$	$9,23 \cdot 10^{-4}$	$8,03 \cdot 10^{-4}$	$9,23 \cdot 10^{-4}$	$4,72 \cdot 10^{-2}$
0,55	$1,20 \cdot 10^{-3}$	$9,03 \cdot 10^{-4}$	$7,85 \cdot 10^{-4}$	$9,03 \cdot 10^{-4}$	$3,91 \cdot 10^{-2}$
0,75	$1,15 \cdot 10^{-3}$	$9,13 \cdot 10^{-4}$	$7,94 \cdot 10^{-4}$	$9,13 \cdot 10^{-4}$	$4,13 \cdot 10^{-2}$
1,00	$1,19 \cdot 10^{-3}$	$8,74 \cdot 10^{-4}$	$7,60 \cdot 10^{-4}$	$8,74 \cdot 10^{-4}$	$3,65 \cdot 10^{-2}$
	$1,19 \cdot 10^{-3}$	$9,05 \cdot 10^{-4}$	$7,87 \cdot 10^{-4}$	$9,05 \cdot 10^{-4}$	$3,64 \cdot 10^{-2}$
1,50	$1,20 \cdot 10^{-3}$	$9,06 \cdot 10^{-4}$	$7,88 \cdot 10^{-4}$	$9,06 \cdot 10^{-4}$	$3,13 \cdot 10^{-2}$
	$1,19 \cdot 10^{-3}$	$9,05 \cdot 10^{-4}$	$7,87 \cdot 10^{-4}$	$9,05 \cdot 10^{-4}$	$3,12 \cdot 10^{-2}$
2,00	$1,18 \cdot 10^{-3}$	$9,05 \cdot 10^{-4}$	$7,87 \cdot 10^{-4}$	$9,05 \cdot 10^{-4}$	$3,04 \cdot 10^{-2}$

En la Tabla N° 14 se observa que todos los modelos que predicen este parámetro están dentro del orden de magnitud, lo cual indica que el cálculo del diámetro de gota no es un factor que puede elevar las desviaciones con respecto a las medidas experimentales para las variables de retención y carga máxima.

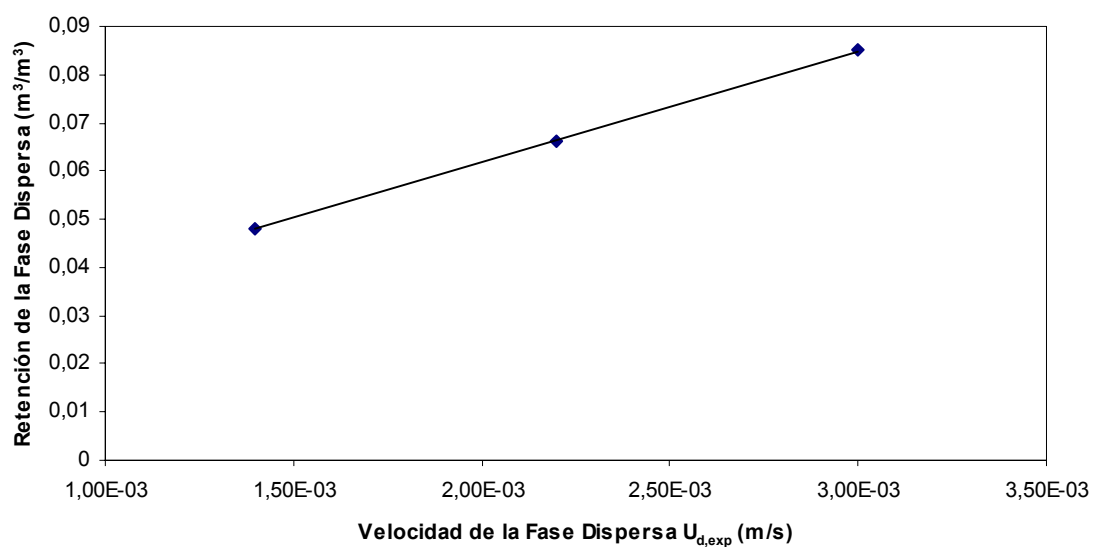
#### **10.1.5. Retención de la Fase Dispersa en estado estacionario de transferencia de masa**

En la Tabla N°23 (Anexo N°1) se exponen los resultados experimentales de la retención de la fase dispersa, donde se detallan dos grupos de datos con velocidad de la fase continua constante y un grupo de datos con velocidad de la fase dispersa constante.

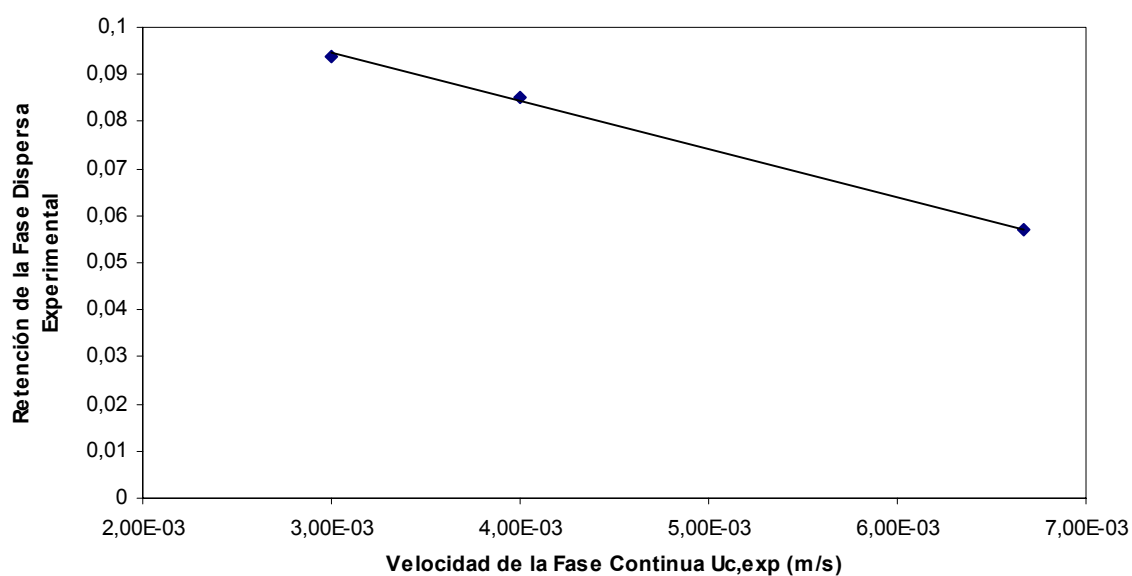
El primer grupo de datos está formado por las relaciones de fases de 0,35 - 0,55 y 0,75 con una velocidad de la fase continua igual a  $4 \cdot 10^{-3}$  m/s, para este caso se observa que al aumentar la relación de fases ( $\lambda$ ), lo que implica un aumento de la velocidad de la fase dispersa, trae como consecuencia un incremento en la retención de fase dispersa presente en el volumen empacado (ver Figura N° 20).

Este comportamiento sigue la misma tendencia para el segundo grupo de datos formados por las relaciones de fases 1,00 – 1,50 y 2,00 con velocidad de la fase continua igual a  $3 \cdot 10^{-3}$  m/s, y concuerda con lo publicado por otros investigadores como Kumar y Hartland,1994; Seibert y Fair,1988; Mackowiak, 1986.

El tercer grupo de datos con velocidad de la fase dispersa constante e igual a  $3 \cdot 10^{-3}$  m/s está conformado por las relaciones de fases 0,45 – 0,75 y 1,00. Aquí puede observarse que la retención aumenta con el incremento de la relación de fases, debido a que la velocidad de la fase continua disminuye dando lugar a que exista un mayor volumen a ocupar por la fase dispersa en el empaque. Este comportamiento se puede observar en la Figura N° 21.



**Figura N° 20. Comportamiento de la Retención para una Velocidad Constante de la Fase Continua ( $4 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ ).**



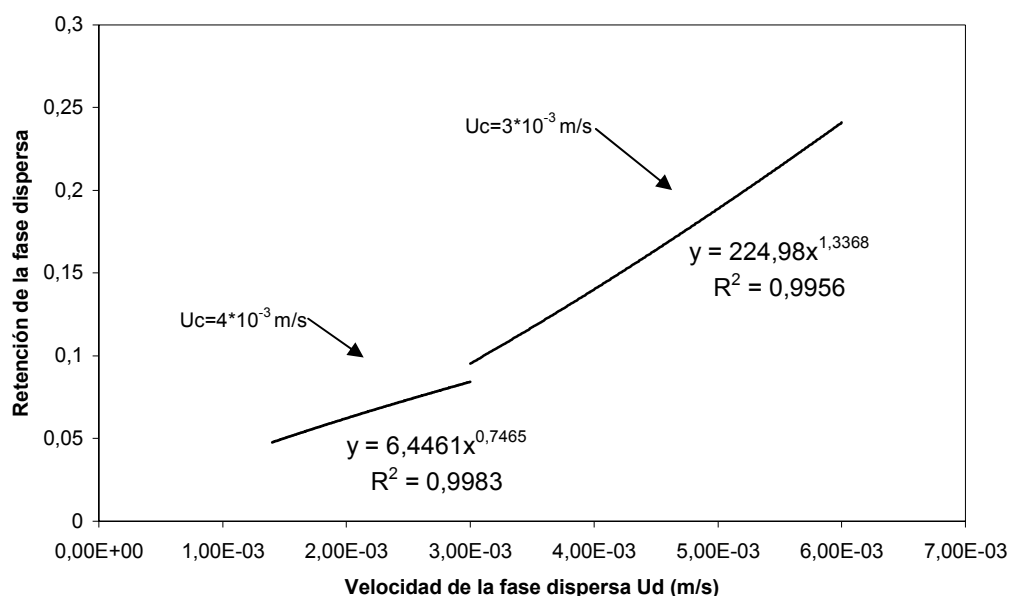
**Figura N° 21. Comportamiento de la Retención para una Velocidad Constante de la Fase Dispersa ( $3 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ ).**

Según varios autores Kumar y Hartland, 1994; Seibert y Fair, 1988; Mackowiak y Billet, 1986; se tienden a formar gotas más pequeñas para la dirección de transferencia de masa  $C \rightarrow D$  (de la fase continua hacia la fase dispersa) que para la dirección de transferencia  $D \rightarrow C$ , lo cual trae como consecuencia un mayor tiempo de residencia dentro de la columna y así un aumento en la retención de la fase dispersa.

En la Tabla N° 24 (Anexo N°1) se presentan los valores de retención calculados según los diferentes modelos: Kumar y Hartland (Ecuación N°35), Seibert y Fair (Ecuación N°36), Mackowiak y Billet (Ecuación N°39) junto con los datos experimentales y los respectivos porcentajes de desviación.

### Modelo de Kumar y Hartland

A continuación se realizará un análisis del modelo de Kumar y Hartland para la retención de la fase dispersa, en el cual se ajustarán los valores al modelo de dichos investigadores



**Figura N° 22. Modelo de Kumar y Hartland para la retención de la fase dispersa a una velocidad de la fase continua constante.**



Según el modelo de Kumar y Hartland para la retención de la fase dispersa, a una velocidad constante para la fase continua el modelo se ajusta a un comportamiento potencial de la forma:

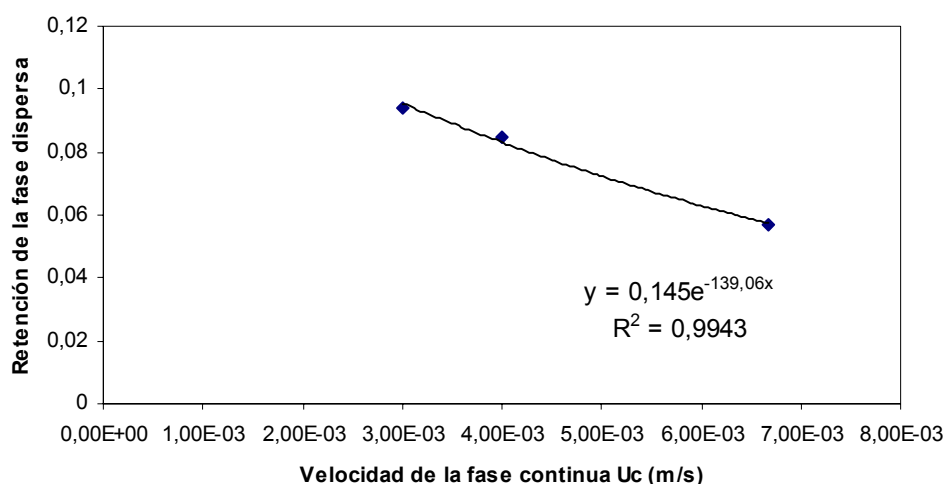
$$\phi_d = \text{Constante} * U_d^{1,03}$$

La constante depende de las propiedades físicas del sistema, velocidad de la fase continua y una constante que depende de la dirección de transferencia de masa; por lo tanto según la Figura N° 22 los valores experimentales no se ajustan al modelo ya que existe diferencia entre el valor de 1,03 y el reportado por el ajuste de 1,34 -0,75 para cada velocidad de la fase continua.

