

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA  
Facultad de Ingeniería  
Departamento de Ingeniería Química



**Puesta en marcha de la línea de recuperación de solventes  
en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, para  
recuperar reactivos usados en prácticas de laboratorio**

Trabajo de graduación presentado por José Roberto Corado Sesam  
para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química

Guatemala,

2021



UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA  
Facultad de Ingeniería  
Departamento de Ingeniería Química



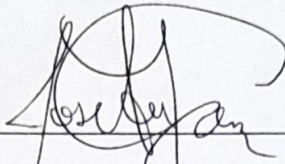
**Puesta en marcha de la línea de recuperación de solventes  
en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, para  
recuperar reactivos usados en prácticas de laboratorio**

Trabajo de graduación presentado por José Roberto Corado Sesam  
para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química

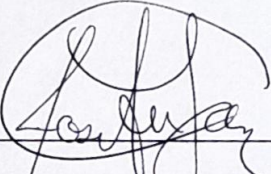
Guatemala,

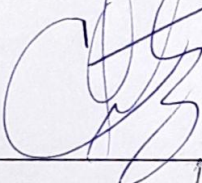
2021

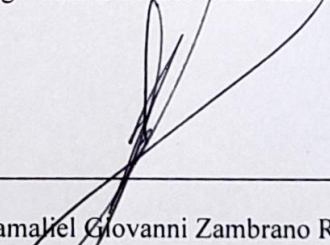
Vo. Bo.

(f)   
MA. Ing. Jose Andrés Lam Ceballos

Terna examinadora

(f)   
MA. Ing. Jose Andrés Lam Ceballos

(f)   
MSc. Ing. Carmen Alicia Ortiz Pineda

(f)   
Msc. Ing. Gamaliel Giovanni Zambrano Ruano

Fecha de aprobación: Guatemala, 6 de diciembre de 2021



# CONTENIDO

I.	INTRODUCCIÓN.....	1
II.	OBJETIVOS.....	2
III.	JUSTIFICACIÓN.....	3
IV.	MARCO TEÓRICO.....	4
	A. Ácido acético.....	4
	1. Descripción.....	4
	2. Métodos de obtención.....	4
	B. Éter dietílico.....	7
	1. Descripción.....	7
	2. Propiedades físicas y químicas.....	7
	C. Balances de masa y energía.....	8
	1. Balances de masa.....	8
	2. Balances de energía.....	9
	D. Recuperación de disolventes.....	12
	1. Disoluciones.....	12
	2. Descripción de la recuperación de disolventes.....	12
	3. Destilación.....	14
	E. Sensores.....	16
	1. Sensores de temperatura.....	16
	F. Manuales de usuario.....	17
	G. Puesta en marcha de equipos, precomisionamiento y comisionamiento.....	18
	H. Automatización.....	18
	1. Lazos de control.....	18
	I. Estadística.....	19
	1. Media.....	19
	2. Varianza.....	19
	3. Desviación estándar.....	19
	4. Margen de error con media poblacional desconocida.....	20
	5. Propagación de incertidumbre.....	20
V.	ANTECEDENTES.....	22
VI.	METODOLOGÍA.....	23
	A. Materiales.....	23
	1. Listado de materiales utilizados durante la elaboración del trabajo.....	23
	B. Metodología.....	24

1.	Verificación de fugas del equipo.....	24
2.	Calibración de RTD ( <i>Resistance Temperature Detector</i> , por sus siglas en inglés).....	24
3.	Verificación de fugas en el sistema de agua de enfriamiento .....	25
4.	Instalación de una válvula de drenado de agua de enfriamiento .....	25
5.	Caudal máximo de agua de enfriamiento.....	26
6.	Prueba de calentamiento con etanol .....	26
7.	Separación de éter dietílico y ácido acético .....	27
8.	Determinación de la densidad del residuo .....	29
9.	Dibujo del diagrama del equipo .....	29
10.	Elaboración del manual de usuario .....	30
VII.	RESULTADOS.....	31
A.	Verificación del funcionamiento de componentes de la unidad de recuperación de solventes .....	31
1.	Curvas de calibración de las RTD respecto a un termómetro de referencia.....	31
2.	Registro de temperaturas de manta de calentamiento, balón principal y columna de destilación para verificar el funcionamiento del calentador. ....	32
3.	Funcionamiento del condensador.....	34
B.	Resultados del balance de masa y energía.....	34
C.	Esquema y diagrama del proceso .....	38
D.	Manual de usuario .....	39
VIII.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....	40
IX.	CONCLUSIONES .....	43
X.	RECOMENDACIONES .....	45
XI.	BIBLIOGRAFÍA.....	46
XII.	ANEXOS.....	48
A.	Anexo 1: Imágenes de la realización del trabajo de graduación.....	48
B.	Anexo 2: Datos originales .....	51
C.	Anexo 3: Cálculos de muestra .....	68
D.	Anexo 4: Análisis de error.....	73
E.	Anexo 5: Datos calculados intermedios .....	75
F.	Anexo 5: Manual de la Unidad de Recuperación de Solventes .....	85
XIX.	GLOSARIO.....	85

## LISTADO DE CUADROS

Cuadro 1. Propiedades físicas y químicas del ácido acético.....	4
Cuadro 2. Propiedades físicas y químicas del éter dietílico.....	7
Cuadro 3. Porcentajes de recuperación de diferentes técnicas de recuperación de disolventes en la industria	13
Cuadro 4. Instrumentos de medición utilizados durante la elaboración del trabajo. ....	23
Cuadro 5. Reactivos utilizados durante la elaboración del trabajo. ....	23
Cuadro 6. Masa de agua de enfriamiento requerida para condensar el éter recuperado, y calor (Q) que es necesario remover en un proceso que utiliza 2 kg de una solución al 95 % de éter (150 minutos y condiciones ambientales 24 °C y 98.1 kPa). ....	34
Cuadro 7. Balance de masa promedio de las 3 corridas, en un intervalo de tiempo de 150 min y condiciones ambientales 24 °C y 98.1 kPa.....	34
Cuadro 8. Eficiencia de recuperación de éter dietílico luego del proceso de recuperación de solventes a partir de 2 kg de una solución al 95 % de éter (150 minutos, temperatura y presión ambientales 24 °C y 98.1 kPa).35	
Cuadro 9. Calor necesario para llevar a cabo el proceso de recuperación de éter dietílico a partir de 2 kg de una solución al 95 % de éter (150 minutos, temperatura y presión ambientales 24 °C y 98.1 kPa). ....	35
Cuadro 10. Registro de temperaturas (T) para la calibración de las RTD en el balón principal y en la columna de la unidad de recuperación de solventes.....	51
Cuadro 11. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento). ....	52
Cuadro 12. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento). ....	53
Cuadro 13. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento). ....	55
Cuadro 14. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento). ....	56
Cuadro 15. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	58
Cuadro 16. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	59
Cuadro 17. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la CORRIDA 1 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	60
Cuadro 18. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 1 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	61
Cuadro 19. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la CORRIDA 2 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	62
Cuadro 20. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 2 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	63
Cuadro 21. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la CORRIDA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	64
Cuadro 22. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	65
Cuadro 23. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la prueba 1.....	66
Cuadro 24. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la prueba 2.....	66
Cuadro 25. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la prueba 3.....	66
Cuadro 26. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la corrida 1. ....	66
Cuadro 27. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la corrida 2. ....	66



