

EXTRACCION DE FENOL EN COLUMNAS, CONTINUA Y A CONTRACORRIENTE

POR

DANIEL CARRETERO MORENO

1. *Fin y planteamiento del problema.*

De todos los procedimientos de extracción líquido-líquido, el más elegante y práctico es el continuo que no es sino una reproducción, sencillamente llevada a cabo, de la extracción en contracorriente a múltiples etapas. Este modo de ponerlo en práctica en un solo aparato, ha sido extensamente aplicado en la absorción gaseosa y muy poco en el caso que nos ocupa, porque si bien resulta económico en su inicial montaje, no lo es por las alturas tan enormes empleadas en las columnas para conseguir un pequeño contenido en el extracto.

El objeto del presente trabajo es utilizar el mismo procedimiento pero llevando además una intensa agitación que reduzca los coeficientes de película o las H T U o las HETP, con la disminución de la altura total para un determinado grado de extracción. Esta agitación se puede conseguir por muchos caminos: mediante agitador, insuflación de un gas, pulsación electrónica (5, 9, 13, 14, 15, 17, 18, 25); nosotros usaremos el sistema de pulsación mecánica, que es ajeno a la columna

y que al mismo tiempo consigue una agitación reproducible, fácil y eficaz (1, 4, 7, 11, 19, 24, 27).

El sistema empieza a tener éxito y le auguramos un magnífico porvenir, siendo el camino que prodigará el sistema continuo de extracción líquido-líquido en contracorriente.

Adelantando ideas, vemos en este procedimiento una serie de ventajas fundamentales: La columna es continua y fácilmente automática, no necesitando aparatos de control finos y delicados; la altura total se reduce a una tercera o cuarta parte (10,26) respecto a una columna igual pero sin pulsación, que llamaremos "convencional", la limpieza rápida, la complicación mecánica muy pequeña y, por tanto, las reparaciones mínimas.

El presente trabajo estudiará la influencia de las variables que después se indican en función de la altura total de la columna, o más exactamente, aunque ello es lo mismo, la influencia de las variables en función de las unidades de transmisión. Esas variables son las siguientes:

relleno, naturaleza del sistema, relación de caudales, velocidad de caudales, frecuencia, pulsación y temperatura.

Considerando el problema desde un punto de vista general y amplio, se puede hacer un estudio por análisis dimensional, para obtener una relación entre la eficacia (en este caso $H T U$) y los distintos parámetros:

a) Por el teorema de Buckingham o teorema de π :

Las variables que intervienen, en principio, en el proceso, son:

G_D = Velocidad másica de la fase dispersa, gr/h m^2 ($M L^{-2} T^{-1}$).

D = Diámetro de la columna, cm (L).

μ_D = Viscosidad de la fase dispersa, poise ($M L^{-1} T^{-1}$).

D_D = Difusividad de la fase dispersa, cm^2/seg ($L^2 T^{-1}$).

ρ_D = Densidad de la fase dispersa, gr/cm^3 ($M L^{-3}$).

Nos hemos referido a la fase dispersa porque la $H T U$ se refiere al agua.

Usando el sistema C. G. S. se tendrán $5 - 3 = 2$ ecuaciones independientes, lo que representa que tendremos dos grupos adimensionales.

Estas ecuaciones pueden ser:

$$1.^{\text{a}} \quad D = c_1 G_D^a D_D^b \mu_D^d, \quad \text{de donde } c_1 = \left(\frac{D}{G_D^a D_D^b \mu_D^d} \right),$$

adimensional.

$$2.^{\text{a}} \quad d_D = c_2 G_D^x D_D^y \mu_D^z, \quad \text{de donde } c_2 = \left(\frac{d_D}{G_D^x D_D^y \mu_D^z} \right),$$

adimensional.

Como el numerador y el denominador han de tener las mismas dimensiones, para la primera ecuación podemos escribir el siguiente sistema:

$$\begin{cases} 1 = -2a + 2b - d \\ 0 = a + d \\ 0 = -a - b - d \end{cases} \quad \left| \quad \begin{array}{l} \text{de donde: } a = -1 \\ b = 0 \\ d = 1 \end{array} \right.$$

La segunda ecuación nos lleva a:

$$\begin{cases} 1 = x + z \\ -3 = -2x + 2y - z \\ 0 = -x - y - z \end{cases} \quad \left| \quad \begin{array}{l} \text{de donde } z = 0 \\ b = -1 \\ z = 1 \end{array} \right.$$

lo cual nos permite escribir:

$$f \left(\frac{D}{G_D^{-1} D_D^0 \mu_D^1}, \frac{d_D}{G_D^0 D_D^{-1} \mu_D^1} \right) = 0$$

$$\text{c sea } f \left(\frac{D \cdot G_D}{\mu_D}, \frac{D_D d_D}{\mu_D} \right) = (\text{Re}) (\text{Sc})^{-1} = 0$$

con lo que el proceso depende del número de Reynolds y del número de Schmit, es decir $H T U = f [(\text{Re}) (\text{Sc})^{-1}]$

b) Por el método de Rayleig

La $H T U_A$ es función de G_D , D , μ_D , D_D y d_D ; es decir

$$H T U_A = f (G_D, D, \mu_D, D_D, d_D)$$

Por análisis dimensional se puede escribir, ya que la $H T U$ tiene dimensiones de longitud (L):

$$(L) = z (M L^{-2} T^{-1})^a (L)^b (M L^{-1} T^{-1})^c (L^2 T^{-1})^d (M L^{-2})^e$$

$$\text{Suma de M: } 0 = + a + e$$

$$\text{Suma de T } 0 = - a - c - d$$

$$\text{Suma de L } 1 = - 2a + b - c + 2d - 3e$$

De las dos primeras ecuaciones se deduce que $d = e$

$$c = - a - e$$

De la última ecuación se deduce que $b = 1 + a$

Conservando sólo los exponentes a y e , se puede escribir:

$$\frac{HTUA}{z} = \left[(G_D)^a (D)^{a+1} (\mu_D)^{-a-e} (D_D)^e (d_D)^e \right]$$

Con lo que se llega a:

$$\frac{HTUA}{z} = \left[\left(\frac{D G_D}{\mu_D} \right) \left(\frac{D_D}{D d_D} \right) \right] = f \left[(Re) (Sc) \right]$$

De donde se deduce que: $HTUA = x D \cdot (Re)^y (Sc)^z$

$$\text{En este caso } (Re) = \frac{D \cdot d_D \cdot a \cdot f}{\mu_D}$$

$$\text{o } (Re)' = d \cdot d_D \cdot a \cdot f / \mu_D$$

Siendo d = tamaño del relleno; $a \cdot f = [LT^{-1}]$ que es una velocidad y $(Sc) = \mu_D / d_D \cdot D_D$

Para concretar el problema fijamos ciertas condiciones —relleno, naturaleza del sistema y temperatura— y se opera en una columna de dimensiones dadas, con un material de relleno determinado a temperatura ambiente para el sistema benceno-fenol-agua, variando la frecuencia, la pulsación y los correspondientes flujos líquidos. Se han tratado soluciones acuosas diluidas en fenol, con benceno como disolvente selectivo. En la misma columna se han realizado pruebas, como después se indica, sin pulsación, es decir, trabajando como una columna "convencional".

Una de las variantes antes citadas, es la agitación o grado de turbulencia, fundamental en el caso de fenómenos en los que hay transferencia de materia y también superficie de contacto. Este índice de turbulencia se consigue en una columna corriente convencional, por la diferencia de densidades del disolvente y de la solución, diferencia que, cuando es pequeña, no es eficaz.

En las columnas pulsantes esta diferencia sigue siendo eficiente aun cuando sea del orden de 0,05 (22).

Datos de sumo interés sobre las columnas pulsantes rellenas se encuentran en los trabajos de Feick y Anderson (8) y Chantry, Von Berg y Wiegandt (3) y es curiosa la plena coincidencia de todos los autores en la preferencia de pequeñas amplitudes con grandes frecuencias sobre lo inverso, es decir, grandes amplitudes y pequeñas frecuencias. Se ha trabajado preferentemente en columnas pulsantes de platos perforados (1, 4, 7, 11, 19) y se han revisado los experimentos llevados a cabo en columnas de relleno, cuyos datos han sido publicados por Thornton (23). Una comparación de las dos técnicas de trabajo, ha sido realizada por Treibal (24) y por Von Berg y Wiegandt (27).

Resumiendo: el presente trabajo tiene por objeto la extracción de fenol en columnas pulsantes de forma continua y en contracorriente, utilizando benceno como disolvente selectivo.

2. Bibliografía

2.1 De columnas pulsantes.

- (1). BELAGA, M. W., BIGELOW, J. E., U. S. Energy Comm. *Declar Soc.* K T-133 (Enero, 1952).
- (2). BROWN, F. H., BURI, C. R., J. CHEM. Soc. 123.2430 (1923).
- (3). CHANTR, W. A., VON BERG, R. L. WIEGAND, H. F., Ind. Eng. Chem. 47, 1153 (1955).
- (4). COHEN, R. M., BAYER, G. H., Chem. Eng. Progr. 49, 279 (1953).
- (5). COPLAN, B. V., DAVIDSON, J. K., ZABROSKI, E. L., Ibid, 50, 403 (1954).
- (6). DEMO, B. V., EWING, R. *Tesis en Ingeniería Química Mass. Inst. Technol.* (1936).
- (7). ADWARDS, R. B., BAYER, G. H., A. I. Ch. E. Journal, 2, 148 (1956).
- (8). FEICK, G., ANDERSON H. M., Ind. Eng. Chem. 44, 404, (1952).
- (9). GALLO, S. C., HARTVIGSEN, B. (Standars Oil Development Co.) U. S. Pat. 2, 562, 783 (31 de julio 1951).
- (10). GOUNDRI, P. C., ROMERO, Y. M. *Proyecto de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de Cordell.* (Febrero, 1950).
- (11). GRIFFITH, W. L., JASNY, G. R., TUPPER, H. P., U. S. Atomic Energy Comm. *Declar. Doc. Rapt. AEGD*, 3440 (1952).
- (12). "Internacional Critical Tables", Vol. III P. 404, (McGraw-Hill Nueva York, 1928).

- (13). OLDEHUE, J. Y., RUSHTON, J. H., Chem. Eng. Progr., 48, 297 (1952).
- (14). PODBICLNIAK, W. J., U. S. Pat. 2.044, 996 (23 de junio 1935).
- (15). REMANN, G. H. (shell Development C.), Ibid, 2.601, 674 (24 de junio de 1952).
- (16). SCHEIBEL, E. G., Chem. Eng. Progr., 44, 681, 771 (1948).
- (17). SCHEIBEL, E. G., Ind. Eng. Chem., 42, 1947 (1950).
- (18). SCHEIBEL, E. G. KARR, A. E., Ibid., 42, 1043 (1950).
- (19). SEGE, G., WOODFELD, F. M., Chem. Eng. Progr. 50, 396 (1954).
- (20). SHERWOOD, T. K., "Absortion and Extraction" pp. 256-63. McGraw Hill, New York, 1937.
- (21). SHERWOOD, T. K., EVANS, J. E., LONGCOR, J. V. A., Trans. Am. Inst. Chem. Engrs, 35, 597 (1939)
- (22). STEPHENSON, R., Chem. Eng. Progr. 49, 340 (1953).
- (23). THORTON, J. D., Chem. Eng. Progr., Symposium Ser, 50, N.º 13, 39 (1954).
- (24). TREYBAL, R. E., "Advances in Chemical Engineering", T. B. Brew, J. W. Hoopes, Jr. eds. pp. 317-23 Academic Press. Nueva York, (1956).
- (25). VAN DIJCK, W. J. D., U. S. patent 2.011, 186 (13 agosto 1935).
- (26). VON BERG., R. L., WIEGANDT, H. F., Chem. Eng. 59 N.º 6, 200 (1952).
- (27). Ibid., 61, N.º 7, 183 (1954).
- (28). POTNIS, G. V., BIJAWAT H. C., y DORAÍSWANY, L. E., Ind. Eng. Chem., 51, N.º 5, 645-650 (1959).