Ahora bien para una velocidad de la fase dispersa constante, variando la velocidad de la fase continua, el ajuste debe corresponder a la siguiente ecuación, de manera de determinar que el modelo reproduce los valores experimentales:

$$\phi_d = \text{Constante} * e^{(\text{Constante} * U_d)}$$

En la siguiente figura se muestra el ajuste de los valores experimentales a una velocidad de la fase dispersa constante, al modelo de Kumar y Hartland. Según la ecuación del ajuste la constante es igual a un valor negativo lo cual no es lógico, si estos parámetros pertenecientes a dicha constante son la densidad y viscosidad de la fase continua, por lo tanto se puede concluir que este modelo no reproduce los valores experimentales de la retención.



**Figura N° 23. Modelo de Kumar y Hartland para la retención de la fase dispersa a una velocidad de la fase dispersa constante ( $U_d=3,00 \times 10^{-3}$ )**

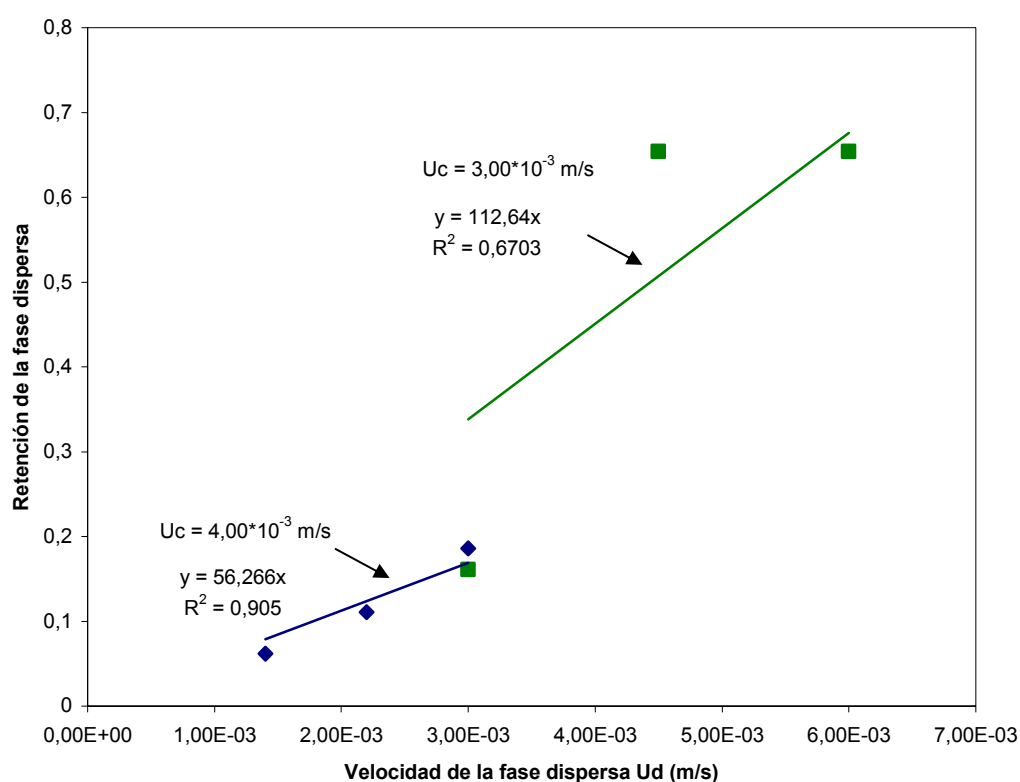
El modelo de Kumar y Hartland se ajusta a los valores experimentales con una desviación promedio de 68%. La diferencia entre los valores experimentales y los reportados por el modelo, puede deberse a que la ecuación propuesta por estos investigadores desprecia el efecto de la tensión interfacial, la cual está relacionada con el efecto de coalescencia entre las gotas, y así mismo la retención de la fase dispersa dentro de la columna.

### Modelo de Seibert y Fair

Seibert y Fair presentan un modelo para la retención de la fase dispersa el cual se basa en observaciones sobre la variación de la velocidad de la gota y su trayectoria, afectada por el empaque. Según los autores, una gota viajará a un ángulo de ascensión para evitar en su camino la superficie del empaque. Se considera que el ángulo de ascensión depende del tamaño de gota y la superficie del empaque en la columna. [Seibert y Fair, 1988]. Esta ecuación debe resolverse numéricamente, ya que no es posible una solución

analítica y los autores no proporcionan información del método utilizado por ellos para la resolución de la misma.

En la Figura N° 24 se muestra los valores de retención reproducido por el modelo de Seibert y Fair, donde se observa que a velocidades de fase dispersa mayores el comportamiento de la retención a una velocidad constante de la fase continua no se comporta linealmente, ya que el ajuste de dicha recta es de 0,67, para  $U_c = 3 \cdot 10^{-3}$  m/s; por lo tanto este modelo no representa el comportamiento de la retención de la fase dispersa, el cual debe ser un comportamiento lineal.



**Figura N° 24. Retención de la fase dispersa por el modelo de Seibert y Fair.**

Seibert y Fair presentan un modelo para la retención de la fase dispersa el cual se basa en observaciones sobre la variación de la velocidad de la gota y su trayectoria,

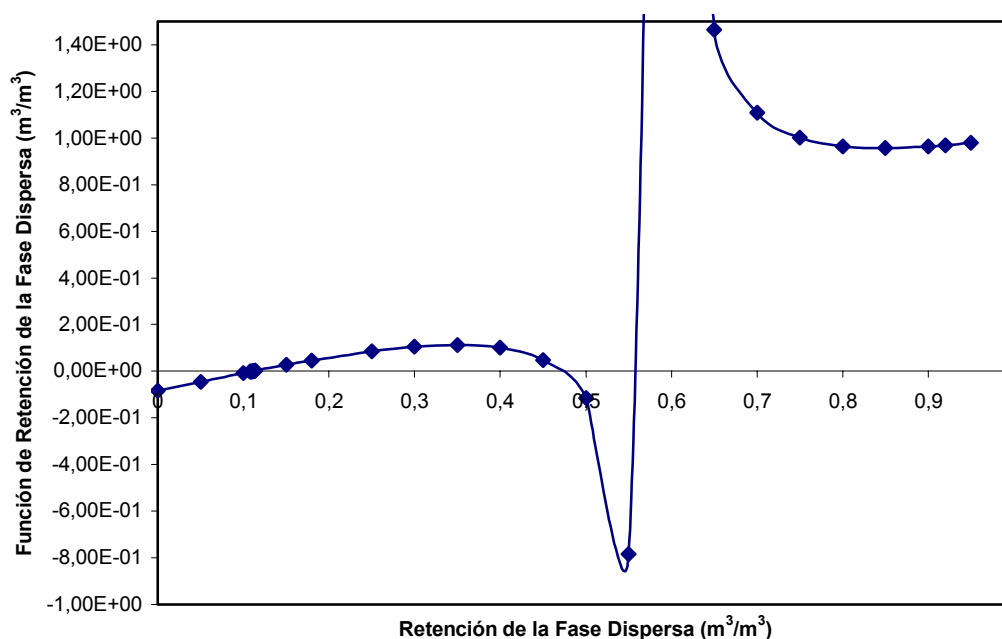
afectada por el empaque. Según los autores, una gota viajará a un ángulo de ascensión para evitar en su camino la superficie del empaque. Se considera que el ángulo de ascensión depende del tamaño de gota y la superficie del empaque en la columna. [Seibert y Fair, 1988]. Esta ecuación, debe resolverse numéricamente ya que no es posible una solución analítica y los autores no proporcionan información del método utilizado por ellos para la resolución de la misma.

En publicaciones realizadas por Seibert y Fair, 1990 se reportan una serie de valores de retención de la fase dispersa con una desviación del 47% del modelo propuesto con respecto a valores experimentales, utilizando dos sistemas líquidos entre los que se encuentra el sistema B-AS-A y seis empaques diferentes (ordenados y aleatorios) incluyendo el empaque SMV.

En la resolución del modelo de Seibert y Fair se presenta un problema para valores de retención mayores a  $0,100 \text{ m}^3/\text{m}^3$ , ya que se obtiene más de una raíz al graficar la función propuesta.

Este comportamiento puede observarse para la relación de fases 0,55 (Figura N° 25); donde se tienen tres raíces, es decir, tres posibles valores para la retención de la fase dispersa; por lo tanto fue necesario tomar como criterio el valor más cercano al valor de retención experimental, a fin de determinar la desviación de este modelo con los valores experimentales.

A pesar de esto, el modelo presenta una elevada desviación promedio de 227% con respecto a los valores experimentales (Ver Tabla N°23 anexo N°1) por lo que se puede afirmar que no es adecuado para reproducir los valores de retención para este sistema y empaque.



**Figura N° 25. Retención de la Fase Dispersa por el Modelo de Seibert y Fair  $\lambda=0,55$**

Seibert y Fair indican que cuando el valor experimental a evaluar está cercano a la zona de inundación, el modelo para la retención de la fase dispersa presenta una mayor desviación con respecto a los valores experimentales, por lo tanto parte de la desviación que presenta este modelo puede asociarse a dicha acotación, como se analiza a continuación.

A continuación en la Tabla N°15

**Tabla N° 15** se muestra una comparación entre los porcentajes de desviación para cada una de las corridas y la cercanía de ellos a la zona de inundación ( $U_c/U_{c,\Pi} \approx 0,65$ ). A medida que la velocidad de la fase continua aumenta, se incrementa la relación de inundación y el porcentaje de desviación del modelo propuesto por Seibert y Fair se incrementa, mucho antes de la zona de inundación de la columna.

**Tabla N° 15. Efecto de la cercanía de la inundación en el modelo de Seibert y Fair.**

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Relación de Inundación <i>Experimental</i> <i><math>U_c/U_{c,fl}</math></i>	Porcentaje de Desviación de la Retención de la Fase <i>Dispersa por Seibert y</i> <i>Fair</i> (%)
0,35 <sup>(*)</sup>	0,77	349,4
0,35 <sup>(**)</sup>	0,30	29,2
0,45	0,53	496,2
0,55	0,38	68,2
0,75	0,49	118,8
1,00	0,46	71,3
1,50	0,57	284,7
2,00	0,68	177,1

(\*)Velocidad de la Fase Continua,  $U_c = 9,00E-03$

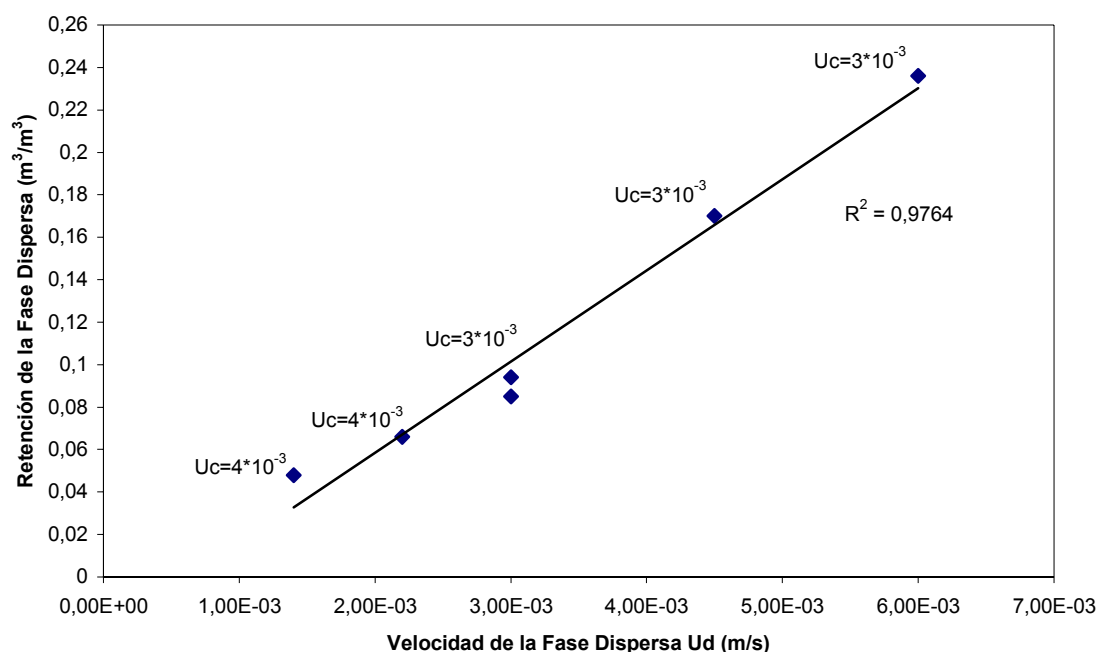
(\*\*)Velocidad de la Fase Continua,  $U_c = 4,00E-03$

Para las relaciones de fases 0,35<sup>(\*)</sup> – 0,45 – 0,75 – 1,50 y 2,00 se observa que son los puntos que están más cercanos al punto de inundación y son los que presentan mayor desviación con respecto a los valores experimentales. Sin embargo, a pesar de que para las relaciones de inundación por debajo de 0,50 se observa que la desviación disminuye (como se demuestra para las relaciones de 0,35<sup>(\*\*)</sup> – 0,55 y 1,00) esta sigue siendo muy elevada.