Cuadro 28. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la corrida 3. ....	66
Cuadro 29. Datos para la determinación del caudal de agua de enfriamiento, a 23 °C. ....	67
Cuadro 30. Temperaturas de entrada y salida del condensador 1. ....	67
Cuadro 31. Datos para determinar la densidad usando un picnómetro.....	67
Cuadro 32. Datos de la dilución de muestras de residuo con etanol, para las 5 corridas. ....	68
Cuadro 33. Resultados de la cromatografía de gases (éter dietílico) y cromatografía líquida (ácido acético). 35	
Cuadro 34. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).....	75
Cuadro 35. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).....	76
Cuadro 36. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).....	78
Cuadro 37. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 1 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	79
Cuadro 38. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 2 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	80
Cuadro 39. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento). ....	81
Cuadro 40. Caudal promedio de agua de enfriamiento a 23 °C.....	82
Cuadro 41. Densidad del residuo en las corridas/pruebas. ....	82
Cuadro 42 . Masa de ácido acético (AA) en el residuo. ....	82
Cuadro 43. Incertidumbres en el cálculo de la masa de ácido acético en el residuo.....	82
Cuadro 44. Balance de masa de las diferentes corridas/pruebas. ....	83
Cuadro 45. Eficiencia de recuperación de éter dietílico en cada una de las corridas/pruebas. ....	83
Cuadro 46. Diferencia de temperatura del agua de enfriamiento en la entrada y en la salida de los condensadores. ....	83
Cuadro 47. Diferencia de temperatura promedio del agua de enfriamiento en la entrada y en la salida de los condensadores. ....	84
Cuadro 48. Masa de agua de enfriamiento requerida para condensar el éter recuperado. ....	84
Cuadro 49. Masa de agua de enfriamiento utilizada para condensar el éter recuperado. ....	84
Cuadro 50. Energía requerida, en forma de calor (Q), para llevar a cabo la destilación. ....	85

## LISTADO DE ILUSTRACIONES

Figura 1. Diagrama de equilibrio de mezcla ácido acético-éter dietílico.....	15
Figura 2. Curva de calibración de la RTD de temperatura en el balón principal.....	31
Figura 3. Curva de calibración de la RTD de temperatura en la columna.....	31
Figura 4. Temperatura promedio de la manta según la velocidad de calentamiento (temperatura que indica la perilla del calentador).....	32
Figura 5. Temperatura promedio de la manta a velocidad de calentamiento de 350 °C en corridas 1, 2 y 3. ..	32
Figura 6. Temperatura del balón principal según la velocidad de calentamiento (temperatura que indica la manecilla del calentador).....	33
Figura 7. Temperatura del balón principal a velocidad de calentamiento de 350 °C en corridas 1, 2 y 3. ....	33
Figura 8. Temperatura promedio en la columna según la velocidad de calentamiento (temperatura que indica la manecilla del calentador).....	33
Figura 9. Temperatura promedio en la columna a velocidad de calentamiento de 350 °C en corridas 1, 2 y 3. ....	34
Figura 10. Resultados de la cromatografía de gases, prueba 1.....	35
Figura 11. Resultados de la cromatografía de gases, prueba 2.....	36
Figura 12. Resultados de la cromatografía de gases, prueba 3.....	36
Figura 13. Resultados de la cromatografía de gases, corrida 1.....	37
Figura 14. Resultados de la cromatografía de gases, corrida 2.....	37
Figura 15. Resultados de la cromatografía de gases, corrida 3.....	38
Figura 16. Esquema del proceso de recuperación de solventes.....	38
Figura 17. Diagrama del proceso de recuperación de solventes en un intervalo de tiempo de 150 min y condiciones ambientales de temperatura y presión 24 °C y 99.1 kPa.....	39
Figura 18. Vista frontal de la unidad de recuperación de solventes.....	48
Figura 19. Vista lateral de la unidad de recuperación de solventes.....	48
Figura 20. Indicador de temperatura de la columna.....	49
Figura 21. Controlador de temperatura del balón.....	49
Figura 22. Materiales utilizados para elaborar la curva de calibración de las RTD de temperatura.....	49
Figura 23. Conexión de manguera con intercambiador de calor.....	50
Figura 24. Instalación de espiga eléctrica al indicador de temperatura de la parte superior de la columna.....	50
Figura 25. Solución de etanol utilizada en la prueba de evaporación.....	50
Figura 26. Solución de etanol obtenida luego de la prueba de evaporación.....	51

## RESUMEN

El objetivo principal de este trabajo fue poner en marcha la línea de recuperación de solventes del Laboratorio de Operaciones Unitarias, para recuperar reactivos usados en prácticas de laboratorio. Se revisó el equipo para corroborar el funcionamiento de sus partes y luego se realizaron pruebas de separación en la unidad de recuperación de solventes. Se verificó que las RTD (*Resistance Temperature Detector*, por sus siglas en inglés), el condensador y el calentador funcionan correctamente y se comprobó que se puede operar en los requerimientos de operación para recuperar éter dietílico. Posteriormente, se determinó, con un balance de masa y energía, que el promedio en la eficiencia de recuperación se encuentra en el intervalo de 87.6 % a 94.6 %. y que el promedio de calor requerido para llevar a cabo la operación, desde el calentamiento hasta la evaporación, a una temperatura de calentador de 350 °C, se encuentra entre 690.48 y 716.42 kJ. Luego, se identificó en un diagrama del proceso que los principales puntos de control se encuentran en el balón principal y en la parte superior de la columna de destilación, ya que en estas partes del proceso se puede verificar el solvente restante en el balón principal y la pureza del producto obtenido. Finalmente se redactó un manual que cuenta con los siguientes elementos principales: Nombre del equipo, tabla de contenidos, introducción al equipo y a la recuperación de solventes, aspectos de seguridad, características principales, especificaciones técnicas, y descripción de cómo operar el equipo. El procedimiento propuesto no asegura una eficiencia de recuperación similar para diferentes disolventes, pero el manual puede utilizarse como guía para arrancar el equipo y ser utilizado por estudiantes e investigadores que deseen hacer pruebas con otras sustancias.

# I. INTRODUCCIÓN

En el curso de Laboratorio de Operaciones Unitarias 2, se realiza una práctica de extracción líquido-líquido con disolventes. Se puede definir un disolvente como una sustancia que está en mayor cantidad en una disolución. Para esta extracción se utiliza éter dietílico como disolvente, ya que es capaz de disolver el ácido acético, sin ser soluble en agua. El producto de la práctica es una solución de ácido acético y éter dietílico.

Al finalizar la práctica, se separa el éter del ácido acético en la unidad de recuperación de solventes, que consiste en una torre de destilación en donde el residuo es una solución concentrada de ácido acético y el destilado es el éter. Esto se realiza para poder reutilizar el solvente en la práctica de otro grupo.

La unidad de recuperación de solventes se adquirió en 2011 y se ensambló por partes en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, sin embargo, el equipo, al ser solicitado por partes, no posee un manual de operación. Es por esta razón que la operación de separar el ácido acético y el éter la realiza únicamente el Ingeniero Gamaliel Zambrano, quien estuvo encargado del ensamble del equipo.

Además, la unidad de recuperación de solventes no se ha utilizado desde 2019, por lo que necesita ponerse en marcha y verificar si no existen problemas para recuperar éter dietílico. La puesta en marcha de un equipo consiste en verificar que este opere de acuerdo con lo esperado, procediendo gradualmente a poner las instalaciones en operación paso por paso y de modo controlado, seguro y confiable hasta que estas alcancen las condiciones normales de operación.

El siguiente trabajo se organiza de la siguiente manera. Primero se presenta un listado de objetivos con su justificación, luego se incluyen los antecedentes y el marco teórico para que el lector tenga referencias sobre los temas tratados. Después se presenta la metodología que permitió realizar las pruebas, posteriormente se encuentran los resultados con su discusión, conclusiones y recomendaciones. Finalmente se incluye una lista de anexos que complementa el trabajo y un glosario para consultar conceptos relevantes.

## II. OBJETIVOS

### A. Objetivo general

Puesta en marcha de la línea de recuperación de solventes en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, para recuperar reactivos usados en prácticas de laboratorio.

### B. Objetivos específicos

Verificar el correcto funcionamiento de todos los componentes de la unidad de recuperación de solventes, utilizando técnicas comparativas para asegurar la operación del sistema.

Realizar balance de masa y energía del proceso para determinar la eficiencia de recuperación y la energía requerida, utilizando una disolución de ácido acético y éter dietílico.

Esquematizar el proceso de recuperación de solventes llevado a cabo en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, para identificar los puntos de control del proceso.

Realizar un manual de operación de la unidad de recuperación de solventes, para estandarizar el uso del equipo.