2.2. De análisis de fenol.

- (29). HORIBA, S., "Memoir College Science", Kyoto Imperial University, 1, 49, (1914).
- (30). PHLIP y BRAMLEI, J., Chem. Soc. 107, 377 (1915).
- (31). PHLIP y CLARK, J., Chem. Soc. 127, 1274 (1925).
- (32). ROTHMUND y WILSMORE, Z. Physik Chem., 40, 623, (1925).
- (33). TAGLIAVINI, G., ARICH, G. y BIANCANI, M., Ann. Chimica, 45, 292 (1955).
- (34). TAGLIAVINI, G., ARICH, G. y BIANCANI, M., Chimica e Industria. XXXVII, 882 (1955).
- (35). TAKAHASHI, KIMOTO, SAKURAI, Rep. Inst. Ind. Scien. University Tokio, 5, N.º 6, 121 (1955).
- (36). HAND, D. B., J. Phys. Chem. 34, 1961 (1930).
- (37). STAVELEY, L. A. A., JEFFES, J. H. E., MOY K. A. E., Trans. Faraday Soc., 38, 5 (1943).
- (38). KOPPESCHAAR, ZTSCHR, f. anal. Ch., 15, 233, 1879).
- (39). TAGLIAVINI, G. y ARICH, G., La Ricerca Scientifica, 28, 12 diciembre (1958).

2.3. De extracción de fenol.

- (40). Dow Chemical Co., datos no publicados de Laboratorio y de la Industria.

2.4. De solubilidad benceno-agua.

- (41). WALTER y LACHMANN, Braun Rollnarch, 28, 32 (1930).
(42). Berl-Lunge (IV, 281, 1947).
(43). Hill, L. Journ. Amer. Soc. Chem. 45, 1143 (1923).
(44). KIRK-OTHMER, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 2, 423, (1948).

3. Parte experimental

3.1 Descripción del aparato

La figura 1, ilustra perfectamente el aparato que hemos utilizado para nuestro trabajo. Consiste aquél, en un tubo de vidrio de 910 mm. de longitud y 41 mm. de diámetro interior. Dicho tubo está relleno de anillos Raschig de vidrio que ocupan 810 mm. de altura en la columna, quedando ambos extremos sin relleno para conseguir una fácil separación por decantación. Las características del anillo Raschig citado son las siguientes:

Material: vidrio

Dimensiones: 7 x 7 x 0,75 mm.

Peso: 800 Kg/m³

Peso específico del sólido: 2.620 Kg/m³

Diferencia de pesos: 1.820 Kg/m³

Número de anillos: 2.920.000 por m³

El soporte del relleno es una rejilla de acero inoxidable con una superficie libre del 90 por 100, teniendo otra rejilla igual por la parte superior, disposición que han empleado otros investigadores (3,8). En ambos extremos de la columna se tiene un diámetro mayor, lo que unido a que en los mismos existe relleno, hace que ellos sirvan de decantadores. El benceno se alimenta por el fondo de la columna a través de un contador y la solución a tratar entra por la parte superior des-

pués de haber atravesado otro contador; las salidas de ambas corrientes se miden de la misma forma, incluyendo además dos controles de nivel para poder variar, según los experimentos, la fase continua y la dispersa, o viceversa.

El generador de pulsación es un émbolo de carrera variable que corre a través de un cilindro, pudiendo variar no solamente la carrera, sino también el número de emboladas por unidad de tiempo. El sistema utilizado es benceno-fenol-agua. Nos han servido de orientación los datos de equilibrio de Tagliavini y Arich (39) pero como las aguas fenólicas utilizadas en nuestro trabajo proceden de la fabricación de fenol por síntesis a partir del benceno (sulfonación de éste e hidrólisis posterior) estas aguas fenólicas llevan sulfato sódico (11 por 100) y sulfito sódico (9 por 100) disuelto, con lo que el coeficiente de reparto ha variado ligeramente. Como estos componentes son constantes, se ha determinado experimentalmente el coeficiente de reparto del fenol entre el benceno y las aguas salinas, siendo este valor 14,7 a temperatura ambiente, valor que hemos tomado y empleado en todos los cálculos.

3.2 Procedimiento

La columna se llena de fase continua, poniendo en funcionamiento el generador de pulsación a la velocidad y amplitud determinada. Las aguas fenólicas se introducen en la columna a un caudal fijado, lo mismo que el benceno, y una vez conseguidos los caudales deseados se deja funcionar la instalación durante 45 minutos, a lo largo de los cuales la columna coge el régimen deseado despreciándose hasta entonces ambas salidas. A partir de un momento dado, y continuando con el mismo régimen de marcha que en la preparación, se ponen en funcionamiento el cronómetro y los cuatro contadores de caudal.

Por si el nivel primitivo no coincide con el final, se han colocado cuatro contadores cuya misión es medir las entradas y salidas, de forma que en todos los ensayos se ha tenido un balance de materia de 1,00. El error de los cuatro contadores es menor del 0,5 por 100 e idéntico en todas las operaciones. El procedimiento de análisis empleado es el de Koppeschaar (38) modificado por nosotros ligeramente, como en su lugar indicaremos.

Todas las operaciones han durado una hora aproximadamente y los análisis, que se realizaban por partida triple, se hacían de las dos salidas y de una entrada de los líquidos de la columna, cuyas muestras se tomaban de forma que fueran completamente homogéneas, es decir, se recogían en recipientes y se agitaban perfectamente antes de tomar las muestras. El benceno de entrada estaba desprovisto completamente de fenol, con el fin de facilitar el cálculo y evitar errores. Las aguas fenólicas tenían una concentración que oscilaba entre 17-25 gr/l de fenol. El análisis del fenol en el benceno de salida se realizaba por el mismo procedimiento analítico y, a la vez, se rectificaba para separar el fenol cuyo resultado con el análisis era completamente concordante.

3.3 Datos sobre el aparato y sus características

El volumen del relleno de la columna de diámetro 41 mm. y de altura 810 mm. vale:

$$\pi \cdot 41^2 \cdot \frac{810}{4} \cdot 10^{-9} = 1,07 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3.$$

Como 1 m³. de este tipo de relleno presenta una superficie de 890 m²., el área de contacto de relleno de la columna alcanza: 1,07 x 10⁻³. x 890 m²/m³ = 0,952 m².

Por otro lado, 1.200 cm³. de agua, se han llenado de anillos Raschig 7 x 7 x 0,75 mm., desplazando éstos 212 cm³. de agua, con lo que se tienen los siguientes diámetros real y efectivo:

$$\text{vacío: } \pi \cdot \frac{d_1^2}{4} \cdot h = 1.200$$

$$\text{con anillos: } \pi \cdot \frac{d_2^2}{4} \cdot h = 1.200 - 212 = 988$$

$$\text{con lo que } d_2 = d_1 \cdot \sqrt{\frac{988}{1200}} = d_1 \cdot 0,907$$

es decir, el diámetro efectivo vale: 41 mm. 0,907 = 37,2 mm. y la sección de la columna tiene por valor:

$$\pi \cdot \frac{37,2^2 \text{ mm}^2}{4} = 1085 \text{ mm}^2 = 0,1085 \text{ dm}^2.$$

este último valor lo hemos empleado con mucha frecuencia para calcular velocidades y amplitudes "dentro" de la columna.

Con los caudales antes citados de aproximadamente $100 \text{ dm}^3/\text{h}/\text{dm}^2$ y $37 \text{ dm}^3/\text{h}/\text{dm}^2$, para las fases acuosas y bencénica respectivamente, se tienen unos tiempos de contacto o de permanencia en la columna de 280 segundos y 800 segundos para ambas fases.

3.4 Fórmulas para calcular la eficacia

La eficacia de la extracción se ha calculado, obteniendo la HTU total referida al agua. Igual se podría haber realizado calculando la HETP o el tanto por ciento extraído teniendo en cuenta las concentraciones de entrada y salida de las aguas fenólicas.

Como las soluciones son diluidas hemos empleado la siguiente fórmula:

$$HTU_{TA} = \frac{L}{(CA_1 - CA_2) / \Delta C_{lm}} \quad (1)$$

en donde L es la altura de relleno de la columna, CA_1 y CA_2 las concentraciones de entrada y salida de las aguas fenólicas y ΔC_{lm} la media logarítmica según la expresión:

$$\Delta C_{lm} = \frac{(CA_1 - CA^*_1) - (CA_2 - CA^*_2)}{2,3 \lg \frac{(CA_1 - CA^*_1)}{(CA_2 - CA^*_2)}} \quad (2)$$

siendo CA^*_1 y CA^*_2 las concentraciones en equilibrio.

La fórmula (1) obedece a la ley de la simple distribución y sus posibles errores se reflejan por igual en todas las experiencias.

De la misma forma se podría haber calculado la HTU_{TB} referida al benceno, con lo cual, las ecuaciones (1) y (2) "mutatis mutandis", quedarían de esta forma:

$$HTU_{TB} = \frac{L}{(CB_2 - CB_1) / \Delta C_{lm}}$$

$$y \Delta C_{lm} = \frac{(CB^*_1 - CB_1) - (CB^*_2 - CB_2)}{2,3 \lg \frac{(CB^*_1 - CB_1)}{(CB^*_2 - CB_2)}}$$

Si, como en nuestro caso, el benceno de entrada tiene concentración O_x , estas últimas ecuaciones quedarían así:

$$HTU_{TB} = \frac{L}{(C_{B_2} - C_{B_1}) / C_{B_1}^* - (C_{B_2}^* - C_{B_2})} \cdot \frac{C_{B_1}^*}{2,3 \lg. (C_{B_2}^* - C_{B_2})}$$

Aún sería más correcto la suma de las dos H T U, es decir:

$$HTU_{total} = HTU_{TB} + HTU_{TA}$$

pero, para facilitar el cálculo, y teniendo en cuenta que la HTU de más influencia es la del agua, todos los cálculos se han realizado con la ecuación (1), siendo las conclusiones igualmente válidas.

3.5 Programa experimental.

Si, como hemos indicado en el apartado 1, la eficacia de extracción depende de relleno, naturaleza del sistema, relación de caudales, velocidades de flujo, frecuencia y amplitud, utilizaremos una misma columna e idéntico sistema y fijados ambos, operaremos de forma que se vea la influencia de la HTU en función de la relación de caudales, velocidades de flujo, frecuencia y amplitud.

Las treinta y ocho primeras pruebas realizadas nos han servido de tanteo o preparación para estudiar la transferencia de materia, velocidades de inundación, concentración de las soluciones, etc., para obtener resultados reproducibles. Se observa que relleno más pequeño conduce a mejores extracciones. Remo y Ewing (6, 20) han conseguido HTU de 30 cm. con anillos de 12 mm. y nosotros HTU de 25 cm. con anillos de 7 mm.

Cada operación, una vez puesta la columna a régimen, se han realizado, por lo menos tres veces, llevando a cabo hasta seis operaciones en las mismas condiciones si, en alguna ocasión, los resultados no eran prácticamente reproducibles. Con todo ello, hemos adquirido la práctica suficiente para evitar errores y sacar unas conclusiones previas: por ejemplo, la extracción es más eficaz si la fase continúa la forma el benceno en una columna pulsante y la misma condición apenas influye en una columna no pulsante. (Véase Tabla I).