### Modelo de Mackowiak y Billet

Los investigadores Mackowiak y Billet han realizado una serie de estudios experimentales de retención, usando empaques estructurados y al azar con diferentes sistemas líquidos en columnas de distintos diámetros (a excepción del empaque Sulzer

SMVP y el sistema ternario empleado en este trabajo), observando que la retención es independiente de la velocidad de la fase continua ( $U_c$ ) cuando la velocidad de dicha fase está por debajo del 65% del valor en la inundación.

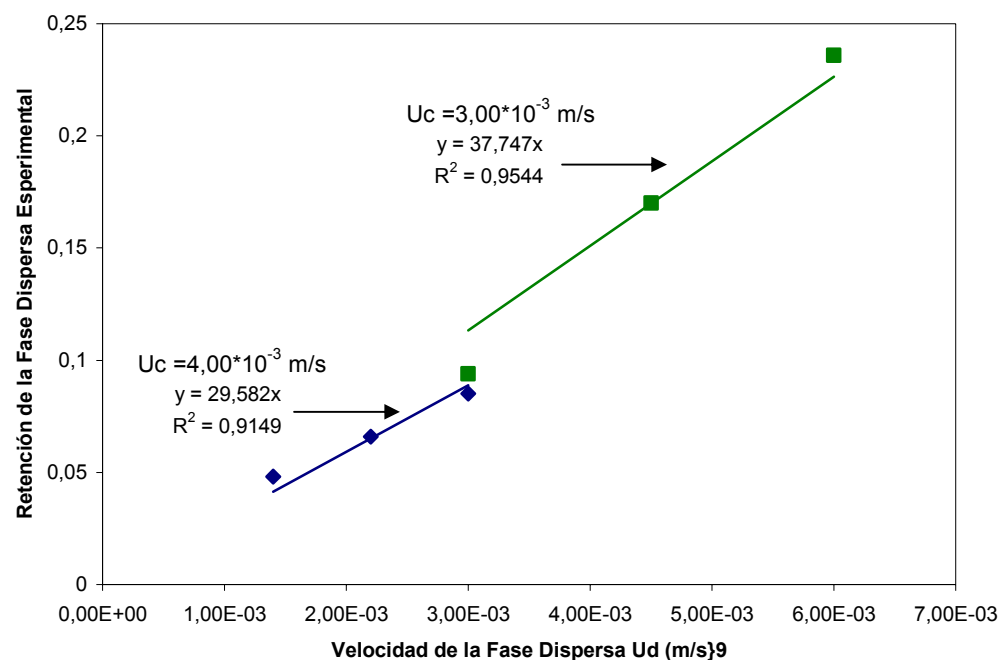


**Figura N° 26. Comportamiento de la Retención con la Velocidad de la Fase Dispersa.**

En la Figura N° 26 se muestra la linealidad de los valores experimentales de retención con respecto a la velocidad de la fase dispersa para diferentes valores de velocidad de la fase continua, con un ajuste de 0,9764, por lo tanto, la afirmación realizada por Mackowiak y Billet de la cual parte el desarrollo del modelo es válida también para el sistema B-AS-A y el empaque SMVP.

Para la evaluación del modelo de Mackowiak y Billet fue necesario realizar el cálculo de la constante del empaque SMVP ( $C_{1c}$ ) aplicando la Ecuación N°39, a partir de los valores experimentales de retención y velocidad de la fase dispersa, para lo cual se tomaron dos velocidades para la fase continua constante, y se verificó el comportamiento

lineal de la retención con la velocidad de la fase dispersa para la relación de inundación ( $U_c/U_{c,fl}$ ) menor a 0,65.



**Figura N° 27. Constante del Empaque SMVP C1e para el modelo de Mackowiak y Billet.**

De la Figura N° 27 se obtuvo dos rectas para cada velocidad de fase continua constante donde se obtuvo dos valores de constantes  $C_{1e} = 37,75$  s/m para  $U_c = 4,00 \cdot 10^{-3}$  m/s, y  $C_{1e} = 29,58$  s/m para  $U_c = 3,00 \cdot 10^{-3}$  m/s. Conocidos estos dos parámetros se procedió a calcular la retención de la fase dispersa, arrojando el modelo una desviación promedio absoluta de 10% con respecto a los valores experimentales. (Ver Tabla N°23 anexo N°1).

El resultado del cálculo de la constante  $C_{1e}$  indica que esta constante no es únicamente dependiente del sistema y el empaque sino de otros factores importantes como las velocidades de las fases.



El modelo se aplica para empaques estructurados como el SMV, cuando la fase continua moja el empaque, y para ciertos empaques al azar donde el diámetro de la columna es menor al diámetro crítico. El porcentaje de desviación promedio reportado por estos investigadores para una serie de datos experimentales es de 20%. Sin embargo hay que resaltar que estos datos corresponden a un gran número de sistemas y empaques, de los cuales 1351 son sin transferencia de masa, 312 con dirección de la fase continua a la fase dispersa ( $C \rightarrow D$ ) y 360 en la dirección de la fase dispersa a la continua ( $D \rightarrow C$ ).

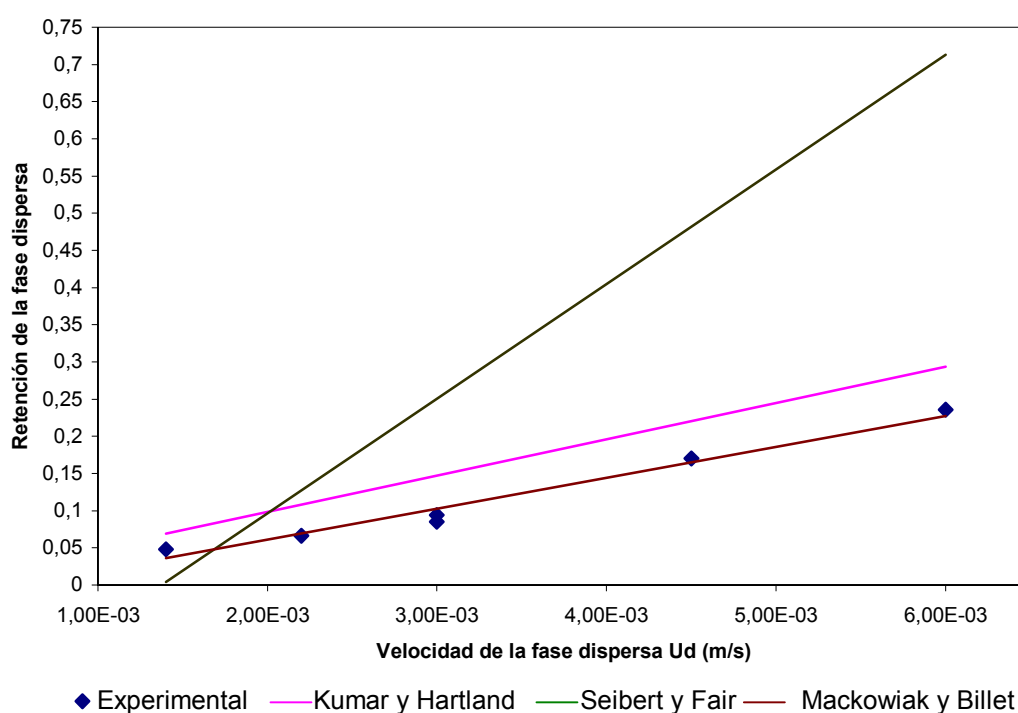
Si se observan los resultados experimentales para la retención de la fase dispersa presentados por los investigadores Seibert, Humphrey y Fair, para el mismo sistema químico y en un rango de composiciones másicas de 5% a 7%, con empaque estructurado SMV con las de este estudio, se tiene que los valores de retención de la fase dispersa presentados por los investigadores para algunas relaciones de fase están por exceso a los valores presentados en este trabajo. Tomando en cuenta que los valores pueden variar ya que las relaciones de fases, velocidades y composiciones no son exactamente las mismas, se puede afirmar que los valores obtenidos en este estudio están dentro del mismo orden de magnitud.

**Tabla N° 16. Resultados reportados por los investigadores Seibert, Fair y Humphrey Fair, en comparación con los reportados en este trabajo**

Relación de Fases $\lambda (U_d/U_c)$		Retención de la Fase Dispersa $\phi_d$	
Según Seibert, Fair y Humphrey	Riccelli y Zghun	(Seibert, Fair y Humphrey)	$\phi_{d,exp}$ (Riccelli y Zghun)
0,26	0,35	0,115	0,085
0,57	0,55	0,085	0,066
0,97	1,00	0,073	0,094
1,15	1,00	0,095	0,094
1,41	1,50	0,080	0,170

Fuente: Seibert, Humphrey y Fair, 1987

En la Figura N° 28 se observa que en general los modelos reproducen la tendencia de la retención experimental, donde a medida que aumenta la relación de fases, la retención se incrementa en forma lineal, a excepción del modelo de Seibert y Fair que presenta una mayor pendiente, reportando valores de retención superiores a los obtenidos experimentalmente, sobre todo a valores de velocidad de la fase dispersa mayores. En conclusión el modelo que mejor reproduce con mayor exactitud los valores experimentales es el modelo de Mackowiak y Billet para la retención de la fase dispersa con una desviación promedio de 10%.



**Figura N° 28. Retención de la fase dispersa reportada por los modelos fluidodinámicos**

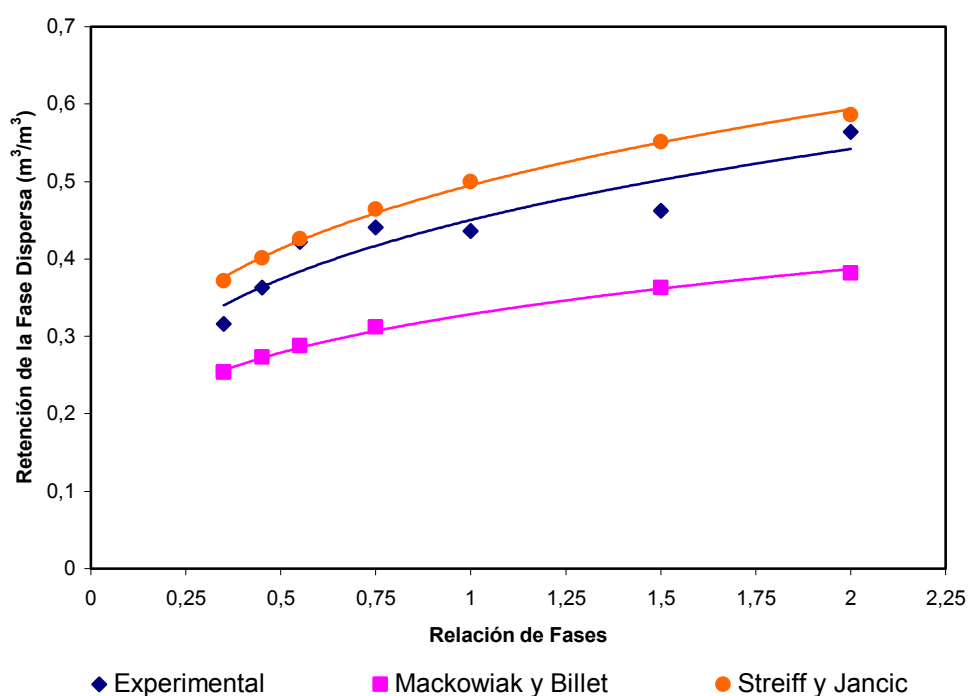
### 10.1.5. Retención en la Inundación

Como se observa en la Tabla N° 25 (Anexo N°1) se obtuvieron valores de retención experimental en la inundación comprendidas entre 0,197 y 0,564 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>, con una tendencia lineal con respecto a la variación de la relación de fases para los resultados presentados. El modelo de Mackowiak y Billet (Ecuación N°54) reporta una desviación con respecto a los valores experimentales de 27%, siendo el modelo de Streiff y (Ecuación N°59) el que mejor se ajusta, con solo una desviación del 8%.