### III. JUSTIFICACIÓN

Según Smallwood (2002) la mayor parte del suministro mundial de solventes eventualmente termina siendo destruida o dispersada en la biosfera. Hay una acumulación insignificante de disolventes en los artefactos a largo plazo y, en consecuencia, la producción anual de disolventes por parte de la industria se asemeja mucho a las cantidades que se descargan al ambiente.

Cseri et al., (2018) indican que, en el entorno económico actual, la recuperación de solventes y el reciclaje juegan un papel cada vez más importante. Las industrias químicas necesitan constantemente mejorar sus procesos para (1) cumplir con regulaciones ambientales y (2) aumentar sus márgenes de beneficio. El diseño de los procesos de fabricación determina si el consumo de disolventes orgánicos será un factor de coste de producción significativo.

En el curso de Laboratorio de Operaciones Unitarias 2, se realiza una práctica de extracción líquido-líquido con el objetivo de separar el ácido acético de una solución acuosa, utilizando éter dietílico. Al finalizar de la práctica, se separa el éter del ácido acético en la unidad de recuperación de solventes. Esto se realiza para poder reutilizar el solvente en la práctica de otro grupo, de esta forma se evita descartar el éter dietílico, ya que este tiene un precio de Q 1,850.00 (tasa de cambio GTQ/USD como un referente de precio: 7.73<sup>1</sup>) cada 5 L.

La unidad de recuperación de solventes se adquirió en el año 2011 y se ensambló por partes en el laboratorio de operaciones unitarias, sin embargo, el equipo no posee un manual de operación. Es por esta razón que la operación de separar el ácido acético y el éter la realiza únicamente el Ingeniero Gamaliel Zambrano, quien estuvo encargado del ensamble del equipo. Además, la unidad de recuperación de solventes no se ha utilizado desde 2019, por lo que necesita ponerse en marcha y verificar si no existen problemas para recuperar éter dietílico.

Con este trabajo se busca poner nuevamente en marcha la unidad de recuperación de solventes para asegurar que el éter dietílico usado como disolvente en prácticas pueda reutilizarse, en lugar de desecharse al ambiente. También se espera que la información presentada en este trabajo sea útil para las personas que desean utilizar la unidad de recuperación de solventes para separar una mezcla de éter dietílico y ácido acético.

---

<sup>1</sup> Dato consultado en la página del Banco de Guatemala en 02/10/2021.

## IV. MARCO TEÓRICO

### A. Ácido acético

#### 1. Descripción

El ácido acético a temperatura ambiente es un líquido incoloro de olor intenso, característico del vinagre, y sabor picante. Cuando el ácido acético está a una temperatura menor a 17 °C, es un sólido similar al hielo, por lo que se le llama ácido acético glacial. Se utiliza en la fabricación de fármacos, tintes, plásticos y aditivos en la industria alimentaria.

Cuadro 1. Propiedades físicas y químicas del ácido acético

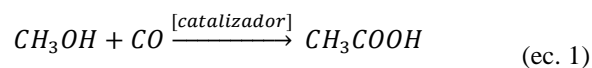
<b>Masa molar</b>	60 g/mol
<b>pH</b>	2.5 a 50 g/L 20 °C
<b>Punto de fusión</b>	17 °C
<b>Punto/intervalo de ebullición</b>	116-118 °C a 1.013 hPa
<b>Densidad</b>	1.05 g/cm <sup>3</sup> a 20 °C
<b>Presión de vapor</b>	15.04 hPa a 20 °C
<b>Solubilidad en agua</b>	602.9 g/L a 25 °C
<b>Viscosidad dinámica</b>	1.22 mPa*s a 20 °C

Fuente: SUPELCO, 2020.

#### 2. Métodos de obtención

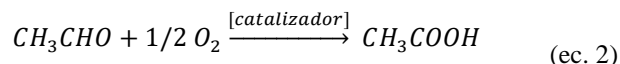
##### a. Métodos sintéticos

La forma principal de sintetizar ácido acético a nivel industrial es por carbonilación del metanol. BASF realizó trabajos en 1913 relacionados con la conversión catalítica de CO y H<sub>2</sub>. La reacción de carbonilación se lleva a cabo según la siguiente ecuación:



Entre los métodos más utilizados están el método Monsanto y el método Cativa, que se basan en el uso de catalizadores de rodio e iridio, respectivamente (Weissermel y Arpe, 2003).

Otro método, menos utilizado, para la obtención de ácido acético es la oxidación del acetaldehído con aire, como indica la siguiente reacción:



Es necesario utilizar acetatos de manganeso (Mn) y cobalto (Co) como catalizadores en solución (hasta 0.5 % m/m respecto a la mezcla reactante). El principal proceso que utiliza esta vía sintética es el Proceso Hoechst, que opera continuamente a 50 °C – 70 °C, logrando selectividades de hasta 95 – 97 % (Weissermel y Arpe, 2003).

#### b. Método biológico

Otra forma de producir ácido acético es por medio de la fermentación acética: se obtiene una solución acuosa diluida conocida como vinagre, por medio de la oxidación de alcohol etílico catalizada con enzimas producidas por bacterias (Agreda y Zoeller, 1993).

El primer proceso conocido para fabricar vinagre se conoce como "proceso lento", "método francés" o "proceso Orleans". El proceso implica llenar parcialmente barriles de madera con vino y vinagre de buena calidad para acelerar la reacción. Se agrega vino una vez a la semana durante 4 semanas, hasta que después de 5 semanas se retira el vinagre y se reemplaza con vino, lo que resulta en un proceso continuo. El aire se introduce justo por encima de la superficie del líquido, donde se forma una estera gelatinosa que contiene un gran número de bacterias; esto se conoce como el "vinagre madre" (Agreda y Zoeller, 1993).

A principios del siglo XIX, se desarrolló el "proceso rápido" o "proceso alemán" en el que el vino se escurre por un lecho empacado de virutas de madera o coque. Se rocía un gran volumen de aire a través del fondo del tanque. Este proceso, que alcanza aproximadamente el 98% de conversión en 5 días, se utilizó ampliamente durante aproximadamente un siglo. El generador de Frings fue introducido en 1929, utilizando



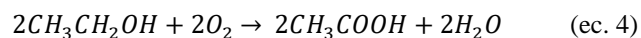
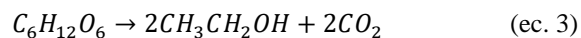
aireación forzada y control de temperatura con un lecho de goteo. Sus principales ventajas incluyen bajo costo, facilidad de control, logro de concentraciones más altas de ácido acético y menores pérdidas por evaporación (Agreda y Zoeller, 1993).

En 1949 se aplicó la fermentación sumergida a la oxidación del etanol a ácido acético. Ya que las bacterias *Acetobacter* son sensibles al nivel de oxígeno en fase gaseosa (la fermentación se detiene en <5% O<sub>2</sub>), el proceso de fermentación sumergida depende de la eficiencia de la aireación del caldo (Agreda y Zoeller, 1993).

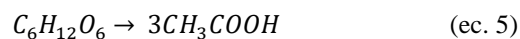
Las ventajas del cultivo sumergido sobre los procesos de lecho percolador son: velocidades de oxidación del alcohol más rápidas (hasta 30 veces más rápido), menos volumen de reactor requerido para una tasa de producción dada, mayor eficiencia y conversión y facilidad de operación.

Tradicionalmente, el ácido acético obtenido por medios biológicos se ha producido mediante el proceso de "vinagre de dos pasos". El primer paso, en el que el etanol (y el subproducto CO<sub>2</sub>) se produce a partir de glucosa, se lleva a cabo normalmente a aproximadamente 25 °C utilizando una levadura anaeróbica como *Saccharomyces cerevisiae* con un rendimiento de aproximadamente el 90%. El segundo paso es la oxidación del etanol, normalmente utilizando la bacteria aeróbica *Acetobacter aceti*, con un rendimiento de aproximadamente el 85% (Agreda y Zoeller, 1993).