3.5.1 *Efectos de la frecuencia y pulsación.*

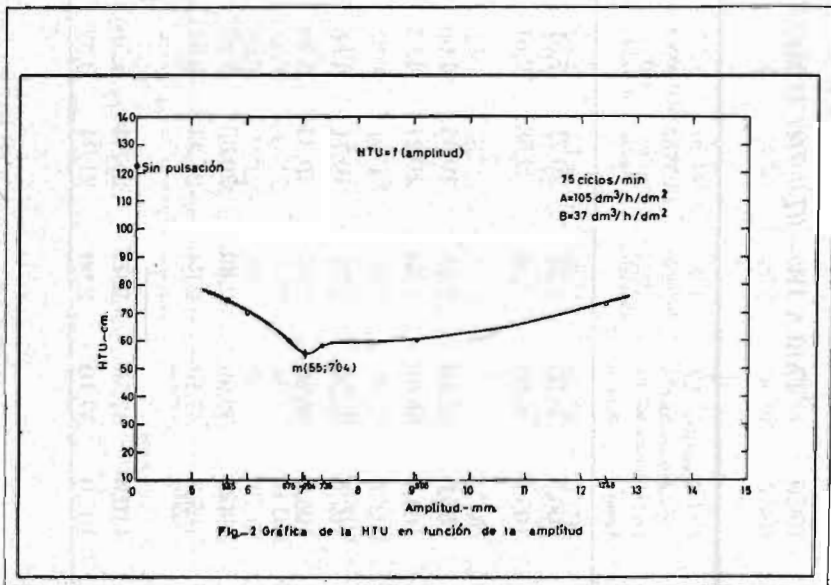
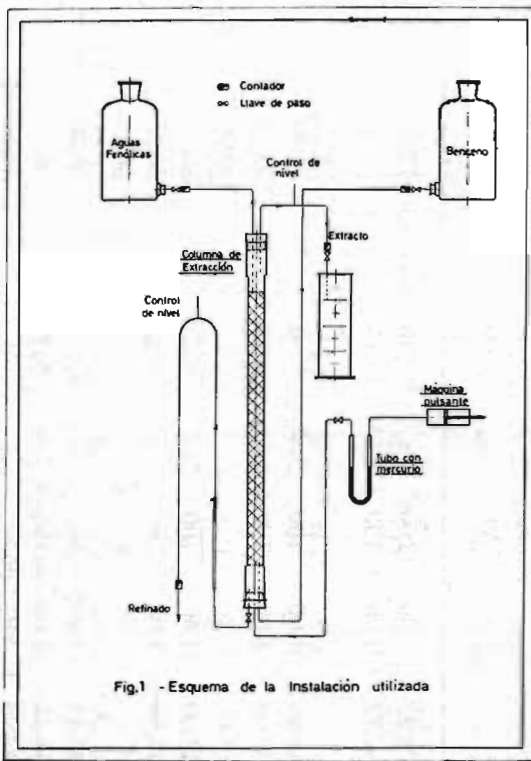
En esta serie de pruebas hemos mantenido unos caudales constantes, modificando solamente la frecuencia y la pulsación. Los caudales empleados han sido aproximadamente $100 \text{ dm}^3/\text{h}/\text{dm}^2$ y $40 \text{ dm}^3/\text{h}/\text{dm}^2$ para las fases acuosas y bencénica respectivamente, que corresponden al 30 por 100 de las velocidades de inundación.

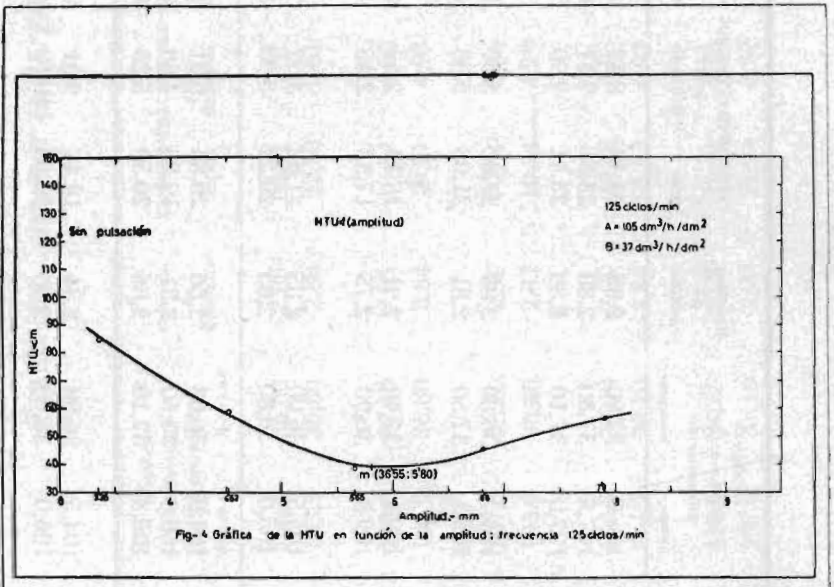
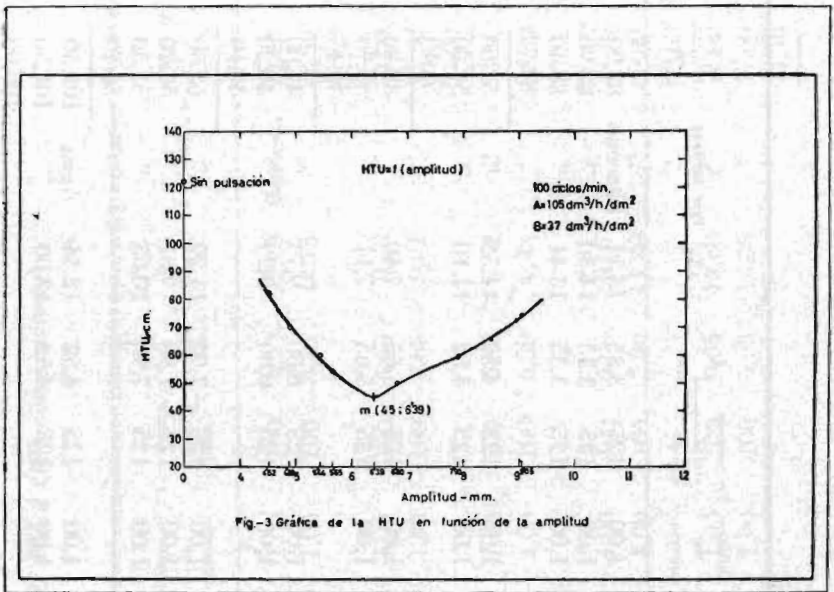
Para comparar las HTU conseguidas en una columna pulsante con las obtenidas en una columna convencional, se realizan las pruebas 38 a 40, teniendo un mismo valor de 122 cm., tanto si la fase continua es el benceno o las aguas fenólicas. Dichos valores están reflejados en la Tabla I y figuras 2, 3, 4 y 5.

Después, y manteniendo todo constante, se realizan pruebas a 25, 50, 75, 100, 125 y 150 pulsaciones/minuto, variando las amplitudes entre 2,25 y 18,10 mm. Estos valores se refieren a las amplitud "dentro" del relleno, que han sido hallados por cálculo, es decir, para una posición dada de la corredera del generador pulsante, se ha medido la amplitud en la parte sin relleno de la columna y se ha calculado la producida en el relleno. Queremos observar que la amplitud aun para la misma embolada, varía con la frecuencia, ya que el tubo en U con mercurio amortigua la pulsación; por tanto, para cada frecuencia se ha medido la amplitud independientemente.

Los ensayos hasta el número 83, se realizan a frecuencias de 25 y 50 ciclos/minuto variando las correspondientes amplitudes, obteniendo resultados no reproducibles, para la frecuencia de 25 ciclos/minuto, por lo que se rechazan y en consecuencia, para este sistema, no es posible emplear frecuencias inferiores a 50 ciclos/minuto. Ello se debe a que a pequeña frecuencia, que comunica poca agitación al sistema y gran amplitud, —para paliar el anterior inconveniente— existe, entonces, evacuación grande de líquido no consiguiendo por ello, el equilibrio práctico.

Otra serie de pruebas se realizan a la frecuencia de 75 ciclos/minuto y con amplitudes de 5'65, 7'35, 10'72 y 12,45 mm., cuyos resultados se reflejan en la Tabla II y figura 2. A la vista de ellos, se observa que la HTU disminuye al aumentar la amplitud hasta llegar a un valor mínimo, para aumentar después cuando se la amplitud adquiere valores mayores. Este esquema general, se reproduce en los siguientes ensayos.





existiendo, por consiguiente, para un sistema, caudal, relleno y frecuencia dados, un valor óptimo de la amplitud que es muy interesante.

Los ensayos siguientes se refieren a la frecuencia de 100 ciclos/minuto y con amplitudes de 4,52, 5,65, 6,80, 7,80 y 9,05 mm., valores reflejados en la Tabla III y figura 3. Vemos, igualmente, que el fenómeno sigue la pauta anterior, pero es de notar que la amplitud óptima es menor que antes.

Las operaciones con frecuencia de 125 ciclos/minuto y 150 ciclos/minuto a diferentes amplitudes están reflejadas en las Tablas IV y V y figuras 4 y 5.

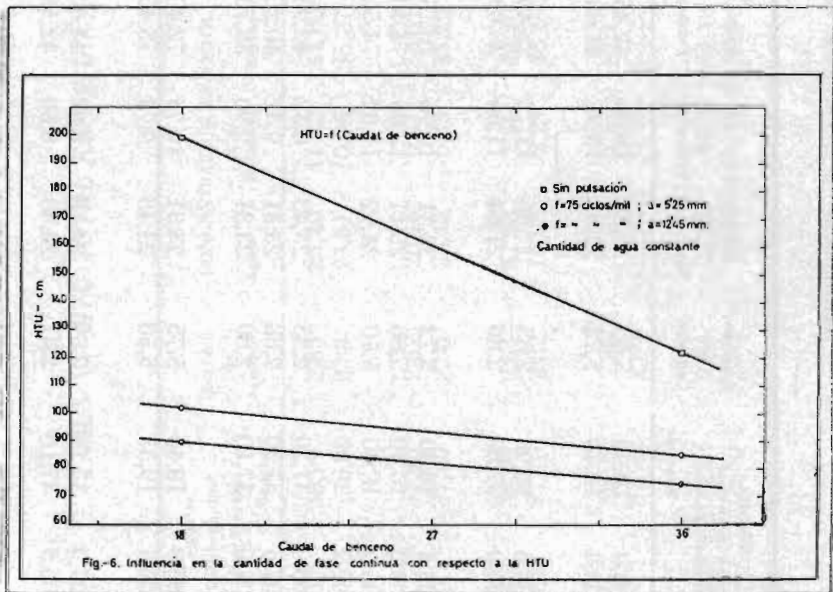
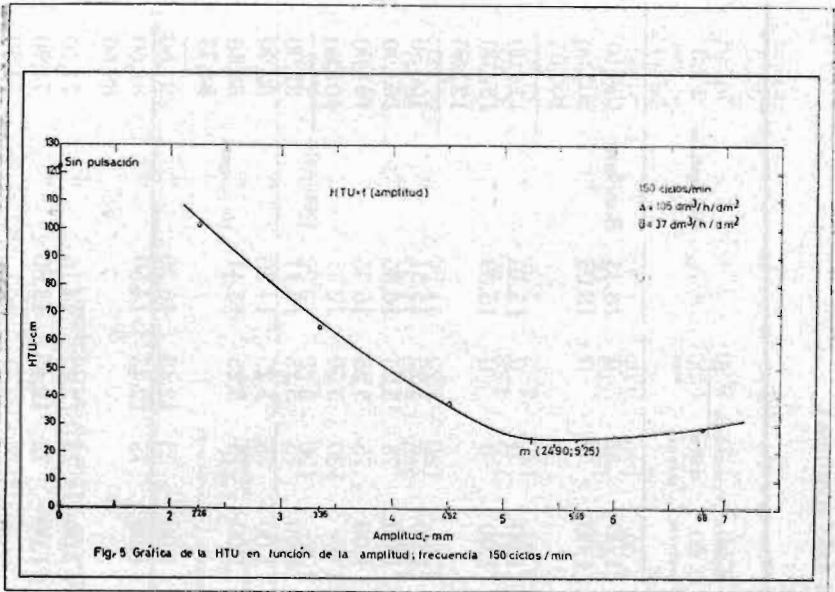
Hasta aquí, se ha estudiado la frecuencia y la amplitud en relación con la HTU. A la vista del hábito de las curvas (véase figuras 2, 3, 4 y 5) vemos que existe un fenómeno con mínimo. Todo proceso físico-químico en donde hay un mínimo, obliga a pensar en la existencia de dos fuerzas antagónicas y contrarias, de las cuales, en principio, una es inferior a la otra creciendo hasta anularla para después rebasarla. La anulación se refleja en el mínimo, las ramas de la curva indican preponderancia de una de las fuerzas.