Es importante señalar que la relación de 0,35 con  $U_c = 9 \cdot 10^{-3}$  m/s fue descartada para el análisis, debido a que en el proceso de inundación no se observó la segunda interfase, por lo tanto dicho valor de retención en la inundación no es confiable.

El modelo de Seibert y Fair indica que para un arreglo cúbico habrá un valor máximo para la retención de la fase dispersa en la inundación constante e igual a 0,52 asumiendo que las gotas son esféricas y se desplazan uniformemente. De acuerdo a los valores experimentales el valor máximo fue de 0,564 haciendo ver que la suposición hecha por estos investigadores podría representar el comportamiento en la columna, donde la diferencia entre estos valores podría estar involucrada a que las gotas dentro del equipo no son totalmente esféricas y el recorrido es tortuoso.

Como se observa en la Figura N° 29 al aumentar la relación de fases aumenta proporcionalmente la retención de la fase dispersa dentro del volumen empacado. Es importante señalar de estos resultados que solamente dependen de la relación de fases y no de propiedades físicas del sistema químico o empaque.



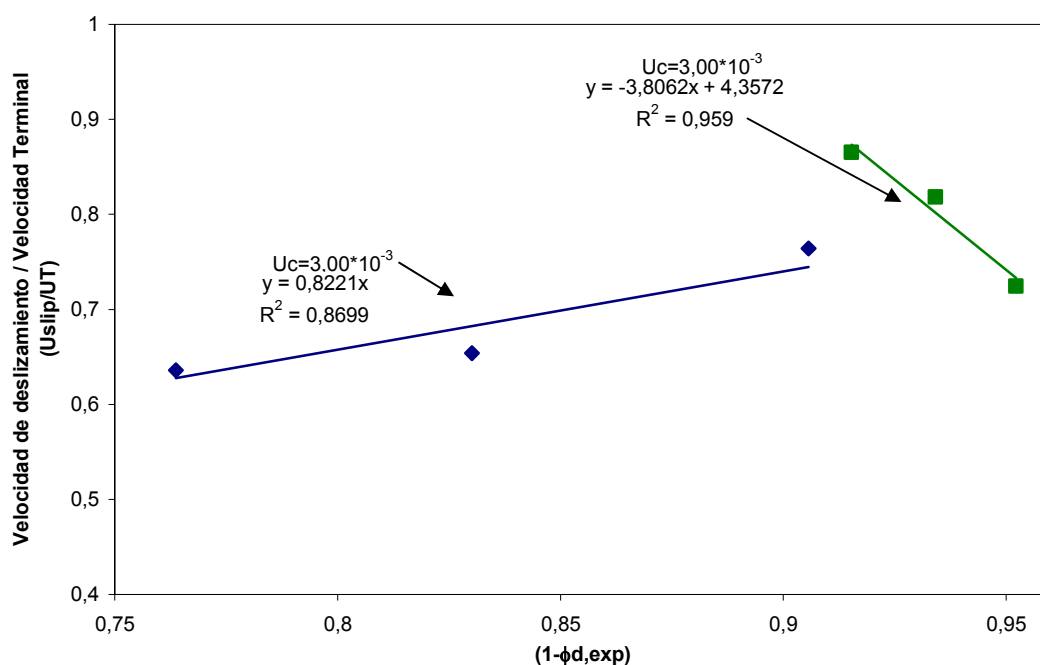
**Figura N° 29. Retención de la Fase Dispersa en la Inundación**

#### 10.1.6. Velocidades en la Inundación

Durante la obtención de las velocidades de las fases continua y dispersa en la inundación se visualizaron dos etapas. En la primera etapa, se notó que el control automático del nivel de la interfase del tanque de coalescencia se veía perturbado, y tardaba más tiempo en reestablecer el valor del punto de ajuste (set point) (53,0). Alcanzada la estabilidad en el nivel de la interfase se continuaba el aumento de las velocidades (manteniendo la relación de fases constantes). En la segunda etapa se observó el arrastre de la fase dispersa a la salida de la fase continua, lo cual indicó la cercanía a la formación de la segunda interfase en el visor inferior de la columna de extracción, con la cual se evidencia el punto de inundación.

Para la evaluación del modelo de Mackowiak y Billet se realizó el cálculo de la constante proporcional al factor de fricción (Ecuación N°51), a partir de valores experimentales, graficando la relación de la velocidad de deslizamiento y la velocidad terminal en función de la retención de la fase dispersa.

Para la realización de este procedimiento gráfico se tomaron dos rangos de valores para velocidad de la fase continua constante fases, se ajustaron estos puntos a una recta y el resultado puede observarse en la siguiente Figura N° 30.



**Figura N° 30. Constante C por el Modelo de Mackowiak y Billet (inundación)**

La constante para la velocidad de la fase continua  $U_c=3,00 \cdot 10^{-3}$  m/s reporta un valor de 0,8221, ahora bien para  $U_c=4,00 \cdot 10^{-3}$  m/s, el valor de la constante es ilógico, ya que estos investigadores indican que la constante debe estar entre 0 y 1, y adicionalmente la recta debe pasar por el origen.

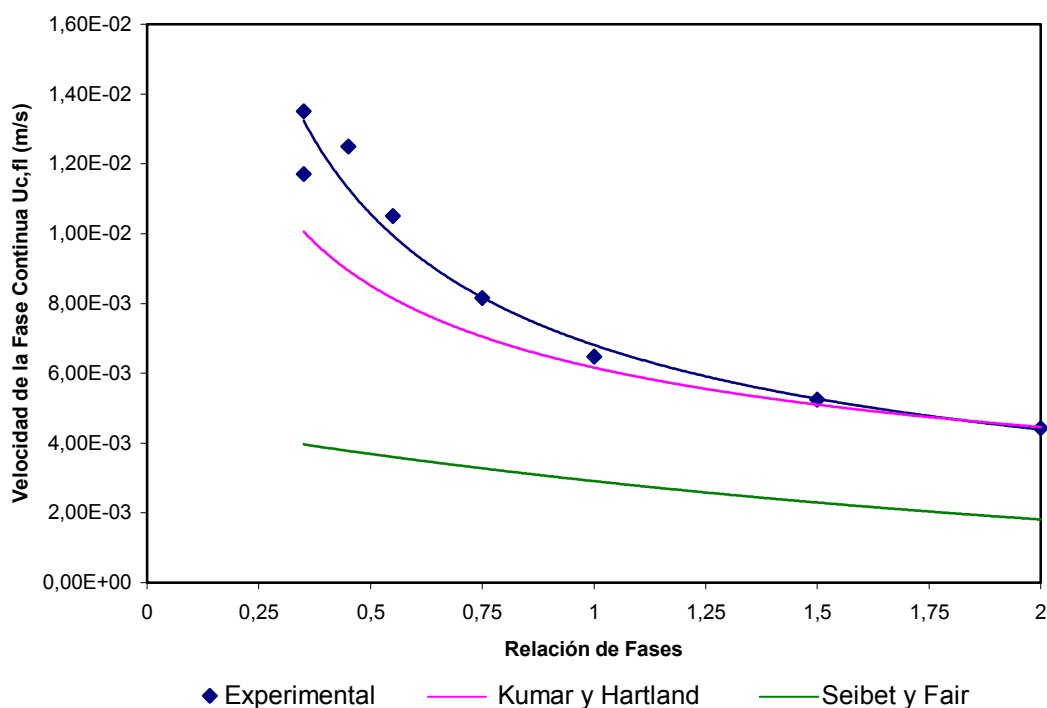
Para analizar la causa del error en el ajuste para la obtención de la constante, debe analizarse todos los parámetros involucrados, entre los cuales están los valores de retención de la fase dispersa, el cual es un parámetro experimental y con una tendencia lógica, ya que a medida que se incrementa la velocidad de la fase dispersa este valor aumenta; en segundo lugar se encuentra la velocidad terminal que es un valor constante para las diferentes corridas realizadas y además está dentro del orden de magnitud en comparación con los modelos que reproducen esta variable, por lo tanto el único parámetro que pudiese tener un efecto en estos resultados es la velocidad de deslizamiento.

La velocidad de deslizamiento varía para cada corrida realizada, por lo tanto se debería analizar la aplicabilidad de esta ecuación, es decir, que puede existir una variación radial en la velocidad o retención, debida a la miscibilidad entre las fases, ya que en cada punto de la columna existe una transferencia de masa, lo cual se ve evidenciado por el balance de masa global.

Según lo analizado anteriormente no se puede realizar la evaluación del modelo de Mackowiak y Billet para este caso, debido al error en el ajuste de la recta para el cálculo de la constante proporcional al factor de fricción.

Según la Figura N° 31, los valores experimentales de las velocidades en la inundación y los valores reportados por los modelos estudiados siguen una tendencia potencial para relaciones de fases menores a 1,50.

Para el modelo de Seibert y Fair se observa que el decrecimiento de la velocidad de la fase continua al aumentar la relación de fases es pausado, adicionalmente reporta valores muy por debajo de los experimentales, con un desviación promedio del 63% según la Tabla N° 26 (Anexo N°1).



**Figura N° 31. Variación en la Velocidad de la Fase Continua en la Inundación**

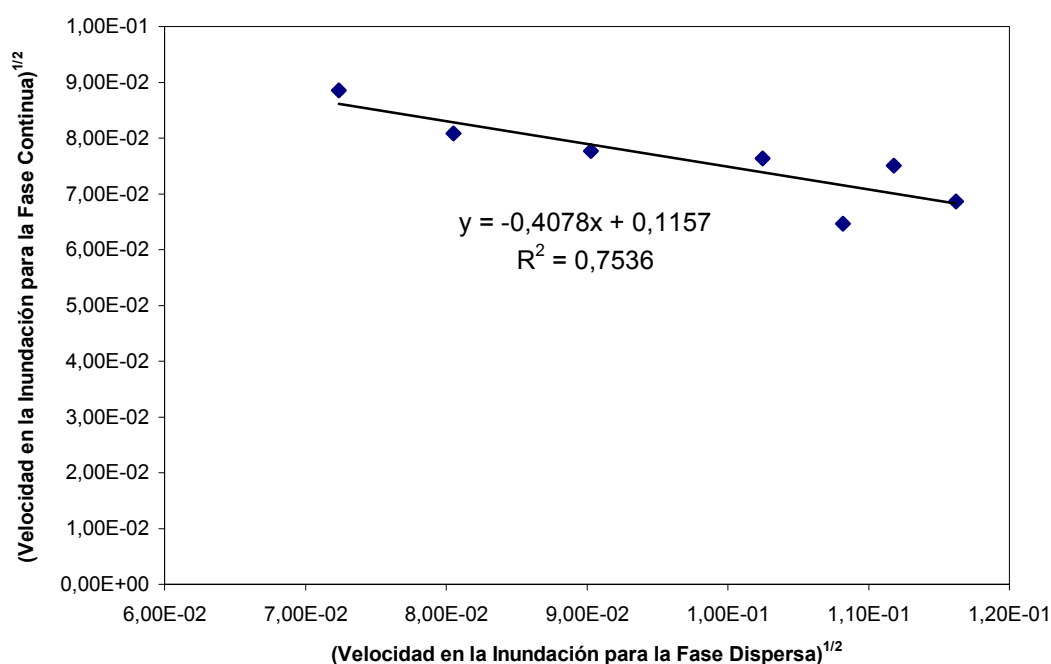
Con los resultados de esta investigación se pudo observar que el modelo de velocidad de inundación que más se acerca a los valores experimentales fue el de Kumar y Hartland, presentando una desviación de 14%, como se observa en la Tabla N° 26 (Anexo N°1)

Con el fin de validar la discusión presentada se hace necesaria la verificación de la base del modelo de Kumar y Hartland, la cual consiste en el hecho de que las velocidades en la inundación pueden ser representadas a través de la expresión:

$$U_{c,fl}^{1/2} + C_{1c} * U_{d,fl}^{1/2} = C_{2c} \quad (84)$$

El mejor ajuste de este modelo se obtiene cuando la pendiente  $C_{1c}$  es igual a -1.

En la Figura N° 32 se observa que la pendiente de la línea de tendencia (-0,408) está alejada del valor esperado (-1), sin embargo esto no se ve reflejado en la desviación de este modelo.