Las siguientes ecuaciones describen el proceso por el cual se obtiene ácido acético a partir de glucosa:



A diferencia del proceso de "vinagre de dos pasos", el proceso anaeróbico utiliza bacterias acetogénicas, que son capaces de convertir directamente la glucosa a acetato de la siguiente forma:



Esta reacción ocurre con un rendimiento de 85%. Típicamente se utilizan bacterias del género *Clostridium* como *Clostridium aceticum*, *Clostridium thermoaceticum*, *Clostridium formicoaceticum* y de género *Acetobacterium*, como *Acetobacterium woodii* (Agreda y Zoeller, 1993).

## B. Éter dietílico

### 1. Descripción

Según Monticelli (2014), el éter dietílico se utiliza principalmente como disolvente en la producción de caucho, plásticos, pinturas, revestimientos, perfumes y cosméticos. Se utiliza como disolvente o extractante de grasas, ceras, aceites, resinas, tintes y alcaloides. También se utiliza como aditivo de combustible y desnaturalizante de alcohol, así como un componente de los fluidos de arranque en motores pesados.

### 2. Propiedades físicas y químicas

New Jersey Department of Health [NJHealth]. (2016). Hoja informativa sobre sustancias peligrosas. Extraído de: <https://www.nj.gov/health/eoh/rtkweb/documents/fs/0004sp.pdf>

Cuadro 2. Propiedades físicas y químicas del éter dietílico

<b>Masa molar</b>	74.12 g/mol
<b>Punto de fusión</b>	-116.3 °C
<b>Punto de ebullición a 1 atm</b>	34.6 °C
<b>Densidad</b>	0.71 g/cm <sup>3</sup> a 20 °C
<b>Presión de vapor</b>	587 hPa a 20 °C
<b>Solubilidad en agua</b>	69 g/L a 20 °C
<b>Viscosidad dinámica</b>	0.23 mPa*s a 20 °C

Fuente: NJHealth, 2016.

## C. Balances de masa y energía

### 1. Balances de masa

Los balances de masa o balances de materia son las relaciones basadas en la ley de conservación de la masa, como “entrada total de masa = salida total de masa”. El diseño de un nuevo proceso o el análisis de uno ya existente no están completos hasta que se establece que las entradas y salidas de todo el proceso, y de cada unidad por separado, satisfacen las ecuaciones de balance (Felder y Rousseau, 2004).

Según Felder y Rousseau (2004), el balance de una cantidad que se conserva en un sistema se puede escribir de manera general como:

$$\textit{entrada} + \textit{generación} - \textit{salida} - \textit{consumo} = \textit{acumulación} \quad (\text{ec. 6})$$

En procesos continuos en estado estacionario para especies no reactivas, los términos de acumulación, salida y consumo se vuelven cero. La ecuación adquiere la siguiente forma:

$$\textit{entrada} = \textit{salida} \quad (\text{ec. 7})$$

Es posible escribir dos tipos de balances:

**Balances integrales:** Describen lo que ocurre entre dos instantes determinados. Cada término de la ecuación de balance es una porción de la cantidad que se balancea. Este tipo de balance se aplica a procesos por lotes. Los dos instantes determinados son: el momento después de que se realiza la alimentación y el momento anterior al que se retire el producto (Felder y Rousseau, 2004).

**Balances diferenciales:** Indican lo que ocurre en un sistema en un instante determinado. Cada término de la ecuación de balance es una velocidad de entrada, de generación, etc. Las velocidades se expresan en unidades de la cantidad balanceada dividida entre la unidad de tiempo. Este tipo de balance se aplica a procesos continuos (Felder y Rousseau, 2004).

## 2. Balances de energía

Similar al caso de la materia, la energía se conserva en todos los procesos. La energía puede existir en diferentes formas, incluyendo energía química, calor, energía mecánica y energía eléctrica. La energía total se conserva, pero la energía puede ser transformada de un tipo a otro. El fin principal de los balances de energía es determinar requerimientos energéticos del proceso: calentamiento, enfriamiento y potencia requerida (Towler y Sinnott, 2008).

### a. Formas de energía

Según Felder y Rousseau (2004), la energía total de un sistema tiene tres componentes:

- Energía cinética: Energía debida al movimiento traslacional o rotacional de un sistema en relación con un determinado marco de referencia.
- Energía potencial: Se debe a la posición del sistema en un campo de potencia: gravitacional o electromagnético.
- Energía interna: Es toda la que posee un sistema, sin contar con la energía cinética y energía potencial. La energía interna incluye el movimiento de las moléculas debido al movimiento traslacional, rotacional y vibracional, además de las interacciones electromagnéticas de las moléculas y otras interacciones atómicas y subatómicas.

Además, si se asume un sistema cerrado, es decir, no hay transferencia de masa a través de sus fronteras; la energía puede transmitirse entre el sistema y sus alrededores de dos maneras diferentes:

- Calor: Es la transferencia de energía que resulta de la diferencia de temperaturas entre el sistema y sus alrededores.
- Trabajo: Es la transferencia de energía que fluye en respuesta a una fuerza impulsora que no sea una diferencia de temperatura: fuerza, torque o voltaje.

### b. Balances de energía en sistemas cerrados

Un sistema es abierto o cerrado dependiendo de que la masa cruce o no las fronteras del sistema durante el tiempo establecido durante el balance de masa y energía. Por definición, un sistema de proceso por lotes es cerrado, y los sistemas semicontinuos y continuos son abiertos (Felder y Rousseau, 2004).

La siguiente ecuación representa el balance de energía en un sistema cerrado:

$$\Delta U + \Delta E_k + \Delta E_p = Q + W \quad (\text{ec. 8})$$

En donde:

$\Delta U$ : Cambio en la energía interna del sistema.

$\Delta E_k$ : Cambio en la energía cinética del sistema.

$\Delta E_p$ : Cambio en la energía potencial del sistema.

$Q$ : Transferencia de energía por medio de calor con los alrededores.

$W$ : Transferencia de energía por medio de trabajo con los alrededores.

c. Calor sensible y capacidades caloríficas

El calor sensible se refiere a que es necesario transferir calor para aumentar o reducir la temperatura de una sustancia o una mezcla. La cantidad de calor requerida para cambiar la temperatura de un sistema puede determinarse a partir de la forma adecuada de la primera ley de la termodinámica (Felder y Rousseau, 2004). Para un sistema cerrado, la ecuación de la primera ley es la siguiente.

$$\Delta U = Q \quad (\text{ec. 9})$$

Por lo tanto, para determinar los requerimientos de calor sensible para un proceso de calentamiento o enfriamiento en un sistema cerrado, debe determinarse  $\Delta U$  para un cambio de temperatura específico (Felder y Rousseau, 2004).

Según Smith *et al.* (2007) para un proceso a volumen constante, o cuya energía interna sea independiente del volumen, el cambio de energía interna es:

$$\Delta U = \int_{T_1}^{T_2} C_v(T) dT \quad (\text{ec. 10})$$

En donde:

$\Delta U$ : Cambio en la energía interna del sistema.

$C_v(T)$ : Capacidad calorífica a volumen constante en función de la temperatura

$T_1$ : Temperatura inicial

$T_2$ : Temperatura final

El análogo de  $C_v$  a presión constante es la capacidad calorífica a presión constante  $C_p$ . Para líquidos y sólidos, Felder y Rousseau (2004) indican que:

$$C_p \approx C_v \quad (\text{ec. 11})$$

Las capacidades caloríficas son propiedades físicas de los materiales y se encuentra tabuladas en referencias estándar, como el *Manual de Perry*<sup>2</sup> (Felder y Rousseau, 2004). Las expresiones para calcular capacidades caloríficas tienen la siguiente forma:

$$C_p = C1 + C2 * T + C3 * T^2 + C4 * T^3 \quad (\text{ec. 12})$$

En donde:

$C_p$ : Capacidad calorífica específica a presión constante [J/(kmol\*K)]

$C1, C2, C3, C4$ : Coeficientes específicos para cada sustancia

$T$ : Temperatura de la sustancia [K]

Cuando se expresan las capacidades caloríficas por cantidad unitaria (masa, mol, volumen) se emplea el término calor específico (Felder y Rousseau, 2004).

d. Calor latente

---

<sup>2</sup> Perry, R. H.; Green, D. W. (2008). *Perry's chemical engineers' handbook, eighth edition*. McGraw-Hill: USA.