Al principio, estamos en presencia de una agitación que a medida que aumenta la amplitud (a frecuencia constante), dicha agitación es mayor con lo que se produce una disminución en el valor de la HTU. Esta mayor agitación lleva consigo la formación de diminutas gotas que determinan una mayor transferencia de materia por aumentar la superficie de contacto; pero a medida que la amplitud rebasa esos límites óptimos y nos vamos acercando a energías de pulsación elevadas, se llega a conseguir un depósito excesivo de fase dispersa, es decir, ha ocurrido una "inundación" de fase dispersa en la fase continua, con lo que la transferencia de materia y el contacto entre las fases es menor, obteniendo, en consecuencia, mayores valores de HTU.

En el apartado 4, obtendremos una fórmula que da, para este sistema, la relación entre la frecuencia y la amplitud óptima, así como una ecuación que relaciona la HTU con las mismas variables.

3.5.2 *Influencia del cambio de la fase continua (intersustitución de fase)*

En una columna no pulsante no tiene influencia, para los mismos caudales, la variación de fases, es decir, el que la fase continua sea benceno o aguas fenólicas apenas influye en el valor de HTU. Por



el contrario este factor tiene influencia decisiva en una columna pulsante. Una vez demostrado prácticamente que en nuestro caso se consiguen mejores extracciones cuando la fase continúa que llena la columna es el benceno, vamos a comparar los resultados obtenidos variando el caudal de la fase continúa, tanto en una columna convencional como pulsante. La Tabla VI y Fig. 6 dan los valores obtenidos si, manteniendo constante la fase acuosa, se varía la fase continúa. En ellas vemos que en una columna no pulsante la influencia es superior al 60 por 100, mientras que en una pulsante sólo alcanza el 20 por 100, cuando se dobla la fase continua.

3.5.3 *Influencia de la variación de caudales.*

Otra serie de ensayos nos han llevado a confeccionar las Tablas VII, VIII, IX y X, referente a considerar la influencia de la HTU dependiente de la relación de caudales. Estas tablas están representadas en las Figs. 7, 8, y 9 en donde, además se han reflejado los valores de la Tabla X, relativo a una columna no pulsante.

Según esta Tabla se concluye:

1.º) Que a medida que aumenta la relación de gastos, aumenta el valor de la HTU.

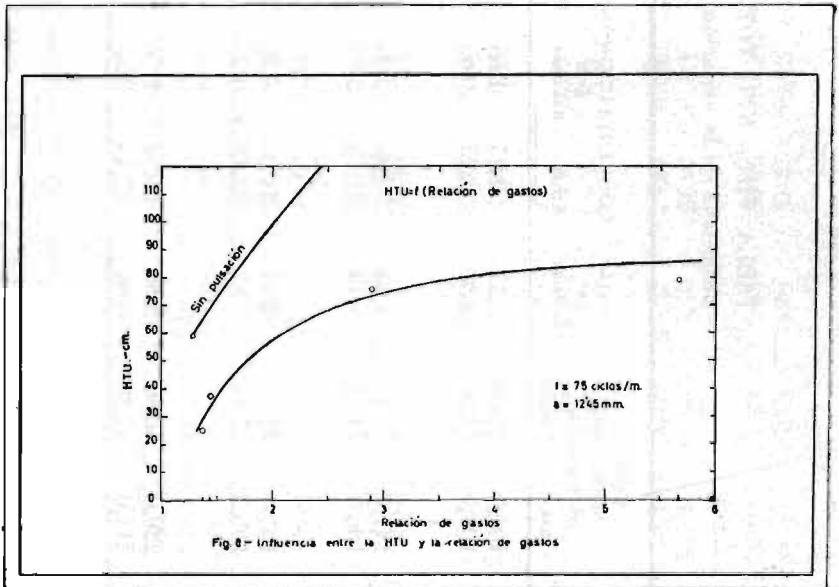
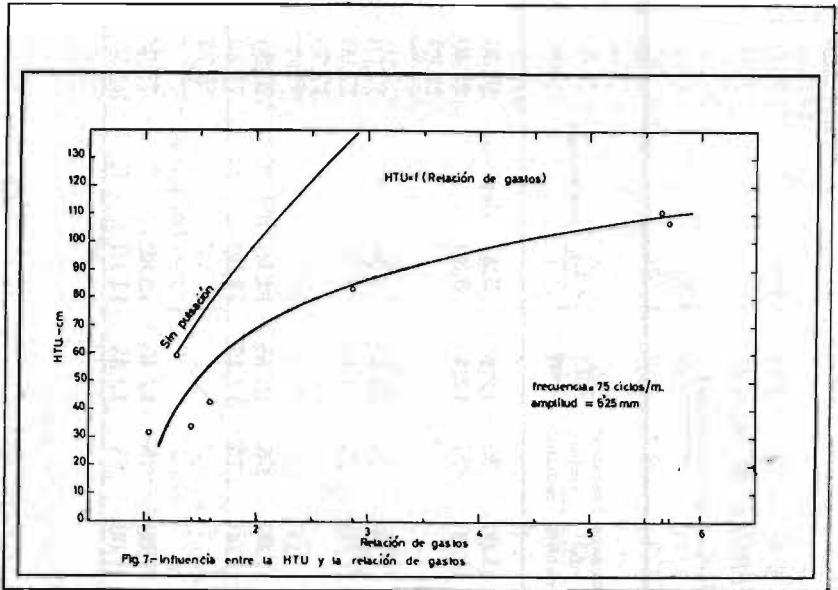
2.º) Que para una misma relación de caudales, se obtiene un valor de la HTU menor, si el caudal del disolvente aumenta, por efecto de la solubilidad.

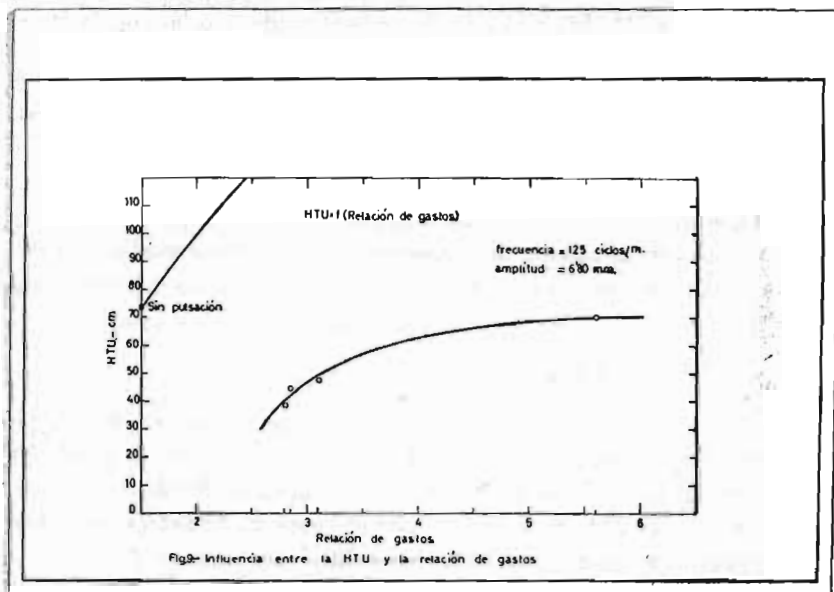
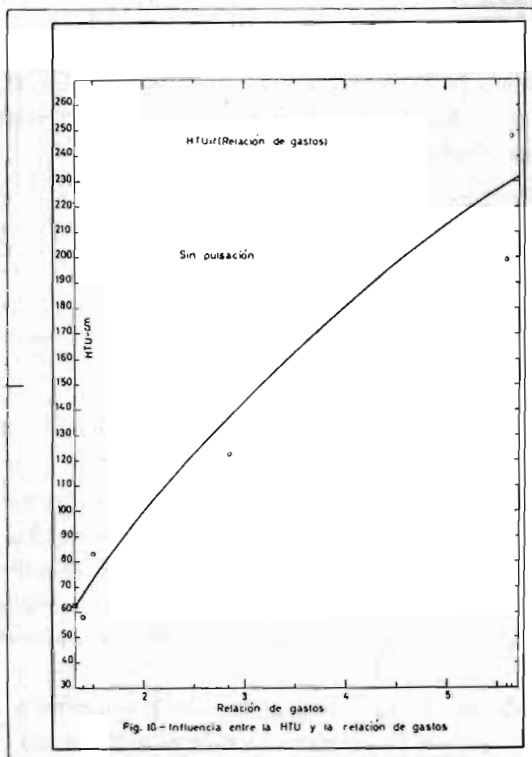
La Tabla VII y Fig. 7, se refieren a la relación de la variación de caudales, para frecuencias de 75 ciclos minuto y amplitudes de 5,22 mm. y la Tabla VIII y Fig. 8, para la misma frecuencia y el valor de 12,45 mm. de amplitud. Por ello deducimos que:

1.º) A medida que aumenta la relación de gastos, aumenta el valor de la HTU.

2.º) Para una misma relación de caudales, se obtiene una HTU menor, si el caudal del disolvente aumentó, por efecto de la solubilidad.

3.º) La influencia de la variación de caudales en una columna pulsante es menor que en una columna convencional.





Por último la Tabla IX y Fig. 9, consignan el mismo fenómeno para la frecuencia de 125 ciclos/minuto y a las tres conclusiones anteriores podemos añadir:

4.º) Para mayores frecuencias la influencia de la variación de la relación de caudales, sobre el valor de la HTU, es menor que para frecuencias pequeñas

4. *Elaboración de resultados.*

Se ha calculado la HTU según la ecuación (1), de todas las pruebas, reflejándose dichos valores en las Tablas.

El valor de la HTU no es el exacto correspondiente a este sistema, sino que da el grado de extracción conseguido. La fórmula (1) se refiere a la HTU total referida al agua, que es el que más influencia tiene en el valor de la HTU integral. Una mayor eficacia de la columna nos conduce a un valor menor de la HTU, o dicho de otro modo cuanto menor sea la HTU, más número de unidades de transmisión contiene la columna y dado una altura de la columna a menor valor de la HTU, es como si la columna fuera más alta, de más pisos.