**Figura N° 32 .Relación de velocidades de inundación (Modelo Kumar y Hartland).**

### 10.1.7. Carga Máxima

Para la obtención de la carga máxima experimental se mantuvo constante la relación de fases, aumentando gradualmente las velocidades de las fases de manera de alcanzar la capacidad límite, es decir, donde aumentan las interacciones gota a gota propiciando su coalescencia, trayendo como consecuencia inmediata, la inundación de la columna.



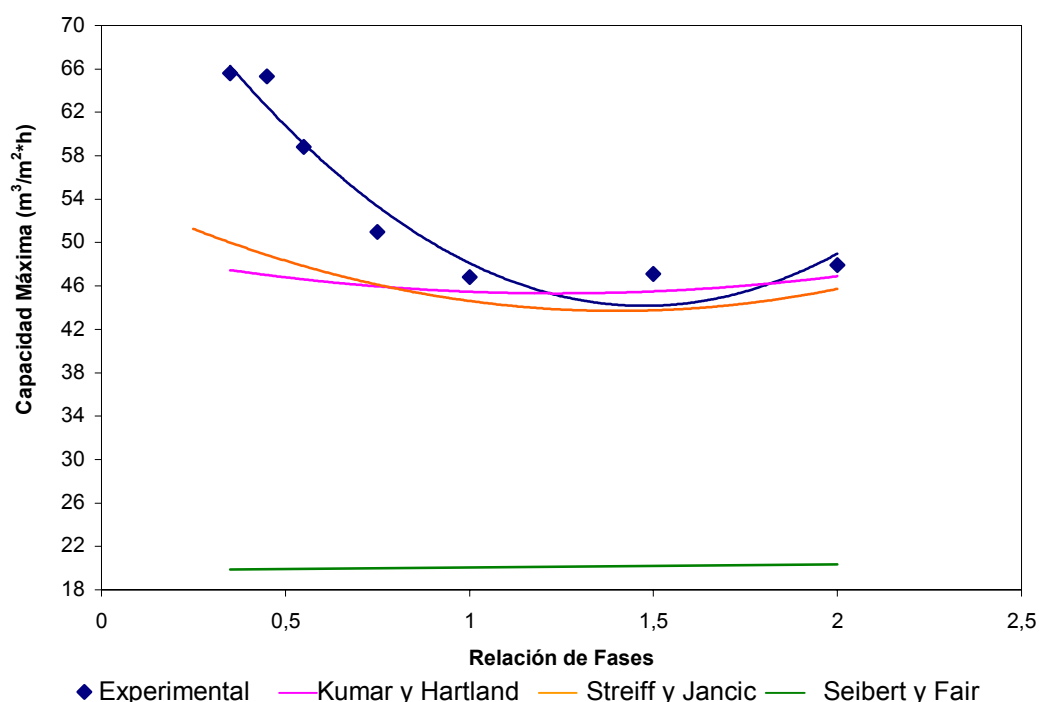
A medida que las relaciones de fases aumentan, las velocidades para cada una de las fases en la inundación disminuyen, obteniéndose así una inundación más rápida, es decir, las cargas máximas son menores a medida que las relaciones de fases eran mayores. Este comportamiento es similar al de la velocidad de las fases en la inundación con respecto a la relación de fases.

Conforme a la Tabla N°27

**Tabla N° 27** (Anexo N°1), los valores experimentales obtenidos para la carga máxima o límite van desde 46,8 a 65,6  $\text{m}^3/\text{m}^2\cdot\text{h}$ . Según la Figura N° 33 la tendencia de la carga máxima concuerda con lo esperado; a relaciones de fases bajas, el tráfico de gotas de la fase dispersa dentro de la columna es menor, lo que implica una menor retención.

La Figura N° 33 presenta una zona de carga máxima para los valores experimentales donde se observa una superficie sombreada la cual muestra el inicio del proceso de inundación en el que se observa el comienzo de arrastre de la fase dispersa, y el proceso final de inundación el cual es delimitado con la formación de la segunda interfase en el fondo de la columna. La curva para cada uno de los modelos a excepción del presentado por Seibert y Fair muestra que se ajustan bien dentro de esta zona de incertidumbre definido por el inicio y final del proceso de inundación experimental que fue observado en este trabajo.

En la Figura N° 33 se observa que los valores reportados por los modelos son menores a los experimentales, con un comportamiento potencial, a excepción del modelo de Seibert y Fair, que se mantiene en un valor constante aproximadamente igual a 20  $\text{m}^3/\text{m}^2\cdot\text{h}$ , es decir, que presenta un comportamiento independiente de la relación de fases, con una desviación del 63%.



**Figura N° 33. Capacidad Límite de la Columna**

Según Mackowiak y Billet el comportamiento de la carga máxima es prácticamente igual cuando el proceso es sin transferencia de masa o con dirección de transferencia de masa de la fase continua a la fase dispersa ( $C \rightarrow D$ ), debido a que el tamaño de gota es igual para ambos casos; ocurriendo lo contrario para la dirección de transferencia de masa de la fase dispersa a la fase continua ( $D \rightarrow C$ ) donde se presenta mayor interacción gota a gota, ocasionando tamaño de gotas mayores y por lo tanto una menor retención de la fase dispersa dentro del volumen empacado y un aumento en la carga máxima.

En la Figura N° 33 se presentan los valores experimentales de carga máxima reportados por Streiff y Jancic con empaque estructurado Sulzer SMV y para un proceso sin transferencia de masa, los cuales presentan valores de carga máxima menores a los valores experimentales de este trabajo para relaciones de fases bajas.

Las placas de flujo dual deberían disminuir la capacidad máxima de la columna, pero sucede todo lo contrario ya que los datos experimentales son mayores que los presentados por Streiff y Jancic, pero sí siguen una misma tendencia, ya que a medida que disminuye la relación de fases, la carga máxima aumenta. Ahora bien, los valores de estos investigadores están dentro del rango experimentalmente delimitada por la zona sombreada de la Figura N° 33.

### **Resumen**

A continuación se muestra un resumen de los modelos evaluados y el modelo que mejor reproduce los valores experimentales.

<b>Variables</b>	<b>Modelo</b>	<b>Porcentaje de</b>
<b>Fluidodinámica</b>	<b>fluidodinámico</b>	<b>Desviación (%)</b>
<b>Retención</b>	Kumar y Hartland	68
	Seibert y Fair	227
	Mackowiak y Billet	10
<b>Retención en la</b>	Mackowiak y Billet	27
<b>Inundación</b>	Streiff y Jancic	8
<b>Carga Máxima</b>	Kumar y Hartland	14
	Seibert y Fair	63

### 10.2.1. Resultados del Proceso de Transferencia de Masa.

A continuación se analizará la eficiencia del proceso de transferencia según los balances de masa y por componente, en cuanto al porcentaje de extracción y la altura equivalente a un plato teórico.

#### 10.2.1. Tiempo Estimado para Alcanzar el Estado Estacionario de Transferencia de Masa.

La determinación del tiempo necesario para la estabilización de la transferencia de masa en la columna se tomó como 5 veces el tiempo de residencia de la fase continua por recomendación del fabricante.

Para ello fue necesario calcular la retención de la fase dispersa a partir del modelo planteado por Kumar y Hartland, ya que, el modelo de Mackowiak y Billet no reportaba la constante del empaque SMVP, y el modelo de Seibert y Fair presentaba más de una raíz. A continuación en la Tabla N° 17 se presentan los resultados obtenidos el método de cálculo empleado:

**Tabla N° 17. Tiempos de Estabilización**

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	5*Tiempo de residencia para la fase continua (min)	Tiempo real Empleado en las corridas (min)
0,35	30 <sup>(**)</sup>	200
	77 <sup>(*)</sup>	30
0,45	41	70

Tabla N° 17. (Continuación) Tiempos de Estabilización

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	5*Tiempo de residencia para la fase continua (min)	Tiempo real Empleado en las corridas (min)
0,55	74	100
0,75	71	92
1,00	95	134
1,50	87	130
2,00	80	104

(\*)  $U_c = 4,00E-03$ (\*\*)  $U_c = 9,00E-03$ 

A continuación se presenta una tabla para el tiempo de estabilización de las corridas a partir de los valores de retención experimentales, de manera de verificar si la desviación de los tiempos calculados y los experimentales se debe a la aplicación del modelo de Kumar y Hartland para el cálculo de la retención.

Tabla N° 18. Tiempos de Estabilización Teóricos y Experimentales.

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	Tiempo de estabilización Teórico (Kumar y Hartland) (min)	Tiempo de estabilización Experimental (min)
0,35	30 <sup>(**)</sup>	33 <sup>(**)</sup>
	77 <sup>(*)</sup>	78 <sup>(*)</sup>
0,45	41	46
0,55	74	76

**Tabla N° 18. (Continuación) Tiempos de Estabilización Teóricos y Experimentales.**

<b>Relación de fases</b>  $\lambda$ <b>(Adim.)</b>	<b>Tiempo de estabilización Teórico</b> <b>(Kumar y Hartland)</b> <b>(min)</b>	<b>Tiempo de estabilización Experimental</b> <b>(min)</b>
0,75	71	75
1,00	95	99
1,50	87	90
2,00	80	83

(\*)  $U_c = 4,00E-03$ (\*\*)  $U_c = 9,00E-03$ 

Según los valores presentados en la tabla anterior no existe gran desviación con la aplicación del modelo de Kumar y Hartland para la obtención de la retención de la fase dispersa, y los valores experimentales.

La no concordancia de los datos teóricos y los obtenidos en la práctica se debe entonces a la gran sensibilidad presentada en la columna a cambios en los flujos volumétricos de entrada y no al error en la estimación de la retención por parte del modelo de Kumar y Hartland. Cada cambio en el caudal de entrada implicó una perturbación al sistema lo cual lleva a un nuevo ciclo del tiempo de estabilización.

### 10.2.2. Eficiencia en el Proceso de Extracción.

La eficiencia del proceso de extracción se calculó como la relación existente entre el ácido succínico presente en el extracto y la cantidad del mismo presente en la fase acuosa alimentada. En la Tabla N° 19 se presentan los porcentajes de extracción para cada una de las pruebas realizadas, observándose un incremento del mismo a medida que aumenta la relación de fases.

El gradual incremento del porcentaje de extracción tiene una tendencia lógica ya que al aumentar la relación de fases, se amplifica la cantidad de gotas de la fase dispersa dentro del volumen empacado, lo que implica mayor cantidad de área superficial para que ocurra el proceso de transferencia de masa, y por lo tanto se obtiene una fase acuosa menos concentrada en ácido succínico.

**Tabla N° 19. Porcentaje de Extracción**

<b>Relación de Fases <math>\lambda</math> (Adim.)</b>	0,35	0,35	0,45	0,55	0,75	1,00	1,50	2,00
<b>Porcentaje de Extracción (%)</b>	21	22	23	27	46	59	106	122
<b>Porcentaje de Extracción Igualando lo que entra y lo que sale de AS (%)</b>	19	21	22	25	39	48	88	98

De la Tabla N° 19 se observan porcentajes de extracción mayores al 100%, lo cual no tiene sentido físico, porque se estaría afirmando que sale mayor cantidad de ácido succínico de la que se alimentó. Este suceso está vinculado a los porcentajes de desviación existentes en el balance de masa de ácido succínico para las relaciones de fases mayores a uno.

En la última fila de la misma tabla se muestran los nuevos porcentajes de extracción tomando como alimentación de ácido succínico la cantidad de soluto presente en la salida de ambas fases, debido a que los valores del primer cálculo reflejan un porcentaje de extracción incoherente para las dos últimas relaciones de fases como consecuencia al error presente en el balance de masa en ácido succínico. Se observa la misma tendencia y adicionalmente indica que existe una gran sensibilidad a los errores en los balances de masa en ácido succínico.

#### 10.2.4. Altura Equivalente a un plato Teórico (HETP).

Como se muestra en la Tabla N° 20, el número de etapas ideales calculadas por el método de McCabe-Thiele, presentan una gran variación para el rango de relaciones de fases empleadas. Para las relaciones de fases que se encuentran entre 0,35 y 1,00<sup>(1)</sup> el número de etapas varía entre 2 y 3, es decir. Por el contrario, para las relaciones de fases que varían entre 1,00<sup>(2)</sup> y 2,00 el número de etapas ideales varía entre 5 y 7.