El cambio de entalpía asociado con la transición de una sustancia de una fase a otra a temperatura y presión constantes, se denomina calor latente del cambio de fase (Felder y Rousseau, 2004).

Según Felder y Rousseau (2004) los calores latentes para los cambios de fase más comunes se definen de la siguiente forma:

- Calor de fusión: Es la diferencia de entalpía entre las formas sólidas y líquidas de una especie a una temperatura y presión dadas.
- Calor de vaporización: Es la diferencia de entalpía entre las formas líquida y de vapor de una especie a una temperatura y presión dadas.

Los valores de estos calores latentes se pueden encontrar tabulados en el *Manual de Perry*. También se pueden calcular con una relación que se encuentra en el mismo manual:

$$Hv = C1 * (1 - Tr)^{C2+C3*Tr+C4*Tr^2+C5*Tr^3} \quad (\text{ec. 13})$$

En donde:

$C_p$ : Capacidad calorífica específica a presión constante [J/(kmol\*K)]

$C1, C2, C3, C4, C5$ : Coeficientes específicos para cada sustancia (diferentes a los coeficientes para calcular la capacidad calorífica específica)

$T_r$ : Temperatura reducida de la sustancia

## D. Recuperación de disolventes

### 1. Disoluciones

Según Chang (2013), una disolución es una mezcla homogénea de dos o más sustancias. Un soluto es la sustancia presente en menor cantidad, y el disolvente es la sustancia que está en mayor cantidad. Una disolución puede ser gaseosa, sólida o líquida. Según Pérez Montiel (2015), los términos disolvente y solvente son sinónimos.

### 2. Descripción de la recuperación de disolventes

Según Cheremisinoff (1995) los desechos potenciales, o sus componentes, pueden devolverse para su reutilización dentro de operaciones existentes en un proceso conocido como reciclaje. El reciclaje es un medio

de reducción de residuos y un parte integral de las operaciones de producción. La recuperación de solventes es una forma de reducción de desechos. La recuperación, mientras el proceso se encuentra en marcha (*In-process*), se usa ampliamente como una alternativa al reemplazo de solventes para reducir la generación de residuos. Es atractivo, como control de la contaminación al final de la tubería, ya que requiere pocos cambios en los procesos existentes. Existe gran disponibilidad comercial de equipos de recuperación de disolventes, lo cual es otro punto a favor, incluso existe disponibilidad de equipos adecuados para pequeñas operaciones, especialmente las operaciones por lotes. Esto hace la recuperación de solventes económicamente preferible a la sustitución de materias primas.

Cheremisinoff (1995) indica que los equipos de recuperación de solventes disponibles comercialmente incluyen:

- Adsorción con carbón del solvente, remoción del solvente por vapor, y separación del solvente para su reutilización en la operación. El carbón debe regenerarse: se requieren dos o más unidades para mantener las operaciones continuas. Puede ser un problema la formación de ácido clorhídrico de solventes clorados, lecho de carbón obstruido por partículas y acumulación de ciertos compuestos orgánicos volátiles en el carbono y la corrosión.
- La destilación y la condensación se pueden utilizar para separar y recuperar solvente de otros líquidos. La eficiencia de remoción puede ser muy alta utilizando este proceso y se puede utilizar para mezclas de disolventes, así como disolventes individuales.
- Disolver el solvente en otro material. A continuación, se deben recuperar los disolventes de la solución resultante, a través de la destilación, pero la eficiencia de eliminación a menudo es baja usando este método.

Smallwood (2002) ofrece estimaciones en el porcentaje de recuperación de disolventes para varias técnicas diferentes:

Cuadro 3. Porcentajes de recuperación de diferentes técnicas de recuperación de disolventes en la industria

Método	Porcentaje de recuperación
Destilación	90 %
Absorción	75 %
Extracción	50 %
Adsorción	40 %
Cristalización	20 %

Fuente: Smallwood, 2002.



### 3. Destilación

La destilación es un proceso de separación de mezclas líquidas basado en la diferencia de sus puntos de ebullición o volatilidad relativa. Las técnicas comúnmente utilizadas son destilación simple, destilación fraccionada, destilación al vapor y destilación al vacío (Cseri, 2018).

En un proceso de destilación simple, un compuesto volátil se evapora y se canaliza a través de una columna de destilación en un condensador, donde finalmente se captura. Esta técnica puede ser utilizada para separar mezclas que contienen compuestos no volátiles como partículas y mezclas con diferencias de al menos 70 °C en sus puntos de ebullición (Cseri, 2018).

Por otro lado, la destilación fraccionada es utilizada para separar mezclas con una volatilidad relativa casi igual, y una pequeña diferencia en los puntos de ebullición (alrededor de 25 °C). Las columnas de destilación fraccionada constan de una serie de platos, en los que los líquidos de menor y mayor punto de ebullición se recolectan en la parte superior e inferior de la columna, respectivamente. Este proceso se usa comúnmente en las industrias petrolera y alimentaria debido a su mejor eficiencia en comparación con la destilación simple (Cseri *et al.*, 2018).

La destilación al vacío separa las mezclas a una temperatura mucho más baja que su punto de ebullición atmosférico, y por lo tanto se emplea principalmente disolventes con altos puntos de ebullición: como dimetilsulfóxido, alcohol bencílico, etilenglicoles y glicerol (Cseri *et al.*, 2018).

Para la separación de compuestos sensibles al calor, se recomienda utilizar técnicas de destilación al vapor, en las que se introduce vapor en la mezcla provocando la vaporización a menor temperatura que la temperatura de descomposición del compuesto termosensible. Este proceso es comúnmente utilizado en la producción de perfumes, aceites esenciales y ceras (Cseri *et al.*, 2018).

La destilación azeotrópica se utiliza en sistemas de recuperación de disolventes multipropósito para mezclas, cuya separación está termodinámicamente limitada por la presencia de mezclas azeotrópicas. A menudo, la adición de otro componente llamado "arrastre" facilita la separación. Un agente de arrastre es un agente separador de masas que altera la volatilidad relativa de las mezclas y, por tanto, facilita el proceso de separación. Por ejemplo, el benceno se utiliza a menudo como agente de arrastre para facilitar la separación de etanol y agua (Cseri *et al.*, 2018).

#### a. Destilación por lotes

La destilación por lotes se produce cuando se alimenta un líquido a una caldera o a un destilador equipado con algún dispositivo de calentamiento (como una chaqueta de vapor). La alimentación se lleva a ebullición lentamente y el vapor formado se hace pasar por un condensador tan pronto como se forma. El destilado obtenido se almacena en un colector (Treybal, 1987).

El destilado puede obtenerse en varios lotes separados, llamados fracciones. El funcionamiento de una columna de este tipo implica realizar el fraccionamiento hasta que se ha destilado la cantidad deseada. Algunas de las fracciones son productos deseados (fracciones principales) mientras que otras son fracciones intermedias que pueden ser recicladas a lotes posteriores para obtener una mayor separación. La fracción residual puede recuperarse o no como producto (Mujtaba, 2004).