A guisa de ejemplo, vamos a detallar el cálculo de la operación 84 (Tabla II). Idéntico cálculo se ha llevado a cabo con las trescientas pruebas.

4.1 *Cálculos analíticos.*

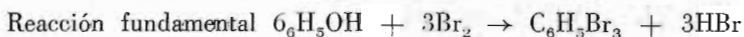
Los análisis de las aguas fenólicas y del benceno de salida se ha realizado por el método de Koppeschaar, ligeramente modificado por nosotros para evitar errores. Indiquemos a continuación ambos procedimientos:

a) *Método de Koppeschaar*

Se echan 25 cm³ de solución problema en un matraz aforado de 500 cm³. Se añaden 100 cm³ de solución de cloruro bórico al 20 por ciento, se agita, se diluye hasta enrasar y se filtra en dos filtros corrientes y en uno de 242. Se cogen 25 cm³ de muestra filtrada y se llevan a un frasco con tapón esmerilado de un litro que contiene 200 cm³ de

agua y 10 cm.³ de solución de bromo N/2. Se acidifica con 50 cm.³ de ácido clorhídrico al 20 por ciento y se cierra inmediatamente el matraz. Se agita bien y se deja en reposo durante cuarenta y cinco minutos, refrigerándolo con agua. La solución debe permanecer coloreada de amarillo.

Se añaden, rápidamente, 20 cm.³ de solución de yoduro potásico al 10 por ciento y se cierra, inmediatamente el frasco. Se agita bien y, después de cinco minutos de reposo, se valora el yodo en exceso por el método acostumbrado del tiosulfato sódico N/10 y almidón:



$$\text{equivalencias: } \frac{C_6H_5OH}{6} = Br = I = S_2O_3''.$$

Cálculos: (volumen de Br N/10 corregido como volumen de

$$\text{Br N/1 volumen de } Na_2 S_2O_3 \text{ corregido) } \frac{0.094}{6} \times \frac{500}{25} \times \frac{1000}{25} =$$

=volumen Br N/10 corregido correspondiente al Br N/2 = volumen $Na_2 S_2O_3$ corregido) 1,254 gr/l.

b) Modificación del método anterior.

El método actual es igual, pero para evitar la constante variación en el factor del agua de bromo, se valora la muestra en blanco cuyo gasto de la solución de tiosulfato la llamaremos K, con lo cual la fórmula anterior se convierte en:

(K — volumen de $Na_2 S_2O_3$) 1,2450 f, en gr/l (3) siendo f el factor de la solución de tiosulfato que antes también intervenía en el cálculo.

4.1.1 Análisis de la alimentación CA_1

Aplicando la ecuación (3) a las aguas fenólicas de entrada se tienen los siguientes valores para la operación 84.

$$K = 50,6 \text{ cm.}^3$$

$$V = 31,1 \text{ cm.}^3$$

$$f = 0,9943.$$

con lo que sale:

$$1.254 (50,6 - 31,1) \cdot 0,9943 = 12,18 \text{ gr/l.}$$

4.2.1 *Análisis del refinado CA₂*

Idéntico procedimiento, pero en lugar de tomar 25 cm.³ que nos daría un resultado final con un error del 2 por ciento, se toman 100 cm.³ con lo que la fórmula (3) queda así:

$$(K - V) \cdot f \text{ en gr/l.}$$

Para la operación 84, se tiene:

$$K = 50,6 \text{ cm.}^3$$

$$V = 22,8 \text{ cm.}^3$$

$$f = 0,9943$$

$$\text{o sea, } 0,3135 (50,6 - 22,8) \cdot 0,9943 = 8,68 \text{ gr/l.}$$

4.1.3 *Análisis del extracto, CB₂*

La salida del benceno, se realiza por dos métodos, el anteriormente indicado y la rectificación del benceno y fenol.

a) El método de análisis químico es igual al descrito en 4.1.1 pero tomando 10 cm.³ de muestra y diluyendo hasta 1.000 cm.³ de los que se cogen 25 cm.³ La fórmula (3) queda así:

$$6,27 (K - V \cdot f) \text{ en gr/l.}$$

Para el ensayo número 84, se tiene:

$$6,27 (50,6 - 43,5) \cdot 0,9943 = 24,60 \text{ gr/l.}$$

b) El método de análisis físico se realiza así:

Sobre un matraz de dos litros de capacidad se monta una columna de 50 cm. de cuerpo útil (ref. Afora 2552) con reflujo. Al calderín se echan 1.000 cm.³ de extracto que pesan 884 gr. y rectificando se tiene:

1) 962 cm.³ de benceno (840 gr.) de 0,46 gr/l de fenol (analizado como luego diremos).

2) 44,5 gr. de fenol de punto de congelación 38,40°C. = 90,38 por ciento. Cuyo balance de material es la unidad:

El extracto tiene, por consiguiente, la siguiente concentración:

$$0,9938 \cdot 44,5 + 0,962 \cdot 0,46 = 44,67 \text{ gr/l.}$$

que está en perfecto acuerdo con 44,60 gr/l. obtenido por análisis químico.

La concentración del benceno rectificado se ha calculado tomando 25 cm.³ de muestra directamente, con lo que la ecuación (3) queda así:

$$0,063 (K - V) \cdot f \text{ en gr/l.} \quad (6)$$

y para la operación 84, toma el siguiente valor:

$$0,063 (47,7 - 40,2) \cdot 0,9943 = 0,47 \text{ gr/l.}$$

4.2 Mediciones.

La operación 84 ha durado 58 minutos y 15 segundos, con lo cual, por la columna han pasado:

11.290 cm.³ de aguas
3.910 cm.³ de benceno

que corresponde a

$$\frac{11.290 \text{ dm.}^3 \cdot 60 \text{ minutos/hora}}{58,25 \text{ minutos}} = 117 \text{ dm.}^3/\text{h/dm.}^2$$

y 3.910 dm.³, que corresponden a 37,10 dm.³/h/dm.²

La relación de gastos es, por consiguiente:

$$\frac{11290}{3910} = 2,89$$

y las condiciones operatorias:

75 ciclos/minuto y
5,65 mm. de amplitud.

4.3 Cálculos.

Según lo anterior se tiene:

$$\begin{aligned}
 CA_1 &= 24,18 \text{ gr/l} \\
 CA^*_1 &= 1,64 \text{ ''} \\
 CA_2 &= 8,68 \text{ ''} \\
 CA^*_2 &= 0,59 \text{ ''} \\
 CB_1 &= 0 \text{ ''} \\
 CB_2 &= 44,60 \text{ ''}
 \end{aligned}$$

Aplicando la fórmula (1), por partes tendremos:

$$\Delta C_{lm} = \frac{(24,18 - 1,64) - (8,68 - 0,59)}{2,3 \log \frac{(24,18 - 1,64)}{(8,68 - 0,59)}} = 14,12 \text{ gr/l}$$

$$HTU = \frac{14,12 \text{ gr/l } 81 \text{ cm.}}{(24,18 - 8,68) \text{ gr/l}} = 73,79 \text{ cm.}$$

Con objeto de ordenar la presentación de los cálculos, vamos a realizar lo anterior, de forma simplificada, referente a la prueba número 117 (Tabla IV).

Esta operación tiene las siguientes características:

Caudal de la fase acuosa	104,2	dm. ³ /h/dm. ²
Caudal de la fase bencénica	36,80	''
Concentración de la alimentación, CA ₁	21,82	gr/l.
Concentración de la alimentación, en equilibrio, CA [*] ₁	1,48	''
Concentración del refinado, CA ₂	5,87	''
Concentración del refinado en equilibrio, CA [*] ₂ ..	0,40	''
Concentración del disolvente, CB ₁	0	''
Concentración del extracto, CB ₂	45,15	''
Frecuencia	125	ciclos/minuto
Amplitud	4,52	mm.
Fase continua	Benceno	

Calcularemos:

- Relación de caudales
- Balance de materia
- Media logarítmica de concentraciones
- H T U

$$a) \frac{104,2}{36,80} = 2,83$$

$$b) \frac{104,2 (21,82 - 5,87)}{36,80 \cdot 45,15} = 1,00$$

$$c) \Delta C_{lm} = \frac{(C_{A_1} - CA^*_1) - (C_{A_2} - CA^*_2)}{2,3 \log \frac{(C_{A_1} - CA^*_1)}{(C_{A_2} - CA^*_2)}}$$

$$\Delta C_{lm} = \frac{(21,82 - 1,48) - (5,87 - 0,40)}{2,3 \log \frac{(21,82 - 1,48)}{(5,87 - 0,40)}} = 11,34 \text{ gr/l}$$

$$d) HTU = \frac{L \cdot \Delta C_{lm}}{CA_1 - CA_2} = \frac{81 \text{ cm. } 11,34 \text{ gr/l}}{(21,82 - 5,87) \text{ gr/l}} = 57,60 \text{ cm.}$$

4.4 Fórmulas que rigen el fenómeno

Teniendo en cuenta todas las variables constantes a excepción de la frecuencia y amplitud, hemos considerado, hasta ahora, el proceso cualitativo estableciendo una relación entre frecuencia, amplitud y H T U.

En este apartado vamos a estudiar la citada relación de forma cuantitativa, para el sistema agua-fenol-benceno y para ello consideramos constantes: el relleno, el sistema, los caudales, su relación y la temperatura.

Hemos indicado antes, que los gráficos se componen de dos ramas, una descendente y otra ascendente, unidas por un mínimo, existiendo, por consiguiente, dos fuerzas antagónicas que en este punto se igualan.

Nuestras fórmulas, que dan la relación entre frecuencia, amplitud y HTU, se refieren a la rama descendente, hasta el mínimo. En di-

cha rama el fenómeno es perfectamente reproducible por depender de la agitación que también es reproducible, no ocurriendo lo mismo en la zona de la rama ascendente ya que al depender de la inundación de la fase dispersa en la continua, la agitación no es reproducible.

Si se dibujan, en papel semi-logarítmico, las amplitudes óptimas frente a las frecuencias correspondientes, se obtiene la figura 11, que tiene la siguiente forma:

$$f = \alpha + \beta \log a_n \quad (7)$$

en donde α y β son constantes dependientes del sistema caudal, temperatura y naturaleza del relleno. Ello indica que la amplitud óptima es función exponencial de la frecuencia. Según esto, la HTU depende del producto frecuencia x amplitud, para cualquier valor individual de la frecuencia o de la amplitud.

En la figura 12 se ha representado la HTU en función de la frecuencia, a amplitud constante, y en la figura 13 se ha dibujado la HTU frente al producto $f \cdot a$, que es el producto de las figuras 2, 3, 4 y 5 por la figura 12. Por ésta se ve que la HTU, es función lineal de la frecuencia y como ésta es función exponencial de la amplitud óptima (ecuación 7), la HTU resulta serlo también.

Además, la figura 13 señala un mínimo para la HTU frente al producto $f \cdot a$, dando un límite sobre la pulsación que no hace aumentar la eficacia y que define una condición óptima. Chantry, Berg y Wiegant (3) han demostrado que para los sistemas benceno-ácido acético-agua, metilisobutilcetona-ácido acético-agua y acetato de etilo-ácido acético-agua, existe la misma ecuación (7) con distinto valor para las constantes, siendo la amplitud inversamente proporcional al cuadrado de la frecuencia.