**Tabla N° 20. Altura Equivalente a un Plato Teórico.**

Relación de Fases $\lambda$	N° Etapas por el método de McCabe-Thiele	HETP (m)
0,35	2,1	1,90
0,35	1,9	2,10
0,45	1,7	2,35
0,55	2,0	2,00



**Tabla N° 20. (Continuación) Altura Equivalente a un Plato Teórico.**

Relación de Fases $\lambda$	N° Etapas por el método de McCabe-Thiele	HETP (m)
0,75	2,8	1,43
1,00	3,3 <sup>(1)</sup>	1,21
	4,6 <sup>(2)</sup>	0,87
1,50	6,0	0,67
	6,4	0,62
2,00	7,0	0,57

(1): Primer Duplicado para la relación de fases 1,00

(2): Segundo Duplicado para la relación de fases 1,50

A continuación, en la Tabla N° 21, se muestra el efecto que produce la desviación del balance de masa en ácido succínico sobre el número de etapas ideales:

**Tabla N° 21. Relación entre el balance de masa por componente y el número de etapas ideales.**

Relación de Fases $\lambda$	N° Etapas Ideales	HETP (m)	Porcentaje de desviación en el Balance de Masa por Componente (%)
0,35	2,1	1,90	9
0,35	1,9	2,10	6
0,45	1,7	2,35	2

**Tabla N° 21. (Continuación) Relación entre el balance de masa por componente y el número de etapas ideales.**

Relación de Fases $\lambda$	N° Etapas Ideales	HETP (m)	Porcentaje de desviación en el <i>Balance de Masa por Componente</i> (%)
0,55	2,0	2,00	10
0,75	2,8	1,43	14
1,00	3,3 <sup>(1)</sup>	1,21	23
	4,6	0,87	18
1,50	6,0 <sup>(2)</sup>	0,67	39
	6,4	0,62	16
2,00	7,0	0,57	20

(1): Primer Duplicado para la relación de fases 1,00

(2): Segundo Duplicado para la relación de fases 1,50

Para la determinación de la altura equivalente a un plato teórico (HETP) se descartaron las relaciones de fases entre 1,00<sup>(1)</sup> y 1,50<sup>(1)</sup>, debido a las desviaciones presentes en el balance de masa por componente. De manera que el rango más representativo para la altura equivalente a un plato teórico está entre 0,5 -2,5 m.

La altura equivalente depende de los flujos que se estén manejando dentro de la columna, por ejemplo, para las relaciones de fases 1-1,5 y 2,0 la velocidad de la fase continua es constante y a medida que aumenta la velocidad de la fase dispersa, es decir, la relación de fases, la altura equivalente disminuye, lo que implica que será necesario menos altura de empaque para alcanzar un mismo grado de separación.

Es decir, si se aumenta la cantidad de fase dispersa dentro de la columna, habrá mayor cantidad de gotas dentro de la columna, es decir, mayor área interfacial para que ocurra el proceso de transferencia de masa lo que implica que la transferencia de masa será mayor en estos casos y se necesitará menor altura de empaque, como se mencionó anteriormente. Para el segundo grupo de datos ( $\lambda = 0,35 - 0,55$  y  $0,75$ ) ocurre el mismo comportamiento.

En la Tabla N° 22 se puede observar mismo comportamiento para dos relaciones de fases a velocidad de la fase continua constante, para el sistema n-butanol-ácido succínico-agua empleando diferentes composiciones y relaciones de fases, para el empaque SMV en la dirección de transferencia de masa  $C \rightarrow D$ . La altura equivalente a un plato teórico para estos resultados experimentales desarrollados por Seibert, Fair y Humphrey, aumenta a medida que disminuye la velocidad de la fase.

Este valor presenta una gran diferencia con respecto al valor experimental presentado en este trabajo, debido en gran parte a que existe una notoria diferencia entre el empaque SMV y SMVP, donde el empaque SMVP presenta placas de flujo dual que disminuye el mezclado axial mejorando el proceso de transferencia de masa.

**Tabla N° 22. Resultados experimentales reportados por los investigadores Seibert, Humphrey y Fair**

Empaque	Relación de Fases	Velocidad Superficial (Fase Continua) $U_c$ (pie/h)	Velocidad Superficial (Fase Dispersa) $U_d$ (pie/h)	Composición de Ácido Succínico Inicial en la Fase Continua másica	Altura Equivalente a un plato Teórico HETP(m)
SMV	0,97	22,9	22,1	0,0640	0,72
	2,48	21,8	54,0	0,0653	0,59
	3,35	24,3	81,3	0,0724	0,63
	1,41	20,9	29,5	0,0551	1,12

**Tabla N° 22. (Continuación) Resultados experimentales reportados por los investigadores Seibert, Humphrey y Fair**

<b>Empaque</b>	<b>Relación de Fases</b>	<b>Velocidad Superficial (Fase Continua) Uc (pie/h)</b>	<b>Velocidad Superficial (Fase Dispersa) Ud (pie/h)</b>	<b>Composición de Ácido Succínico Inicial en la Fase Continua másica</b>	<b>Altura Equivalente a un plato Teórico HETP(m)</b>
<b>SMV</b>	0,57	50,0	28,7	0,0703	1,16
	1,15	66,4	76,6	0,0547	1,05
	0,26	106,5	28,0	0,0691	0,99
	0,23	137,3	31,0	0,0625	0,98

Para el empaque Sulzer SMVP se reporta en la bibliografía [Sulzer Chemtech, 1991] una altura equivalente a un plato teórico en una rango entre 0,2 - 0,3 m, para la dirección de transferencia de masa de la fase continua a la fase dispersa. Este valor no coincide con lo obtenido experimentalmente y más bien se acerca al comportamiento del empaque SMV, donde el rango está entre 0,6 - 1, 2 m.

## 11. Conclusiones

Sobre la base de la discusión de resultados presentada en la sección anterior, se examinó el comportamiento fluidodinámico y el proceso de transferencia de masa en la unidad piloto, obteniéndose las siguientes conclusiones:

### **Variables Fluidodinámicas**

- El comportamiento de la retención de la fase dispersa en el estado estacionario de transferencia de masa aumenta linealmente a medida que se incrementa la relación de fases.
- La constante  $C_{1e}$  del modelo de Mackowiak y Billet, no es únicamente característica del empaque y sistema reportando dos valores de  $C_{1e} = 37,747 \text{ s/m}$  y  $29,582$ ; reportando una desviación de 10% con respecto a los valores experimentales para la retención de la fase dispersa, siendo este modelo el que mejor se ajusta.
- El modelo de Streiff y Jancic para la retención de la fase dispersa en la inundación se ajusta excelentemente a los valores experimentales con una desviación de 8%, demostrando que esta solo depende de la relación de fases.
- El comportamiento de la retención de la fase dispersa en la inundación con respecto a la relación de fases es lineal y crece a medida que aumenta la relación de fases.
- El modelo propuesto por Kumar y Hartland para el cálculo de las velocidades de las fases en la inundación es el que presenta menor desviación (14%) con respecto a los valores experimentales.

- La carga máxima aumenta a medida que disminuye la relación de fases, a excepción del modelo de Seibert y Fair que es independiente de la relación de fases.
- Los valores experimentales obtenidos para la carga máxima o límite van desde 46,8 a 65,6  $\text{m}^3/\text{m}^2\cdot\text{h}$ , para el empaque SMVP y el sistema B-AS-A.

### **Proceso de Transferencia de Masa**

- El balance de masa global y por componente presentó un porcentaje de desviación promedio de 6 y 17% respectivamente, lo que demuestra la confiabilidad de los resultados obtenidos.
- El porcentaje de extracción es mayor a medida que aumenta la relación de fases, y varía entre 21 y 59%.
- La altura equivalente a un plato teórico para este empaque y sistema se encuentra en un rango de 0,5 – 2,5 m.

## 12. Recomendaciones

A continuación se proponen una serie de recomendaciones que surgieron durante el progreso de este trabajo, con el fin de mejorar el desarrollo práctico y teórico de ésta línea de investigación:

- Cambiar las válvulas de compuerta (V-7 y V-22) presentes en los rotámetros de las fases continua y dispersa por otras válvulas que permitan regular el flujo, y así con ello garantizar flujos constantes a la entrada de cada una de las fases hacia la columna de extracción y evitar cambios bruscos al incrementar las velocidades.
- El reciclo de la bomba para la fase orgánica (V-5) debe ser manipulado de acuerdo al criterio del operador a fin de evitar fluctuaciones en el flujo de entrada de dicha fase.
- Se debe realizar una calibración en los medidores de flujos a la salida si se cambia de sistema químico o composición másica de soluto, ya que los mismos están calibrados para el sistema n-butanol-ácido succínico-agua al 1%, y son sensibles a dichos cambios. (Anexo N°11)
- Realizar un método para la recuperación del n-butanol empleado en las pruebas experimentales.
- Realizar pruebas sin transferencia de masa de manera de verificar que la retención de la fase dispersa para la dirección C→D no depende del soluto presente en la fase continua.

### 13. Bibliografía

- ALONSO, Mary Luz. “Estudio del Movimiento Acelerado de una Partícula Esférica en un medio fluido” Trabajo de Grado para optar al Título de Magister Scientiarum, Enero 1995.
- ÁVILA, GARCÍA. “Estudio fluidodinámico en una columna empacada con relleno SMVP”. Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado. Octubre, 2001.
- BLACKADDER, “A handbook of unit Operations”, Academic Press, London and New York, 1974.
- CUSACK, Roger W., Pierre Fremeaux y Don Glatz. “A Fresh Look at Liquid-Liquid Extraction, Part 2: Inside the Extractor”, Chemical Engineering, Marzo de 1991, pp.132-138.
- C. HANSON, “Solvent Extraction: The Current Position”, Recent advances in liquid-liquid extraction, 1979, pp. 1-13.
- DI SARLI, GARCÍA. “Determinación de la curva de inundación en una columna rellena con empaque estructurado SMVP”. Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Trabajo Especial de Grado. Octubre, 2000.
- KUMAR, A., y Hartland S., “Prediction of drop size, dispersed-phase holdup, slip velocity, and limiting throughputs in packed extraction columns”, Trans IChemE, 1994, Vol. 72, Parte A, pp. 89-104.



- LADDHA, G., y Degakeesan T., “Dispersión and Coalescence”, Cap. 4, pp. 125-149.
- MACKOWIAK, Jerzy, “Grenzbelastung von unpulsierten Füllkörperkolonnen bei der Flüssig/Flüssig – Extraktion” (Carga Límite de columnas empacadas sin pulsación en la extracción líquido-líquido), Chem. Ing. Tech, 1993, Nr. 4 Vol. 65, pp. 423-429.
- MACKOWIAK, Jerzy y Reinhard Billet, “New Method of Packed Column Design for Liquid-Liquid Extraction Processes with Random and Stacked Packings”, Ger. Chem. Eng, 1986, 1, pp. 48-64.
- MADHAVAN, R., “ Optimize Liquid-Liquid Extraction”, The Chemical Engineers Resource Page, [www.cheresources.com](http://www.cheresources.com).
- MCCABE, Warren L., “Operaciones Básicas de Ingeniería Química”, Editorial McGraw-Hill, 1988, pp. 900.
- PÉREZ, Anubis. “ Selección de Sistemas para realizar Pruebas de Extracción Líquido – Líquido”. Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Seminario I. Julio, 2000.
- SATTLER, Klaus y Hans Jacob Feindt, “Thermal Separation Processes: Principles and Design”, Weinheim (República Federal Alemana): VCH, 1995.
- SEIBERT, A. F., J. L. Humphrey y J. R. Fair, “Evaluation of Packings for use in Liquid-Liquid Extraction Columns”, Separation Science and Technology, 1987, Vol. 22 (2-3), pp. 281-314.