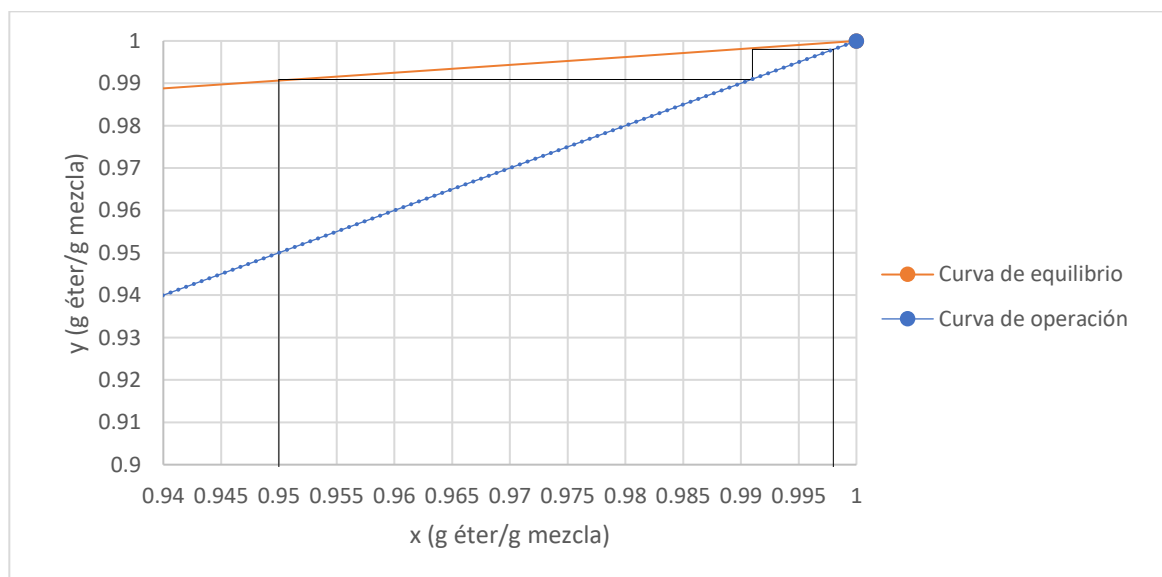
Mujtaba (2004), también indica que las características esenciales de una columna de destilación por lotes convencional (CBD, por sus siglas en inglés) son:

- Una caldera receptora inferior que se carga con la alimentación que se va a procesar y que proporciona la superficie de transferencia de calor.
- Una columna rectificadora (ya sea una bandeja o una columna empaquetada) superpuesta en el calderín, acoplado con un condensador total o un condensador parcial.
- Una serie de tanques acumuladores de producto conectados a los flujos de producto para recoger las fracciones de destilado principal y/ o intermedio.

b. Equilibrio teórico de ácido acético y éter dietílico

Partiendo de una solución al 95% m/m de éter y 5% m/m de ácido acético, se puede calcular el equilibrio ideal en dicha solución luego de una destilación. Se crea una gráfica usando los datos de equilibrio encontrados en el Manual de Perry (Felder y Rousseau, 2004). Se usa el método gráfico McCabe-Thiele para determinar la concentración final del proceso de destilación, tomando en cuenta que es un proceso por lotes. El resultado teórico en la mezcla final es de 99.8% m/m de éter dietílico.

Figura 1. Diagrama de equilibrio de mezcla ácido acético-éter dietílico



## E. Sensores

Un sensor es un dispositivo que convierte un fenómeno físico en una señal de salida transducible, que es función de la magnitud que se quiere medir. Los sensores permiten relacionar el mundo físico y los sistemas de medición o control, tanto eléctricos como electrónicos. Se utilizan en todo tipo de procesos con propósito de monitoreo, medición, control y procesamiento (Gutiérrez e Iturralde, 2017).

### 1. Sensores de temperatura

Se define la temperatura como una magnitud física escalar, relacionada con la energía interna de un sistema termodinámico. Está relacionada directamente con la energía cinética de las moléculas del sistema. A medida que aumenta la energía cinética de las moléculas, la temperatura del sistema es mayor. Las limitaciones del sistema de medida quedan definidas en cada tipo de aplicaciones por la precisión, por la rapidez de captación de la temperatura, por la distancia entre el elemento de medida y el aparato receptor, y por el tipo de instrumento indicador o controlador necesario (Gutiérrez e Iturralde, 2017).

Según Gutiérrez e Iturralde (2017) los tipos de sensores de temperatura:

#### a. Detector de temperatura resistivo (RTD)

El detector de temperatura resistivo o RTD (por sus siglas en inglés), es un sensor cuya capacidad de medición se basa en la variación de resistencia de un conductor en función de la temperatura. Su principio de funcionamiento consiste en que, a mayor temperatura, mayor es la resistencia eléctrica. Esto permite que pueda expresarse la resistencia eléctrica de la RTD como función de la temperatura.

#### b. Termopares

El funcionamiento de los termopares consiste en la unión de dos alambres de distinto material por un extremo. En la unión se produce un voltaje bajo (en la escala de los miniVolts), el cual aumenta con la temperatura. Existen diferentes tipos de termopares, según su composición química: Tipo K (Cromo/Aluminio), Tipo E (Cromo/Constantán), Tipo J (Hierro/Constantán), Tipo N (Nicrosil/Nisil), Tipo B (Platino/Rodio).

#### c. Termistores

Los termistores son sensores de temperatura, cuyo funcionamiento se basa en la variación de resistividad de un semiconductor con la temperatura. Generalmente el semiconductor es un óxido metálico (de manganeso, cobalto, cobre o níquel). Los termistores sufren autocalentamiento, por lo que debe tenerse cuidado con la corriente que se hace circular por el sensor, para evitar aumentos ficticios en la temperatura. Tienen un amplio rango de medición y bajo costo, pero no son sensores lineales, por lo que es complicado calibrarlos.

## F. Manuales de usuario

Un manual de usuario es un documento de comunicación técnica destinado a brindar asistencia a las personas sobre cómo utilizar un producto. Un buen manual de usuario ayuda a los usuarios a utilizar un producto de forma segura, saludable y eficaz (Errossa, 2005).

Además del objetivo principal de un manual de usuario, los objetivos secundarios podrían ser crear una mejor experiencia de usuario y cumplir con los requisitos legales (Errossa, 2005).

Un manual de usuario consta de información visual textual (ilustraciones, capturas de pantalla, tablas, etc.) para ayudar al usuario a completar tareas específicas. El usuario juega un papel central a la hora de redactar un manual de usuario. Un manual de usuario bien redactado solo proporciona la información que es relevante para el usuario previsto del producto. El manual del usuario debe contener tanto información de procedimiento (instrucciones paso a paso) como información conceptual (información que el usuario necesita para comprender la información de procedimiento) (Errossa, 2005).

Un buen manual de usuario es conciso y utiliza un lenguaje libre de jerga. El manual debería responder a las preguntas CÓMO y QUÉ (Errossa, 2005).

Los diferentes tipos de productos necesitan un manual de usuario. Un producto puede ser un sistema, herramienta, dispositivo, instrumento, software o aplicación (Errossa, 2005). Dependiendo del tipo de producto, un manual de usuario puede incluir cosas como:

- Nombre del producto
- Número de modelo o tipo
- Uso previsto
- Características / accesorios
- Descripción de los principales elementos del producto.
- Descripción de la interfaz de usuario
- Advertencias de seguridad
- Instrucciones de instalación
- Descripción de cómo usar / operar el producto

- Información de reparación
- Información sobre la eliminación del producto y el embalaje.
- Especificaciones técnicas
- Tabla de contenidos
- Información de garantía
- Detalles de contacto

## G. Puesta en marcha de equipos, precomisionamiento y comisionamiento

La puesta en marcha de un equipo consiste en verificar que este opere de acuerdo con lo esperado, procediendo gradualmente a poner las instalaciones en operación paso por paso y de modo controlado, seguro y confiable hasta que estas alcancen las condiciones normales de operación. Se conforma de un arranque gradual, seguro y controlado, y luego de pruebas de ejecución (Mukherjee, 2005).

El precomisionamiento es el proceso de revisión, documentación y realización de ensayos para comprobar que los equipos instalados fueron correctamente instalados y debidamente probados. El comisionamiento consiste en garantizar que los componentes del proyecto interactúen entre sí de acuerdo con los requerimientos del cliente y las recomendaciones de los fabricantes (Mukherjee, 2005).

## H. Automatización

### 1. Lazos de control

Los lazos de control son sistemas aplicados por ingenieros de diseño en diversas aplicaciones industriales para mantener variables de proceso (PV) en un valor deseado o punto de ajuste (SP). Los lazos de control son importantes para mantener la estabilidad de un sistema y producir de manera consistente el resultado deseado de un proceso (Perry y Green, 2008).

Los lazos de control son esencialmente bucles de retroalimentación, ya que implican la detección de errores y la implementación de una corrección. El proceso se logra conectando varios componentes de *hardware* en un circuito. Esto involucra un sistema que contiene una sola variable o múltiples variables controladas (Perry y Green, 2008).