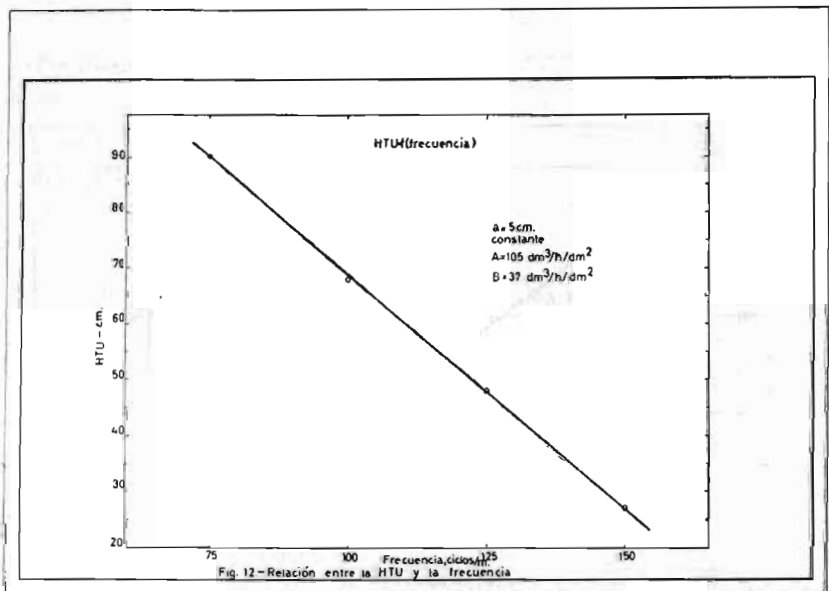
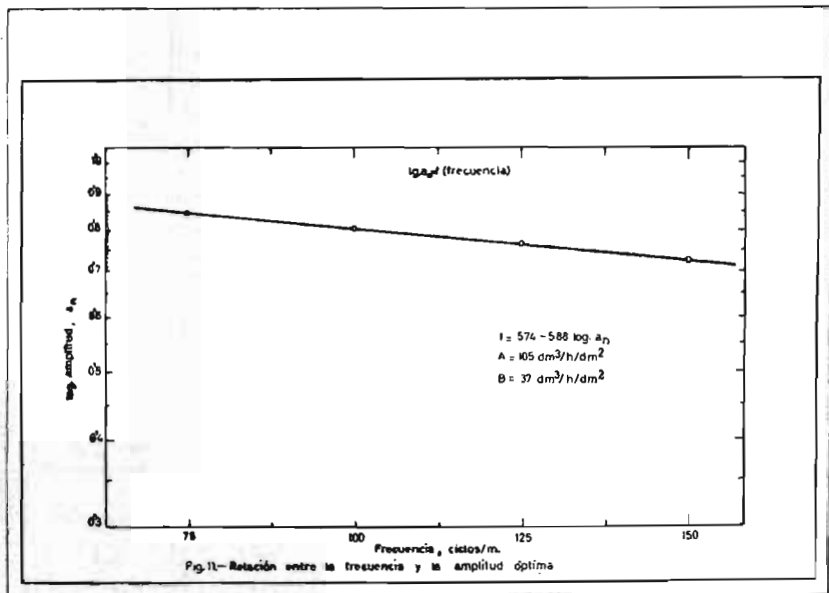
Para el caso que nos ocupa y teniendo en cuenta el cuadro I:

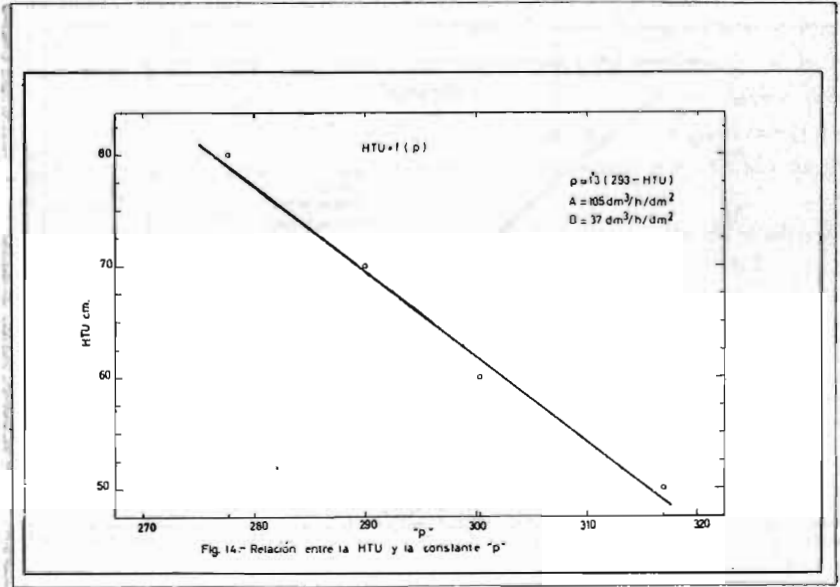
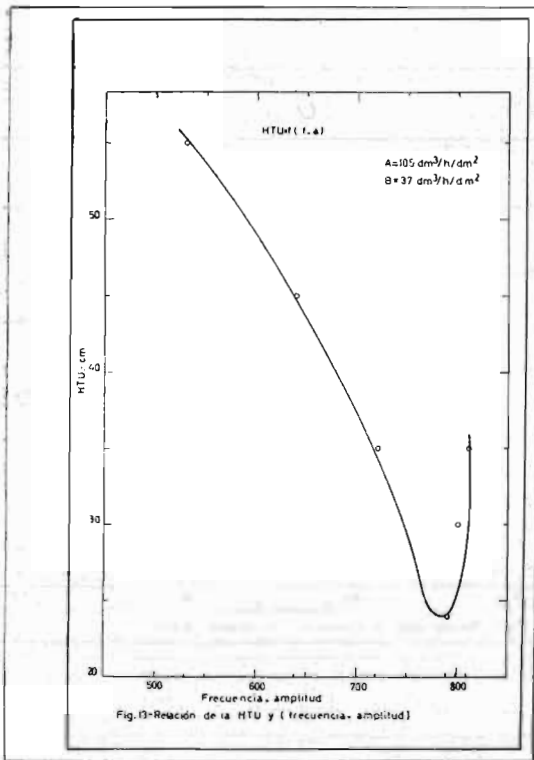
CUADRO I

f c/min	a_n , mm	$\log a_n$	HTU, cm.
75	7,04	0,848	55
100	6,39	0,805	45
125	5,78	0,762	35
150	5,25	0,720	24

la ecuación (7) toma la siguiente forma:

$$f = 574 - 588 \log a \quad (8)$$





Si la ecuación (7), da una relación exponencial entre la frecuencia y la amplitud óptima, cabe pensar también que existe una relación similar exponencial entre la frecuencia y la amplitud para un valor constante de la HTU. Representando frecuencia frente a amplitud, a HTU constante, obtendremos una ecuación de la siguiente forma:

$$f = p + s \log a \quad (9)$$

en donde p y s , son consonantes y a representa la amplitud en función de la frecuencia f , para una HTU dada.

Para HTU = 60 cm., podemos escribir el siguiente cuadro II:

CUADRO II

f , c/min	a , mm	$f \cdot a$	$\log a$	HTU, cm
75	6,75	506	0,83	60
100	5,44	544	0,74	60
125	4,45	555	0,65	60
150	3,69	555	0,55	60

quedando la ecuación (9) así:

$$f = 303 - 276 \log a$$

para HTU = 60 cm. y para el sistema benceno-fenol-agua, que nos ocupa.

Si se realiza lo mismo para HTU = 70 cm. formaremos el cuadro III:

CUADRO III

f	a	$f \cdot a$	$\log a$	HTU
75	6,00	450	0,778	70
100	4,88	488	0,689	70
125	3,96	495	0,598	70
150	3,05	459	0,484	70

con lo cual la ecuación (9) queda:

$$f = 290 - 276 \lg a$$

que nos permite deducir que de las constantes p y s de la ecuación (9), la primera es dependiente de la HTU, mientras que la s es independiente

de la misma. Vamos a relacionar la dependencia entre la HTU y la constante p :

Para ello representamos los valores de HTU de la ecuación (9) en coordenadas rectangulares frente a los valores de p (figura 14), obteniendo una ecuación en la que aparecen otras dos constantes, esta ecuación es:

$$p = q (r - HTU) \quad (10)$$

que nos relaciona el valor de p en función de la HTU, como antes apuntábamos.

Con los valores p y HTU, obtenemos analíticamente los valores de q y r que son, respectivamente 1,30 y 293; con lo cual la ecuación (10) toma la siguiente forma:

$$p = 1,3 (293 - HTU) \quad (11)$$

(La figura 14 se ha representado con los valores del cuadro IV).

CUADRO IV

p	HT , cm.	q	r
317	50	1,3	293
303	60	1,3	293
290	70	1,3	293
277	80	1,3	293

Por último, las ecuaciones (9) y (10) conducen a una ecuación que relaciona las características pulsantes con la HTU, que es el motivo final de nuestro trabajo para el sistema benceno-fenol-agua, esta ecuación es:

$$f = q (r - HTU) + s \lg a \quad (11)$$

cuyas constantes ya calculadas, da:

$$f = 1,30 (293 - HTU) - 276 \cdot \log a \quad (12)$$

para un caudal y tipo de relleno definido.

4.5 Condiciones óptimas y límites de validez.

En el apartado 3.5.1 se indicaba que por debajo de 50 ciclos/minuto, los resultados no eran concordantes, por lo que el fenómeno-

no es enteramente reproducible, debido a que para tener una eficacia elevada había que suministrar al sistema amplitudes mayores con lo que no se consigue un equilibrio práctico, por evacuación grande de líquido en cada embolada. Indudablemente el fenómeno se reproduce para estas frecuencias con amplitudes mayores, pero entonces la eficacia de extracción disminuye considerablemente.

La figura 15, está dibujada con los valores de la Tabla XI y dichos valores se han obtenido después de repetidos ensayos, lo que afirma que el fenómeno no es perfectamente reproducible; si bien estos valores, para la frecuencia de 75 ciclos/minuto, satisfacen las fórmulas, podemos asegurar que el límite de frecuencias para la validez de la ecuación (12) están en los 50 ciclos/minuto.

Queremos repetir también, que dichas fórmulas se refieren a la rama descendente hasta el mínimo, que es cuando el sistema tiene unas características constantes.

Se han realizado ensayos a 175 y 200 ciclos/minuto cuyas tablas XII y XIII están representadas en las figuras 16 y 17. El fenómeno sigue la misma pauta que en otras ocasiones pero el mínimo de la curva adquiere mayores valores, es decir, que la amplitud óptima, a_n , da una HTU mayor que para la frecuencia de 150 ciclos/minuto.

Comparemos los valores de frecuencia, amplitud óptima y producto de ambos valores con la HTU mínima para las frecuencias de 125, 150, 175 y 200 ciclos/minuto cuyos valores están reflejados en la figura 13.

El producto de frecuencia por amplitud tiene un valor aproximadamente de 770, pudiendo formar el siguiente cuadro:

CUADRO V

Frecuencia ciclos/minuto	Amplitud óptima mm.	F . a_n	HTU, cm.
125	5,78	720	35
150	5,25	790	24
175	4,54	800	30
200	4,05	810	35

El mínimo corresponde a la frecuencia de 150 ciclos/minuto, es decir, para valores superiores a esta frecuencia, aunque el fenómeno sigue con su mismo hábito, la eficacia disminuye y por tanto para va-

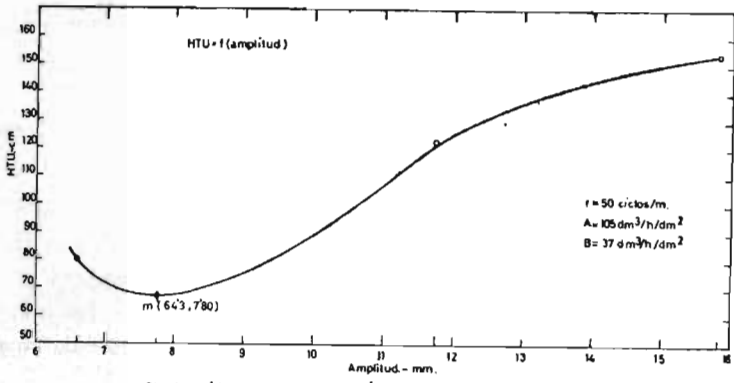


Fig. 15.- Gráfica de la HTU en función de la amplitud.