- SEIBERT, A. Frank, y James R. Fair, “Hydrodynamics and Mass Transfer in Spray and Packed Liquid-Liquid Extraction Columns”, Ind. Eng. Chem. Res., 1988, 27, pp 470-481.
- SEIBERT, A. Frank y Jimmy L. Humphrey. ”Structured Packings in Liquid-Liquid Extraction”, Separation Science and Technology, 1995, vol. 30 (7-9), pp. 1139-1155.
- SKOOG, Douglas A., Donald West y James Holler. “Química Analítica”, Dtto. Federal (México): Editorial McGraw-Hill, 2001, pp.795.
- STREIFF, Felix A. y S. J. Jancic, “Use of Static Mixer Packing in Countercurrent Extraction Columns”, German Chemical Engineering, 1984, No. 7, pp. 178 – 183.
- SULZER Chemtech, “SMV mixer-packing for extraction and reaction columns”, Sulzer Brothers Limited Mixing and Reaction Technology, Suiza, 1991.
- TREYBAL, Robert E., “Extracción en Fase Líquida”, Dtto. Federal (México): Unión tipográfica Editorial Hispano Americana, 1968, Primera Edición, pp. 729.
- TREYBAL, Robert E., “Operaciones de Transferencia de Masa”, Dtto. Federal (México): Editorial McGraw-Hill, 1988, Segunda Edición, pp. 858.
- VAN NESS, Smith. “Introducción a la Termodinámica en Ingeniería Química”; México. Editorial McGraw-Hill, Segunda edición, 1989, pp. 718.
-

## Anexo N° 1. Resultados Intermedios

**Tabla N° 23. Retención Experimental de la Fase Dispersa, en el Estado Estacionario de Transferencia de Masa.**

Relación de Fases $\lambda$ ( $U_d/U_c$ ) (Adim.)	Velocidad de la Fase Continua $U_c$ (m/s)	Velocidad de la Fase Dispersa $U_d$ (m/s)	Retención Experimental ( $\phi_{d,exp} \pm 0,008$ ) (Adim.)
0,35	$9,00 \cdot 10^{-3}$	$3,15 \cdot 10^{-3}$	0,085
0,35	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$1,40 \cdot 10^{-3}$	0,048
0,45	$6,67 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$	0,078
0,55	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$2,20 \cdot 10^{-3}$	0,066
0,75	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$	0,085
1,00	$3,00 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$	0,094
1,50		$4,50 \cdot 10^{-3}$	0,170
2,00		$6,00 \cdot 10^{-3}$	0,236

**Tabla N° 24. Retención de la Fase Dispersa Experimental y Teórica**

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Retención Experimental ( $\phi_{d,exp} \pm 0,008$ ) (Adim.)	Retención Teórica $\phi_{d,teo}$ (Adimensional)					
		Modelo de Kumar y Hartland	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Seibert y Fair	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Mackowiak y Billet	Porcentaje de Desviación (%)
0,35(*)	0,085	0,197	132	0,382	349	0,093	9
0,35(**)(1)	0,048	0,068	42	0,062	29	0,041	15
0,45	0,078	0,171	119	0,465	496	0,089	14
0,55	0,066	0,110	67	0,111	68	0,065	2
0,75	0,085	0,153	80	0,186	119	0,089	5

Tabla N° 24. (Continuación) Retención de la Fase Dispersa Experimental y Teórica

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Retención Experimental ( $\phi_{d,exp} \pm 0,008$ ) (Adim.)	Retención Teórica $\phi_{d,teo}$ (Adimensional)					
		Modelo de Kumar y Hartland	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Seibert y Fair	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Mackowiak y Billet	Porcentaje de Desviación (%)
1,00 <sub>(2)</sub>	0,094	0,142	51	0,161	71	0,113	20
1,50 <sub>(3)</sub>	0,170	0,220	29	0,654	285	0,170	0
2,00	0,236	0,294	25	0,654	177	0,226	4
		VADR(%)	68	VADR(%)	227	VADR(%)	10

(1), (2), (3): Valores empleados para el cálculo de la constante C1e por el Modelo de Mackowiak y Billet

(\*)Velocidad de la Fase Continua,  $U_c = 9,00E-03$ (\*\*)Velocidad de la Fase Continua,  $U_c = 4,00E-03$ 

Tabla N° 25. Retención de la Fase Dispersa Experimental y Teórica, en la inundación.

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Retención Experimental ( $\phi_{d,exp} \pm 0,008$ ) (Adim.)	Retención Teórica $\phi_{d,teo}$ (Adim.)			
		Modelo de Mackowiak y Billet	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Streiff y Jancic	Porcentaje de Desviación (%)
0,35	0,197	0,254	29	0,372	89
0,35	0,316	0,254	20	0,372	18
0,45	0,363	0,273	25	0,401	11
0,55	0,422	0,288	32	0,426	1
0,75	0,441	0,312	29	0,464	5
1,00	0,436	-	-	0,500	-
1,50	0,462	0,363	21	0,551	19
2,00	0,564	0,382	32	0,586	4
		VADR(%)	27	VADR(%)	8

Tabla N° 26.Velocidad de Inundación Experimental y Teórica.

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Velocidad de la Fase Continua en la inundación $U_{c,fl\ exp} (m/s)$	Velocidad Teórica en la inundación Entrada $U_{c,fl} (m/s)$			
		Modelo de Kumar y Hartland	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Seibert y Fair	Porcentaje de Desviación (%)
0,35	$1,17 \cdot 10^{-2}$	$9,84 \cdot 10^{-3}$	16	$4,05 \cdot 10^{-3}$	65
0,35	$1,35 \cdot 10^{-2}$	$9,96 \cdot 10^{-3}$	26	$4,09 \cdot 10^{-3}$	70
0,45	$1,25 \cdot 10^{-2}$	$8,91 \cdot 10^{-3}$	29	$3,80 \cdot 10^{-3}$	70
0,55	$1,05 \cdot 10^{-2}$	$8,29 \cdot 10^{-3}$	21	$3,57 \cdot 10^{-3}$	66
0,75	$8,15 \cdot 10^{-2}$	$7,14 \cdot 10^{-3}$	12	$3,17 \cdot 10^{-3}$	61
1,00	$6,48 \cdot 10^{-2}$	$6,41 \cdot 10^{-3}$	1	$2,81 \cdot 10^{-3}$	57
1,50	$5,24 \cdot 10^{-2}$	$5,09 \cdot 10^{-3}$	3	$2,25 \cdot 10^{-3}$	57
2,00	$4,42 \cdot 10^{-2}$	$4,32 \cdot 10^{-3}$	2	$1,88 \cdot 10^{-3}$	58
		VADR(%)	14	VADR(%)	63

Tabla N° 27. Capacidad Máxima en la Columna de Extracción

Relación de Fases $\lambda$ (Adim.)	Capacidad máxima $B_{max} (m^3/m^2h)$				
	Experimental	Modelo de Kumar y Hartland	Porcentaje de Desviación (%)	Modelo de Seibert y Fair	Porcentaje de Desviación (%)
0,35	57,2	47,8	16	19,7	66
0,35	65,6	48,4	26	19,9	70
0,45	65,3	46,5	29	19,8	70
0,55	58,8	46,3	21	19,9	66
0,75	51,0	45,0	12	20,0	61
1,00	46,8	46,2	1	20,2	57
1,50	47,1	45,8	3	20,2	57
2,00	47,9	46,7	3	20,3	58
		VADR(%)	14	VADR(%)	63

Tabla N° 28. Densidad promedio para cada una de las corridas.

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	Entrada		Salida		Promedio		
	Densidad Fase Continua ( $\rho_c \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad Fase Dispersa ( $\rho_d \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad Fase Continua ( $\rho_c \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad Fase Dispersa ( $\rho_d \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad Fase Continua ( $\rho_c \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad Fase Dispersa ( $\rho_d \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )	Diferencia de densidades ( $\Delta\rho \pm 0,008$ ) (kg/m <sup>3</sup> )
0,35	990,400	842,300	987,330	847,920	988,865	845,110	143,755
0,35	971,660	821,480	968,160	832,050	969,910	826,765	143,145
0,45	968,710	823,530	967,920	832,940	968,315	828,235	140,080
0,55	992,436	838,924	987,512	847,788	989,974	843,356	146,618
0,75	990,192	839,764	987,160	848,808	988,676	844,286	144,390
1,00	988,800	818,344	984,896	845,724	986,848	832,034	154,814
	990,628	837,908	986,140	847,712	988,384	842,810	145,574
1,50	986,588	835,240	981,948	843,352	984,268	839,296	144,972
	990,156	836,788	985,100	847,008	987,628	841,898	145,730
2,00	992,310	837,300	985,000	847,100	988,655	842,200	146,455

Tabla N° 29. Viscosidad promedio para cada una de las corridas.

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	Entrada		Salida		Promedio	
	Viscosidad Fase Continua $\mu_c$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Dispersa $\mu_d$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Continua $\mu_c$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Dispersa $\mu_d$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Continua $\mu_c$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Dispersa $\mu_d$ (Pa*s)
0,35	$1,06 \cdot 10^{-3}$	$2,54 \cdot 10^{-3}$	$1,23 \cdot 10^{-3}$	$2,68 \cdot 10^{-3}$	$1,15 \cdot 10^{-3}$	$2,61 \cdot 10^{-3}$
0,35	$1,03 \cdot 10^{-3}$	$2,33 \cdot 10^{-3}$	$1,02 \cdot 10^{-3}$	$2,36 \cdot 10^{-3}$	$1,03 \cdot 10^{-3}$	$2,35 \cdot 10^{-3}$
0,45	$1,03 \cdot 10^{-3}$	$2,60 \cdot 10^{-3}$	$1,07 \cdot 10^{-3}$	$2,49 \cdot 10^{-3}$	$1,05 \cdot 10^{-3}$	$2,55 \cdot 10^{-3}$
0,55	$1,15 \cdot 10^{-3}$	$2,75 \cdot 10^{-3}$	$1,24 \cdot 10^{-3}$	$2,84 \cdot 10^{-3}$	$1,20 \cdot 10^{-3}$	$2,80 \cdot 10^{-3}$
0,75	$1,21 \cdot 10^{-3}$	$2,80 \cdot 10^{-3}$	$1,24 \cdot 10^{-3}$	$2,95 \cdot 10^{-3}$	$1,23 \cdot 10^{-3}$	$2,88 \cdot 10^{-3}$

Tabla N° 29. (Continuación) Viscosidad promedio para cada una de las corridas.

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	Entrada		Salida		Promedio	
	Viscosidad Fase Continua $\mu c$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Dispersa $\mu d$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Continua $\mu c$ (Pa*s)	Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	Viscosidad Fase Continua $\mu c$ (Pa*s)	Viscosidad Fase Dispersa $\mu d$ (Pa*s)
1,00	$1,14*10^{-3}$	$2,46*10^{-3}$	$1,16*10^{-3}$	$2,60*10^{-3}$	$1,15*10^{-3}$	$2,53*10^{-3}$
	$1,04*10^{-3}$	$2,44*10^{-3}$	$1,07*10^{-3}$	$2,55*10^{-3}$	$1,05*10^{-3}$	$2,49*10^{-3}$
1,50	$1,05*10^{-3}$	$2,52*10^{-3}$	$1,08*10^{-3}$	$2,82*10^{-3}$	$1,07*10^{-3}$	$2,67*10^{-3}$
	$1,09*10^{-3}$	$2,52*10^{-3}$	$1,11*10^{-3}$	$2,67*10^{-3}$	$1,10*10^{-3}$	$2,60*10^{-3}$
2,00	$1,15*10^{-3}$	$2,47*10^{-3}$	$1,16*10^{-3}$	$2,68*10^{-3}$	$1,16*10^{-3}$	$2,58*10^{-3}$

Tabla N° 30. Tensión Interfacial promedio para cada una de las corridas.

Relación de fases $\lambda$ (Adim.)	Entrada	Salida	Promedio
	Tensión Interfacial $\sigma$ (N/m)	Tensión Interfacial $\sigma$ (N/m)	Tensión Interfacial $\sigma$ (N/m)
0,35	$8,79*10^{-4}$	$8,75*10^{-4}$	$8,77*10^{-4}$
0,35	$8,79*10^{-4}$	$8,82*10^{-4}$	$8,81*10^{-4}$
0,45	$8,78*10^{-4}$	$8,91*10^{-4}$	$8,85*10^{-4}$
0,55	$8,82*10^{-4}$	$8,88*10^{-4}$	$8,85*10^{-4}$
0,75	$8,85*10^{-4}$	$9,00*10^{-4}$	$8,93*10^{-4}$
1,00	$8,79*10^{-4}$	$8,73*10^{-4}$	$8,76*10^{-4}$
	$8,80*10^{-4}$	$8,86*10^{-4}$	8,83E-04
1,50	$8,79*10^{-4}$	$8,86*10^{-4}$	8,82E-04
	$8,82*10^{-4}$	$8,88*10^{-4}$	8,85E-04
2,00	$8,82*10^{-4}$	$8,96*10^{-4}$	8,89E-04

## Anexo N° 2. Pruebas de Equilibrio

**Tabla N° 31. Resultados de las pruebas de equilibrio a 28°C.**

	N° Corrida	Tiempo (min)	Titulación		Masa de ácido succínico (g)	Densidad (g/ml)	Concentración (g/ml)	Composición (%)
			VNaOH promedio (ml)	Volumen Titulado (ml)				
<b>Titulación Fase Acuosa</b>	I B	107	3,00	2	0,0089	0,96643	0,0044	0,45
	II C	151	6,10	2	0,0180	0,96974	0,0090	0,93
	III B	193	9,10	2	0,0269	0,96981	0,0134	1,39
	IV B	609	12,30	2	0,0363	0,97109	0,0182	1,87
<b>Titulación Fase Orgánica</b>	I B	107	3,20	2	0,0094	0,83320	0,0047	0,57
	II C	151	6,40	2	0,0189	0,82810	0,0094	1,14
	III B	193	9,65	2	0,0285	0,83301	0,0142	1,71
	IV B	609	12,90	2	0,0381	0,83459	0,0190	2,28