La variable manipulada es la cantidad o condición que es variada por el controlador de tal manera que afecte el valor de la variable controlada. En un lazo de control de retroalimentación, la variable controlada se compara con el punto de ajuste (*Set point*). El controlador lee el error, es decir, la diferencia entre la variable

y el punto de ajuste controlador para mover la variable manipulada de tal manera que se minimice el error (Perry y Green, 2008).

## I. Estadística

### 1. Media

La media proporciona una medida de la ubicación central de los datos. Si los datos son para una muestra, la media se denota por  $\bar{x}$ , si son para una población, se denota por la letra griega  $\mu$ . En estadística, se acostumbra a escribir el valor de la  $i$ -ésima variable observada como  $x_i$  y el número de observaciones en una muestra con la letra  $n$  (Anderson, Sweeney y Williams, 2012). La ecuación para calcular la media muestral es la siguiente:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=0}^n x_i}{n} \quad (\text{ec. 14})$$

### 2. Varianza

Es una medida de la variabilidad que se calcula con todos los datos. Se basa en la diferencia entre el valor de cada observación y la media. La varianza poblacional se escribe con la notación  $\sigma^2$ ; generalmente, en estadística, es más común usar una varianza muestral, denotada con  $s^2$ , ya que los datos que se analizan provienen de una muestra (Anderson, Sweeney y Williams, 2012). La varianza muestral se puede calcular con la siguiente ecuación:

$$s^2 = \frac{\sum_{i=0}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1} \quad (\text{ec. 15})$$

### 3. Desviación estándar

La desviación estándar se define como la raíz cuadrada de la varianza. La desviación estándar muestral se denota con  $s$  mientras que para la desviación poblacional se utiliza  $\sigma$  (Anderson, Sweeney y Williams, 2012). La desviación estándar muestral se puede calcular con la siguiente ecuación:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (\text{ec. 16})$$

Puesto que la desviación estándar tiene las mismas unidades que la media, es más sencillo comparar y darles una interpretación a ambas cantidades (Anderson, Sweeney y Williams, 2012).

#### 4. Margen de error con media poblacional desconocida

Según Anderson et al. (2012), cuando se calcula una estimación por intervalo para la media poblacional, suele no contarse con una buena estimación de la desviación estándar poblacional. En tales casos se usa la misma muestra para calcular  $\mu$  y  $\sigma$ . Esta situación se conoce como  $\sigma$  desconocida. Cuando se utiliza  $s$  para estimar  $\sigma$ , el margen de error y la estimación por intervalo de la media poblacional se basan en una distribución de probabilidad conocida como distribución t.

La estimación por intervalo de confianza, para desviación poblacional desconocida, es:

$$\bar{x} \pm t_{\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (\text{ec. 17})$$

En donde:

$\bar{x}$ : media muestral

$t_{\alpha/2}$ : es el valor de t que proporciona un área  $\alpha/2$  en la cola superior de la distribución t con n-1 grados de libertad.

$1 - \alpha$ : Nivel de confianza

$s$ : desviación estándar muestral

$n$ : número de la muestra

#### 5. Propagación de incertidumbre

Sin importar la medición y la calidad de la instrumentación, siempre hay incertidumbre asociada con una medición física. Esta incertidumbre es una combinación de la que se asocia con el instrumento y la relacionada con el sistema a medir.

Las incertidumbres se expresan de dos formas. La incertidumbre absoluta se refiere a una incertidumbre expresada en las mismas unidades que la medición. Tiene la desventaja que no se puede evaluar si la incertidumbre es grande o pequeña sin tener una referencia. Para dar una explicación más completa, se usa la

incertidumbre fraccionaria o relativa. En este tipo de descripción la incertidumbre se divide entre la medición real.

a. Suma y resta

La propagación de incertidumbre en el resultado de sumas y restas entre mediciones se calcula sumando las incertidumbres absolutas de cada medición:

$$\Delta q = \Delta a + \Delta b + \Delta c \dots \quad (\text{ec. 18})$$

En donde:

$\Delta q$ : resultado de la propagación de incertidumbre de sumas y restas

$\Delta a, \Delta b, \Delta c \dots$ : incertidumbres absolutas de las mediciones a, b, c...

b. Multiplicación y división

La propagación de incertidumbre en el resultado de multiplicaciones y divisiones entre mediciones se calcula sumando las incertidumbres fraccionarias de cada medición:

$$\frac{\Delta q}{q} = \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta b}{b} + \frac{\Delta c}{c} \dots \quad (\text{ec. 19})$$

En donde:

$\frac{\Delta q}{q}$ : resultado de la propagación de incertidumbre de multiplicaciones y divisiones

$\frac{\Delta a}{a}, \frac{\Delta b}{b}, \frac{\Delta c}{c} \dots$ : incertidumbres relativas de las mediciones a, b, c...



## V. ANTECEDENTES

La unidad de recuperación de solventes se adquirió en 2011 y se ensambló por partes en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, sin embargo, el equipo, al ser solicitado por partes, no posee un manual de operación. Es por esta razón que la operación de separar el ácido acético y el éter la realiza únicamente el Ingeniero Gamaliel Zambrano, quien estuvo encargado del ensamble del equipo.

En 2017, el equipo se desarmó. Sin embargo, cuando se volvió a armar, se sospechó por posibles fugas en las uniones del equipo. A pesar de esto, se continuó haciendo separaciones hasta 2019, año anterior al inicio de la pandemia.

Cuando se inició este trabajo, se hizo una inspección del equipo. Estos fueron los hallazgos: las uniones que conectan las partes del equipo están desalineadas, el sensor que mide la temperatura de la columna de destilación del equipo no posee una conexión eléctrica, la manguera de salida del agua de enfriamiento no llega al desagüe, las mangueras de agua no están bien ajustadas al equipo y tienen fugas.

Se consultó una tesis de grado de la Universidad de Quito, titulada “Instalación y puesta en marcha del evaporador de película descendente UOP20-X-PHW y su aplicación en la obtención de concentrados de sulfato de cobre, jugo de naranja y glucosa.”. El capítulo que explica la puesta en marcha contiene una metodología de trabajo, que incluye: Revisar las condiciones de operación del equipo, instalar y poner en marcha el equipo, encender el equipo, detectar y solucionar problemas, realizar la evaporación de la solución de sulfato de cobre diluido y apagar el equipo.

## VI. METODOLOGÍA

### A. Materiales

Cuadro 4. Instrumentos de medición utilizados durante la elaboración del trabajo.

Instrumento	Marca	Modelo	Rango o capacidad
Báscula	OHAUS	3000 series	300 kg
Termómetro de mercurio	Alla France	-	-20 °C a 150 °C
Termómetro IR con apuntador láser	CATU	MX – 704	- 32 °C a 535 °C
Sensor RTD	Kaysons	FLP/WP	-100 °C a 400 °C
Picnómetro	ISOLab	-	25 mL

Cuadro 5. Reactivos utilizados durante la elaboración del trabajo.

Reactivo	Marca	Pureza	Peso molecular (g/mol)	Peso específico (g/cm <sup>3</sup> )
Éter dietílico	Emsure	99.9 %	74.12	0.71
Ácido acético glacial	Ferkica	99 %	60.05	1.05

#### 1. Listado de materiales utilizados durante la elaboración del trabajo.

- Un Beaker de 1 L
- Una pipeta graduada de 5 mL
- Una llave de Ratchet con juego de dados
- Juego de llaves fijas planas
- Juego de llaves Allen
- Juego de destornilladores
- Plancha de calentamiento
- Unión universal
- Válvula de globo
- Tres niples roscados de acero galvanizado
- Cinta de teflón
- Gazas sin fin de acero inoxidable (abrazaderas de metal para tubería)
- Llave de tubo
- Unión “T” de acero galvanizado

## B. Metodología

### 1. Verificación de fugas del equipo

- a. Se cerraron las válvulas de la Unidad de recuperación de solventes excepto la que se encuentra en la parte superior de la torre.
- b. Se conectó una manguera de la toma de agua a la válvula de ingreso del balón de éter.
- c. Se encendió la toma de agua y se inundó la torre.
- d. Se verificó si existen fugas en las uniones o en las válvulas.
- e. Se apretaron los tornillos de las uniones hasta que ya no salga agua.
- f. En los lugares que continúan con fuga, se aflojaron los tornillos, se separó completamente la unión y se aplicó silicón resistente a altas temperaturas en medio de los empaques.
- g. Se repitió el proceso hasta que ya no se observaron fugas.