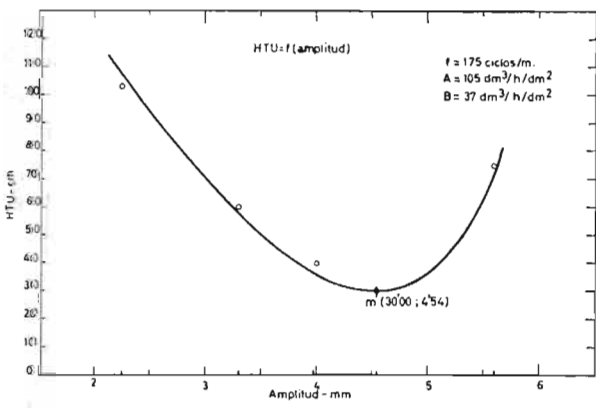


Fig. 16.- Gráfica de la HTU en función de la amplitud.

lores de frecuencia superiores a los 150 ciclos/minuto la eficacia decrece y las fórmulas obtenidas no se ajustan a la realidad exactamente. Y para valores de frecuencia inferiores a los 150 ciclos/minuto la eficacia también disminuye. (Véase tabla XIV).

Resumiendo, se tiene: los límites de frecuencia para el sistema benceno-fenol-agua están comprendidos entre 50 y 200 ciclos/minuto, siendo la frecuencia de 150 ciclos/minuto la óptima, es decir, con la que se consiguen mayores extracciones.

Vamos a definir ahora los límites de la amplitud a una frecuencia dada y su condición óptima:

Para una frecuencia dada el límite superior de la amplitud es cuando se cumple que $a = a_n$, siendo a_n la amplitud óptima, es decir, con la que se consigue una HTU mínima. Esta amplitud óptima se calcula, para el sistema benceno-fenol-agua con la ecuación (8) y una vez ballada se puede obtener con la ecuación (12) la HTU mínima correspondiente.

El límite inferior de la amplitud se puede fijar teóricamente, ya que la frecuencia y amplitud son nulas cuando la HTU es igual a la HTU obtenida sin pulsación.

Aunque la ecuación (11) no se puede aplicar en condiciones no pulsantes, vamos a utilizarla, dando un valor a la frecuencia definido y positivo, con lo cual se obtiene una HTU que en este caso corresponderá a una HTU_{sp} sin pulsación. Es decir, la HTU_{sp} obtenida según Tabla I, se sustituye en la ecuación (12) y dada una frecuencia, se obtiene una amplitud que será a_{sp} , sin pulsación; por lo tanto, para cada frecuencia, no se puede utilizar la ecuación (12) para amplitudes mayores que la a_{sp} obtenida. La amplitud es generalmente muy pequeña, aumentando la eficacia en un 5 por ciento sobre los valores no pulsados a amplitudes más pequeñas que a_{sp} .

Vamos a calcular ahora los intervalos de amplitud según lo arriba indicado para las frecuencias 75, 100, 125 y 150, que corresponden a las amplitudes de la rama descendente. Como hemos indicado anteriormente, tomamos el valor de la HTU_{sp} sin pulsación igual a 122 cm., y para el caso de 75 ciclos/minuto, según la ecuación (12) se tiene:

$$75 = 1,3 (293 - 122) - 276 \cdot \log a$$

de donde $a = 3,42$ mm.

El límite superior de la amplitud viene dado por la ecuación (8) que, para esta frecuencia de 75 ciclos/minuto, tiene el siguiente valor:

$$75 = 574 - 588 \log a$$

de donde $a_n = 7,06$ mm.

El cuadro V, resume los límites de la amplitud para las frecuencias que se citan siguiendo el cálculo anterior, en donde a_n representa el límite superior que coincide con la amplitud óptima y a_p es el límite inferior:

CUADRO VI

f	a_n	$\log a_n$	a_p	$\log a_p$
75	7,06	0,848	3,42	0,53
100	6,39	0,805	2,75	0,44
125	5,78	0,763	2,23	0,348
150	5,25	0,725	1,81	0,257

cuyos límites, repetimos, coinciden con la rama descendente de las figuras 2, 3, 4 y 5.

Los cuadros I y V dan, para las distintas frecuencias, las HTU mínimas en función de las amplitudes correspondientes, según las ecuaciones (8) y (12). Para comprobar ambas ecuaciones, realizamos una serie de experimentos que están reflejados en la Tabla XIV, con lo que se puede admitir perfectamente la ecuación (12) ya que está en completo acuerdo con las pruebas experimentales.

4.6 Balance de materia.

Por último, para terminar este estudio, vamos a realizar un balance completo de materia que nos permita contrastar la pérdida de benceno y fenol que se va en el extracto.

Considerando que este trabajo cae dentro de la Ingeniería Química donde se admiten errores hasta del 10 por ciento, no queremos pasar por alto lo anteriormente indicado, si bien es de resaltar que las solubilidades mutuas que haremos mención no son datos seguros por su pequeñez.

A continuación indicamos una serie de datos, tomados de la Bibliografía, que comprueban la disparidad de resultados llevados a cabo por varios investigadores sobre las solubilidades mutuas del benceno y del agua.

Así, Walther y Lachmann (41) dan como solubilidad del benceno en el agua a 20°C, 0,17 por 100. Berl-Lunge (42) da: 0,082 volúmenes de benceno en 100 volúmenes de agua a 20°C, lo que representa 0,07 por ciento en peso, valor que no concuerda en absoluto con el anterior.

Por lo que respecta a la solubilidad del agua en el benceno, Hill (43) da a 25°C, 0,073 por ciento y otros autores (44) 0,05 por ciento y 0,057 por ciento a 18°C y 20° C respectivamente. Berl-Lunge (42), sin embargo, a 20°C da como solubilidad 0,211 volúmenes de agua en 1.000 volúmenes de benceno, que corresponde a 0,024 por ciento en peso.

Los cuadros siguientes dan la solubilidad mutua del benceno y agua en presencia de fenol y estando presente sulfito sódico (9 por ciento) y sulfato sódico (11 por ciento). Dichas tablas se han obtenido mediante análisis y por consideraciones teóricas.

Como las soluciones empleadas son muy diluidas respecto al contenido de fenol, la solubilidad sigue una ley lineal, a temperatura constante, por lo que hemos determinado el agua contenida en un benceno con riquezas del 1 por ciento, 3 por ciento y 5 por ciento en fenol. La representación de estos puntos es una recta, por lo que los demás valores se han determinado por cálculo. El análisis de este agua se ha llevado a cabo por retención con cloruro cálcico. Los valores se encuentran consignados en la Tabla A y han sido contrastados por el trabajo de Tagliavini y Arich (loc. cit.)

Los valores de la Tabla B no son tan seguros. Hemos partido del mismo principio, es decir, la solubilidad del benceno en agua es función lineal del contenido en fenol, a temperatura constante, y siendo aproximadamente la mitad de la solubilidad del agua en el benceno, hemos extrapolado a diluciones pequeñas para conseguir los valores consignados. No hemos encontrado un método eficaz y seguro de laboratorio para obtener y determinar el benceno contenido en el agua.

Tabla A. solubilidad del agua en benceno a 20°C, en presencia de fenol, sulfito sódico y sulfato sódico.

<u>Fenol % peso</u>	<u>Benceno % peso</u>	<u>Agua % peso</u>
0,00	99,93	0,07
0,50	99,36	0,14
1,00	98,82	0,18
1,50	98,28	0,22
2,00	97,74	0,26
2,50	97,20	0,30
3,00	96,66	0,34
3,50	96,12	0,38
4,00	95,58	0,42
4,50	95,04	0,46
5,00	94,50	0,50
5,50	93,96	0,54
6,00	93,42	0,58
6,50	92,88	0,62
7,00	92,34	0,66
7,50	91,80	0,70
8,00	91,26	0,74

Tabla B. Solubilidad del benceno en el agua a 20°C, en presencia de fenol, sulfito y sulfato sódicos.

<u>Fenol % peso</u>	<u>Benceno % peso</u>	<u>Agua % peso</u>
0,00	0,04	99,96
0,50	0,08	99,42
1,00	0,10	98,90
1,50	0,12	98,38
2,00	0,14	97,86
2,50	0,16	97,34
3,00	0,18	96,82
3,50	0,20	96,30
4,00	0,22	95,78
4,50	0,24	95,26
5,00	0,26	94,74

Con la ayuda de las tablas anteriores, vamos a calcular la influencia de las solubilidades mutuas en la operación número 117, tomando como base la unidad de peso:

Agua: entrada:

$$104,2 \text{ dm.}^3/\text{h}/\text{dm.}^2 \cdot 1,085 \text{ Kg}/\text{dm.}^3 = 104,2 \text{ dm.}^3/\text{h}/\text{dm.}^2 \cdot 21,82 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/\text{dm.}^2 = 111,9 \text{ Kg}/\text{dm.}^2/\text{h.}$$

salida:

$$104,2 \cdot 1,090 \cdot 0,995_6 + 36,80 \cdot 0,890 \cdot 0,00_5 = 113,1$$

Benceno: entrada:

$$36,80 \cdot 0,878 = 32,3_0.$$

salida:

$$36,80 \cdot 0,890 \cdot 0,943_6 + 104,2 \cdot 1,090 \cdot 0,000_8 = 31,0_4.$$

Para la operación número 84, resulta asimismo lo siguiente:

Agua: entrada

$$107,0 \cdot 1,087 = 107,0 \cdot 24,8 \cdot 10^{-3} = 113,7.$$

salida:

$$107,0 \cdot 1,085 \cdot 0,991_5 + 37,10 \cdot 0,889 \cdot 0,00_6 = 115,3.$$

Benceno: entrada:

$$37,10 \cdot 0,878 = 32,5_0.$$

salida:

$$37,10 \cdot 0,889 \cdot 0,955_6 + 107,0 \cdot 1,085 \cdot 0,000_9 = 31,6.$$

Por último queremos hacer notar que este trabajo ha tenido aplicación inmediata en una instalación de síntesis de fenol por sulfonación habiendo pasado por una planta piloto con capacidad para tratar 20 Tm. de aguas/mes, y siendo finalmente proyectada una instalación capaz para tratar 500 Tm/mes, que actualmente funciona y recupera 6 Tm. mensuales de fenol 99-100 por ciento. El proyecto de ambas plantas ha tenido como base fundamental la superficie de contacto y el tiempo de permanencia de las dos fases dentro de la columna pulsante, es decir, nos hemos basado prácticamente en el número de Reynolds (Re), ya que el número de Froude (Fr) y el de Newton (Ne) eran despreciables.