### Anexo N° 3. Hoja de Datos para las Pruebas Experimentales

CORRIDA: 1

FECHA: 09/07/02

HORA: 7:00 am

Tiempo Estimado para alcanzar el Edo. Estacionario de T.M.: 45 min

**Tabla N° 32. Datos Iniciales (Corrida N°1).**

Temperatura en el laboratorio ( $T_{lab} \pm$ )°C	26		
Presión atmosférica en el laboratorio ( $P_{lab} \pm$ )mmHg	693		
Relación de fases emplear ( $\lambda$ )	1,00		
Velocidad superficial de la fase continua a emplear ( $U_c$ )m/s	$3 \cdot 10^{-3}$		
Velocidad superficial de la fase dispersa a emplear ( $U_d$ )m/s	$3 \cdot 10^{-3}$		
Masa del picnómetro vacío ( $M_{pv} \pm 0,0001$ )g	23,9500		
Volumen del picnómetro ( $V_p$ )ml	25		
Masa del picnómetro lleno de la Fase Orgánica parcialmente saturada ( $M_{pll \text{ fase orgánica}} \pm 0,0001$ )g	44,4086		
Masa del picnómetro lleno de la Fase Acuosa parcialmente saturada al 1% ( $M_{pll \text{ fase orgánica}} \pm 0,0001$ )g	48,6700		
Volumen de alícuota a utilizar ( $V_{sol}$ )ml	5		
Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación de la fase acuosa al 1% ( $V_{NaOH} \pm 0,1$ )ml	19,8	19,8	
Tiempo de escurrimiento para la fase orgánica inicial ( $T_{ed} \pm 0,01$ )s	37,98	37,90	37,85
Tiempo de escurrimiento para la fase acuosa inicial ( $T_{ec} \pm 0,01$ )s	14,64	14,56	14,50
Tensión Interfacial ( $\sigma \pm 0,1$ )dina/cm (valor leído a corregir)	1,8		

**Operación:** Verificación del estado estacionario fluidodinámico**Tabla N° 33. Caudales reales de la fase continua y dispersa a la entrada y salida, hasta alcanzar el estado estacionario fluidodinámico (Corrida N°1).**

Tiempo (min)	Altura leída en el rotámetro Fase Dispersa FI 100 (adim.)	Altura leída en el rotámetro Fase Continua FI 200 (adim.)	Caudal de salida de la Fase Dispersa $Q_d$ (l/min)	Caudal de salida de la Fase Continua $Q_c$ (l/min)	
Inicio con Perturbación variando el caudal de la Fase Continua					
0	37	35			
39	37	35	0,70	1,93	
60	37	35	1,20	1,98	
104	37	35	0,66	1,19	
Alcance del edo. Estacionario fluidodinámico y de transferencia de masa con la perturbación (Tiempo 0)					
Estado Estacionario fluidodinámico	104	37	40	1,56	1,22

**Operación:** Verificación del estado estacionario de transferencia de masa**Tabla N° 34. Composición de ácido succínico en la Fase Continua y Fase Dispersa, hasta alcanzar el estado estacionario (Corrida N°1).**

Muestra N°	Tiempo (min)	Fase Continua			Fase Dispersa		
		Volumen de alícuota a utilizar ( $V_{sol}$ )ml	Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación ( $V_{NaOH} \pm 0,1$ )ml		Volumen de alícuota a utilizar ( $V_{sol}$ )ml	Volumen de NaOH 0,05N gastado en la titulación ( $V_{NaOH} \pm 0,1$ )ml	
1	30	5	7,7	7,7	5	18,4	18,4
2	40	5	7,6	7,7	5	18,2	18,2
3	50	5	7,5	7,4	5	18,3	18,4
4	55	5	7,5	7,5	5	18,3	18,4
Estado Estacionario	55	5	7,5	7,5	5	18,3	18,4

**Operación:** Estado estacionario de transferencia de masa

**Tabla N° 35. Propiedades físicas de las salidas en el estado estacionario de transferencia de masa C→D (Corrida N°1).**

Masa de picnómetro lleno para la fase continua ( $M_{\text{pll fase continua}} \pm 0,0001$ )g	48,5724		
Masa de picnómetro lleno para la fase dispersa ( $M_{\text{pll fase dispersa}} \pm 0,0001$ )g	45,0931		
Constante del viscosímetro de Ostwald (K)cm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	7,43*10 <sup>-4</sup>		
Tiempo de escurrimiento para la fase dispersa ( $T_{\text{ed}} \pm 0,01$ )s	38,72	38,99	38,66
Tiempo de escurrimiento para la fase continua ( $T_{\text{ec}} \pm 0,01$ )s	14,94	14,85	14,81
Tensión Interfacial ( $\sigma \pm 0,1$ )dina/cm (valor leído a corregir)	1,5		

**Operación:** Retención de la fase dispersa luego de alcanzar el estado estacionario

**Tabla N° 36. Datos para evaluar la retención de la fase dispersa experimental (Corrida N°1).**

Altura del indicador de nivel LIT inicial(%) (en el momento de detener las entradas y salidas)	53
Altura del indicador de nivel LIT final(%) (luego de decantar la fase orgánica)	37,5
Masa del recipiente paralelepípedo vacío ( $M_{\text{RPvacío}} \pm 0,250$ )Kg	3,500
Masa del recipiente paralelepípedo lleno con fase orgánica ( $M_{\text{RPlleno}} \pm 0,250$ )Kg	6,000
Masa de picnómetro lleno para la fase dispersa ( $M_{\text{pll fase dispersa}} \pm 0,0001$ )g	45,1053
Tiempo para la decantación de la fase orgánica ( $T_{\text{retención}}$ )h	4

**Operación:** Proceso de Inundación de la columna de extracción**Tabla N° 37. Velocidades de inundación de la fase continua y dispersa experimental (Corrida N°1).**

	Entradas		Salidas		Tiempo Real T <sub>inund</sub> (min)
	Alturas en los rotámetros		Caudales a las salidas Q (l/min)		
	Estado Estacionario Fluidodinámico	Inundación	Estado Estacionario Fluidodinámico	Inundación	
Fase Continua	37	58	1,56	3,42	60
Fase Dispersa	40	53	1,22	2,40	

**Operación:** Retención de la fase dispersa en la inundación**Tabla N° 38. Datos para evaluar la retención en la inundación de la fase dispersa experimental (Corrida N°1).**

Altura del indicador de nivel LIT inicial(%) (en el momento de detener las entradas y salidas)	53
Altura del indicador de nivel LIT final(%) (luego de decantar la fase orgánica)	0
Masa del recipiente paralelepípedo vacío ( $M_{RPvacío} \pm 0,250$ )Kg	3,500
Masa del recipiente paralelepípedo lleno con fase orgánica ( $M_{RPlleno} \pm 0,250$ )Kg	11,750
Masa de picnómetro lleno para la fase dispersa ( $M_{pll\ fase\ dispersa} \pm 0,0001$ )g	45,1083
Tiempo para la decantación de la fase orgánica ( $T_{retención\ inund}$ )h	4

## Anexo N° 4: Hoja de Datos de las Pruebas de Equilibrio.

Tabla N° 39. Pruebas de Equilibrio

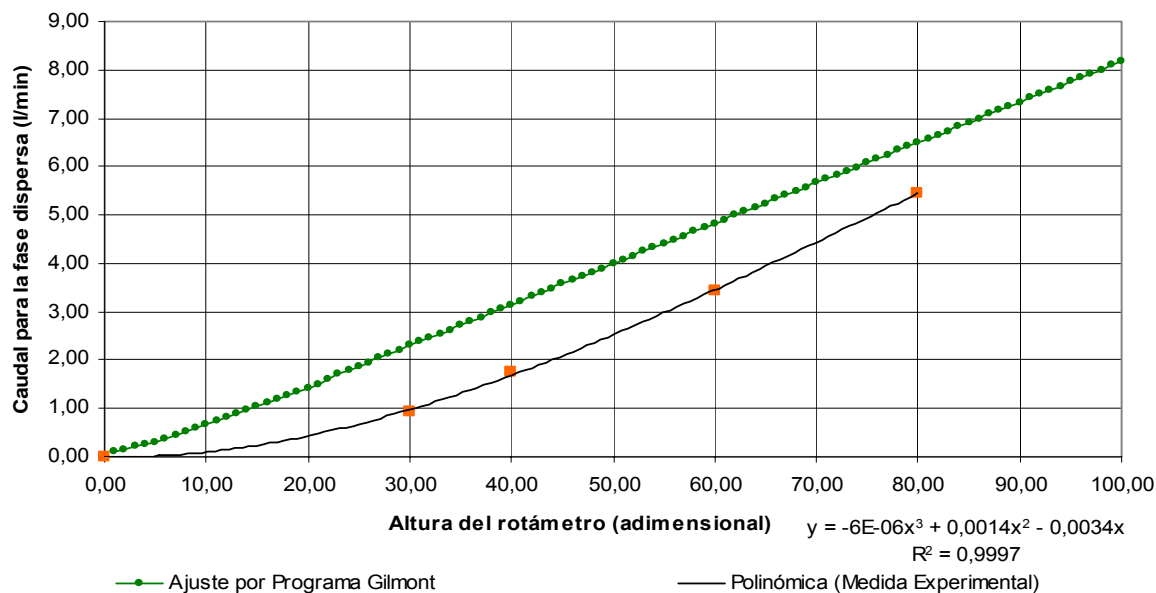
Experiencia (N°)	Tiempo (min)	Fase Orgánica			Fase Acuosa			Observaciones
		Volumen titulado (Vsol) ml	Volumen empleado (VNaOH) ml		Volumen titulado (Vsol) ml	Volumen empleado (VNaOH) ml		
I A 11/01/02	30				2	2,9	3,0	Se colocó el ácido succínico directo al reactor
	19				2	3,1	3,1	
	15				2	3,0	3,0	
	20	2	3,1	3,1	2	3,0	3,0	
Tiempo Total (min) =	84							
I B 12/01/02	60				2	2,8	3,0	Se colocó el ácido succínico en el recipiente de agua del agua fuera del reactor
	15				2	3,0	3,1	
	16				2	3,0	3,0	
	16	2	3,2	3,2	2	3,0	3,0	
Tiempo Total (min) =	107							
II A 12/01/02	30				2	5,6	6,1	Se disolvió el Ac. Succínico en el agua antes de ser introducido al reactor
	15				2	6,2	6,1	
	15				2	5,9	6,0	
	15				2	5,8	5,9	
	15	2	6,1	6,1	2	5,9	5,9	
Tiempo Total (min) =	90							
II B 14/01/02	37				2	5,7	5,8	Se agregó el Ac. Succínico directo al reactor por medio de un embudo hecho con papel bond.
	32				2	5,8	5,9	
	30				2	5,9	5,9	
	30	2	6,1	6,2	2	5,9	5,9	
Tiempo Total (min) =	129							
II C 17/01/02	121				2	6,2	6,1	
	30	2	6,4	6,4	2	6,1	6,1	
Tiempo Total (min) =	151							

Tabla N° 39. (Continuación) Pruebas de Equilibrio.

Experiencia (N°)	Tiempo (min)	Fase Orgánica			Fase Acuosa			Observaciones
		Volumen titulado (Vsol) ml	Volumen empleado (VNaOH) ml		Volumen titulado (Vsol) ml	Volumen empleado (VNaOH) ml		
III A 14/01/02	60				2	9,4	9,9	
	30				2	9,0	9,1	
	30				2	8,3	8,8	
	30				2	8,6	8,6	
	20	2	9,1	9,1	2	8,6	8,6	
Tiempo Total (min) =	170							
III B 17/01/02	60				2	9,4	9,0	
	30				2	8,6	9,0	
	39				2	8,8	8,8	
	30				2	9,1	9,1	
	34	2	9,6	9,7	2	9,1	9,1	
Tiempo Total (min) =	193							
IV A 21/01/02	300				2	11,9	12,2	Se dejó 15 minutos en la segunda etapa para que se separaran las fases
	64				2	12,2	12,1	
	60				2	12,3	12,3	
	60	2	12,7	12,7	2	12,3	12,3	
Tiempo Total (min) =	484							
IV B 22/01/02	549				2	12,5	12,6	Después de 132 minutos podemos asegurar que no hay rastros de Ácido Succínico disuelto
	30				2	12,3	12,3	
	30	2	12,9	12,9	2	12,3	12,3	
Tiempo Total (min) =	609							

## Anexo N° 5. Calibración de los Rotámetros FI-100 y FI-200

Curva de calibración para el rotámetro de entrada FI-100 (Fase Orgánica)



Curva de calibración para el rotámetro de entrada FI-200 (Fase Acuosa)