Adjuntamos un esquema de la planta que recupera 6 Tm. de fenol/mes de concentración 99-10 por ciento, queriendo hacer notar que la pérdida total de benceno asciende al 0,5 por ciento sobre las aguas

tratadas, correspondiendo el 0,1 por ciento al efecto de la solubilidad de éste en el refinado y el 0,4 por ciento a pérdidas por evaporación. Estos valores representan una pérdida total de 0,4 Kg. por Kg. de fenol recuperado, siendo aproximadamente 0,08 Kg. por Kg. de fenol por efecto de la solubilidad y 0,32 Kg./kg. de fenol recuperado por pérdidas de evaporación. El aparato 66 y 67 (figura 18) son colector y refrigerante de salmuera para paliar la citada evaporación, habiéndose reducido la pérdida por evaporación a la tercera parte.

5. Conclusiones.

Resumiendo en este apartado todo lo que hemos venido diciendo a lo largo de este trabajo, tanto original como de comprobación de otros autores, se tiene:

1.^a La eficacia en la extracción líquido-líquido, en una columna a contracorriente depende:

- a) de la relación de caudales de ambas fases.
- b) de la velocidad de flujo.
- c) de la agitación.

2.^a En el caso del sistema benceno-fenol-agua, la extracción es mayor si la fase continua es benceno, cuando se trata de una columna pulsante.

3.^a Para el mismo sistema no tiene influencia el cambio de fase, si se trata de una columna no pulsante.

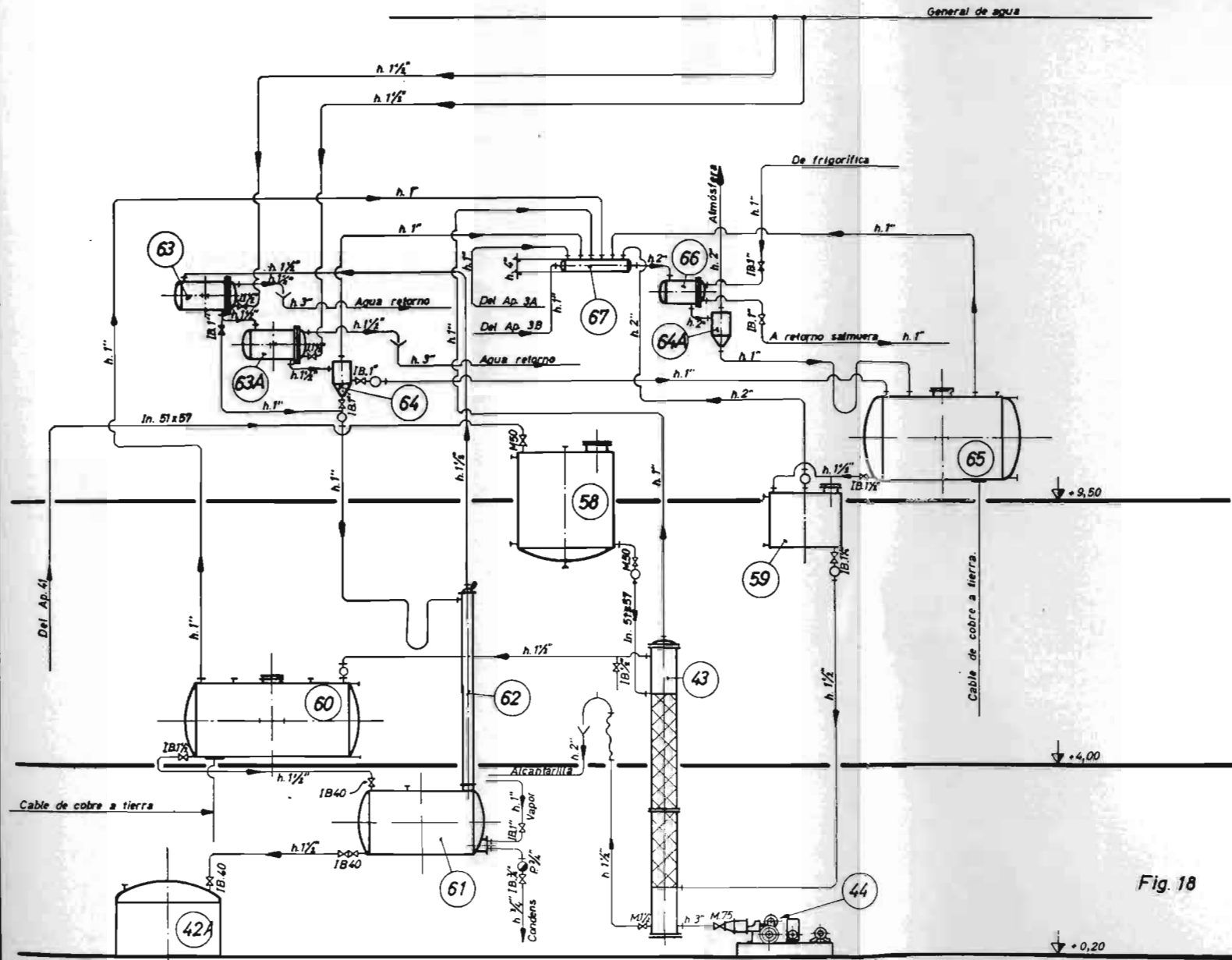
4.^a Para el citado sistema y columnas pulsantes, existe una ley que se cumple en el intervalo de frecuencia de 50-200 ciclos/minuto, estando regida dicha ley por la ecuación (12):

$$f = 1,30 (293 - HTU) - 276 \cdot \log a$$

5.^a Para el sistema que nos ocupa y columnas pulsantes, la frecuencia y la amplitud óptima (correspondiente a una HTU mínima) están relacionadas por la ecuación (7):

$$f = 574 - 588 \log a_n$$

6.^a La máxima extracción para el sistema que nos ocupa, corresponde a la frecuencia de 150 ciclos/minuto, cuando la amplitud es de 5,25 mm.



7.ª Para el citado sistema el rendimiento de extracción o eficacia es función lineal de la frecuencia y exponencial de la amplitud, en el intervalo considerado.

8.ª La influencia de la variación del caudal del disolvente sobre la eficacia de extracción, es elevada en una columna no pulsante y pequeña en una columna pulsante.

9.ª Respecto a la relación de gastos podemos confirmar:

a) Columna no pulsante:

A mayor relación de gastos, menor eficacia.

A igualdad relación de gastos, si el caudal del disolvente aumenta, se obtiene mayor extracción.

b) Columna pulsante:

A mayor relación de gastos, menor eficacia; pero no con tanta influencia como en una columna no pulsante.

A igualdad relación de gastos, si el caudal del disolvente aumenta, se obtiene mayor eficacia de extracción.

La variación de la relación de gastos, influye menos que en una columna no pulsante, siendo esta influencia menor para mayores frecuencias.

Las conclusiones primera, octava y novena comprueban la experimentación de otros autores, para diferentes sistemas del aquí tratado y las restantes conclusiones son originales.

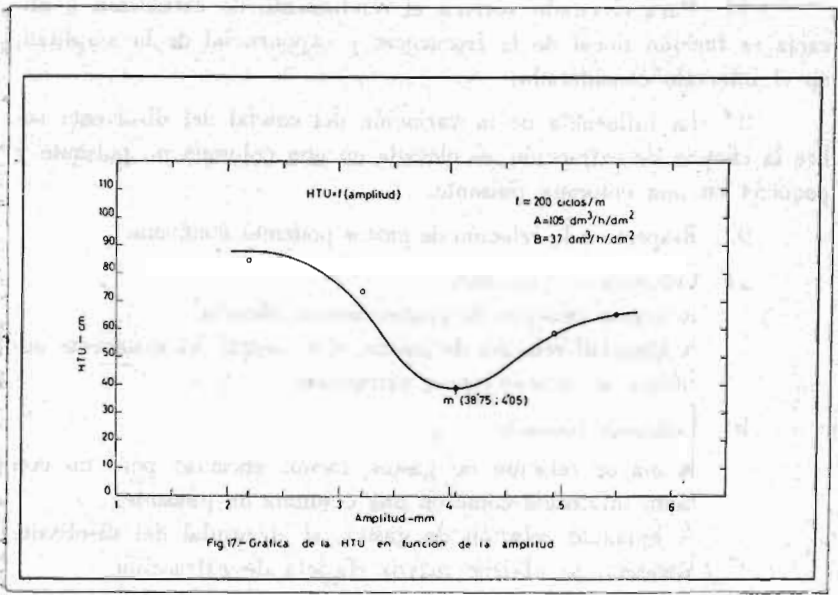


Fig.17.-Gráfica de la HTU en función de la amplitud

6. Nomenclatura.

a	= Amplitud (distancia entre las posiciones extremas de cada embolada o impulso "dentro" del relleno) en mm.
a_n	= Amplitud para una HTU mínima, dada una frecuencia en mm.
a_{sp}	= Amplitud para cuando $HTU = HTU_{sp}$ en la ecuación(12).
C	= Concentración en fenol, gr/l.
C*	= Concentración en equilibrio, gr/.
	= Media logarítmica de concentración, gr/l.
CA	= Concentración en gr/l. de fenol de la fase acuosa.
CA ₁	= Concentración en gr/l. de fenol de la alimentación.
CA* ₁	= Concentración en gr/l. de fenol de la alimentación, en equilibrio.
CA ₂	= Concentración en gr/l. de fenol del refinado.
CA* ₂	= Concentración en gr/l. de fenol del refinado, en equilibrio.
CB	= Concentración en gr/l. de fenol del disolvente.
ΔC_{lm}	= Concentración en gr/l. de fenol en la fase bencénica.
CB ₁	= Concentración en gr/l de fenol del disolvente.
CB* ₁	= Concentración en gr/l. de fenol del disolvente, en equilibrio.
CB ₂	= Concentración en gr/l. de fenol del extracto.
CB* ₂	= Concentración en gr/l. de fenol del extracto, en equilibrio.
f	= Frecuencia de pulsación, en ciclos/minuto.
GA	= Caudal de la fase acuosa, en $dm.^3/h/dm.^2$
GB	= Caudal de la fase bencénica, en $dm.^3/h/dm.^2$
HTU	= Altura de una unidad de transmisión, en cm.
HTU _{min}	= Altura de una unidad de transmisión mínima, en cm.
HTU _{sp}	= Altura de una unidad de transmisión en una columna pulsante o "convencional".
HTU _{TA}	= HTU total referida al agua.
HTU _{TB}	= HTU total referida al benceno.
L	= Altura de relleno de la columna, en cm.
p, q, r, s	= Constantes.
α, β	= Constantes.
1 (subíndice)	= Condiciones de entrada.
2 (subíndice)	= Condiciones de salida.

RESUMÉ

L'auteur utilise les colonnes pulsées pour l'extraction de phénol en solutions aqueuses, en usant del benzène comme un solvant selectif et rapporte l'efficacité d'extraction avec les variables qui interviennent dan cette operation unitaire en obtenant pour le systeme cité de très bonnes conditions. Finalment il cite l'aplication de cet étude à une instalation manufacturière après avoir experimenté en une plante pilote.

SUMMARY

The author uses pulsed columns for the extraction of water solutions of phenol using benzene as a selective disolvent and compares the extraction efficiency with the variables that take place in this unit operation, obtaining for the quoted system the best of conditions. Lastly he quotes the application of this study to a factory installation after experimenting in a pilot plant.

KURZREFERAT

Der Erfinder gebraucht die Pulsierkolonnen zum Extraction des Phenol in wässrig Lösung; dabei benützt er Benzol als ausgesuchtes Lösemittel und benieht die Wirksamkeit der Extraction dem Veränderlichen die teilnehmen dass bei dieser einheitlichen Operation mit dem angeführten System die beste Beschffenheit erreicht wird. Endlig gibt der Erfinder die Verwendung dieser Arbeit an einer fabrikmässigen Einrichtung an nach dem Experiment an einer Pilot-Anlage.