### 2. Calibración de RTD (*Resistance Temperature Detector*, por sus siglas en inglés).

- a. Se llenó de agua el Beaker de 1 L.
- b. Se colocó el Beaker encima de la plancha de calentamiento.
- c. Se colocaron las RTD de temperatura y el termómetro de mercurio adentro del Beaker de 1 L.
- d. Se activó el calentamiento de la plancha para empezar a calentar el agua del beaker.
- e. Se dejó que la temperatura subiera hasta que el termómetro de mercurio marcara 30 °C. Se anotó la temperatura que marcó la RTD del balón y la RTD de la columna.
- f. Se realizó el mismo procedimiento cada cinco grados (35 °C, 40 °C, 45°, etc.) hasta llegar a 95 °C.

g. Se hizo un gráfico de dispersión en el que el eje “X” es la temperatura que indica la RTD y el eje “Y” es la temperatura del termómetro de mercurio. Se hizo una gráfica para la RTD del balón y otra para la RTD de la columna.

h. Se aplicó una regresión lineal a ambas gráficas con su respectiva ecuación y coeficiente de correlación.

### 3. Verificación de fugas en el sistema de agua de enfriamiento

a. Se verificó que las mangueras estuvieran conectadas a los serpentines de las torres, a la toma de agua y a la válvula del desagüe.

b. Se abrió la válvula de la toma de agua y se permitió que el agua fluya por todo el sistema. Se verificó si existe goteo en alguna parte.

c. Se ajustó con ayuda de un sujetador de plástico en los lugares donde se observa goteo en el acople de las mangueras.

### 4. Instalación de una válvula de drenado de agua de enfriamiento

a. Se cubrieron las roscas de los nipples con cinta de teflón.

b. Se enroscó una unión universal en la rosca del nipple que sale del sistema de drenado de agua de la torre de absorción. La torre de absorción se encuentra al lado de la unidad de recuperación de solventes.

c. Se enroscó la unión “T” de acero galvanizado al nipple.

d. Se enroscó un nipple a cada lado de la unión “T”.

e. Se enroscó en el nipple más cercano a la unidad de recuperación de solventes la válvula de globo. Se enroscó un nipple del otro lado de la válvula.

f. Se enroscó el último nipple en el espacio faltante de la unión “T”.

g. Se unió la manguera que se dirige al desagüe con el nipple que se encuentra más cerca del desagüe. Se utilizó una abrazadera para asegurar la manguera.

- h. Se unió la manguera que conecta con la torre de la unidad de recuperación de solventes con el niple que se encuentra más cerca de la unidad de recuperación de solventes. Se utilizó una abrazadera para asegurar la manguera.
- i. Se abrió la válvula que conecta con la unidad de recuperación de solventes y se cerró la válvula que conecta con la torre de absorción.
- j. Se abrió la válvula del agua de enfriamiento de la unidad de recuperación de solventes y se permitió que el agua llegara al desagüe para verificar si existen fugas en alguna parte de la instalación.

5. Caudal máximo de agua de enfriamiento

- a. Se consiguió una probeta de 1 L, una cubeta de 20 L y un destornillador.
- b. Se desatornilló la abrazadera que sujeta la manguera con la válvula de purga del agua de enfriamiento.
- c. Se desacopló la manguera y se colocó la salida de la manguera dentro de la cubeta de 20 L.
- d. Se abrió la válvula del agua de enfriamiento.
- e. Se inició el cronómetro al mismo tiempo que se colocó la manguera dentro de la probeta.
- f. Se midió aproximadamente 4 segundos y luego se sacó la manguera de la probeta.
- g. Se anotó el tiempo y el volumen obtenido.

6. Prueba de calentamiento con etanol

- a. Se utilizó una extensión para suplir de energía eléctrica a la RTD de temperatura de la columna.
- b. Se vertió etanol a aproximadamente 40 % v/v en una cubeta de al menos 12 litros.
- c. Con ayuda de un embudo, se introdujo el etanol en el balón de alimentación de la unidad de recuperación de solventes.

- d. Se cerró la válvula de ingreso y se verificó que la válvula que se encuentra en la parte superior de la torre esté cerrada.
- e. Se encendió el controlador de temperatura con el botón verde que se encuentra en la pared, del lado izquierdo.
- f. Se dejó presionado el botón “Set” mientras se ajusta la temperatura en 95 °C, utilizando los botones con flechas. Se presionó el botón “Heater ON/OFF”.
- g. Se movió la perilla del calentador que se encuentra en la parte derecha de la manta de calentamiento y se ajustó a una temperatura de 350 °C.
- h. Se midió el tiempo desde este momento, hasta que el etanol comenzó a hervir y luego cuando cayó la primera gota de etanol.
- i. Se verificó que la RTD de temperatura del balón muestra un aumento de temperatura con el tiempo y que la RTD de temperatura de la columna marca la temperatura de ebullición del etanol.
- j. Se dejó que el etanol se evapore y se verificó si no existen fugas en las uniones.
- k. Una vez que se obtuvo etanol en el balón de recuperación, se presionó nuevamente el botón de “Heater ON/OFF” para apagar el calentador.
- l. Se esperó a que al manta de calentamiento se enfríe, Se utilizó el termómetro infrarrojo para verificar cuando la temperatura baja de 60 °C.
- m. Se desconectó la RTD de temperatura de la columna, de la extensión.

## 7. Separación de éter dietílico y ácido acético

- a. Se utilizó una extensión eléctrica para suplir de energía eléctrica a la RTD de temperatura de la columna.
- b. Se pesó 1.9 kg de éter y 0.1 kg de ácido acético glacial.
- c. Se mezcló ambos compuestos en una cubeta y se cubrió con papel aluminio.

- d. Se abrió la válvula que conecta el balón de alimentación y el balón principal y se cerró todas las demás válvulas.
- e. Se introdujo la mezcla en el balón de alimentación con ayuda de un embudo.
- f. Se conectó la RTD de temperatura de la columna a un tomacorriente y se encendió la RTD de temperatura del balón principal presionando el botón verde en el panel ubicado en la pared, del lado izquierdo del equipo.
- g. Se registró las temperaturas en dos puntos fijos de la superficie del calentador.
- h. Se registró las temperaturas del balón principal y de la torre.
- i. Se abrió completamente la válvula que suministra agua de enfriamiento al sistema.
- j. Se movió la manecilla de calentamiento a una temperatura de 150 °C.
- k. Se encendió el calentador presionando el botón “Heater ON/OFF”.
- l. Se midió la temperatura de la superficie de la manta de calentamiento con un termómetro infrarrojo y se anotó la temperatura y el tiempo en el que se hizo la medición.
- m. Se anotó la temperatura del balón principal y el tiempo en el que se hizo la medición.
- n. Se anotó la temperatura de la columna del recuperador y el tiempo en el que se hizo la medición.
- o. Se desatornilló las juntas de las mangueras con los serpentines de los condensadores hasta permitir un goteo constante de agua.
- p. Se colocó el bulbo de un termómetro de mercurio sobre el agua de enfriamiento que gotea hasta obtener una medición. Se usó un beaker para recibir el agua que gotea.
- q. Se atornilló las abrazaderas nuevamente.
- r. Se recolectó éter dietílico en el balón de recuperación, utilizando un recipiente de aluminio apropiado para almacenar éter.

- s. Se pesó el éter y se anotó el resultado.
- t. Se apagó el equipo y se esperó a que la solución residual en el balón principal se enfríe.
- u. Se cerró la válvula que suministra agua de enfriamiento al sistema, cuando la RTD de la columna indique una temperatura de 20 a 25 °C.
- v. Se recolectó la solución residual del balón principal en un recipiente y se pesó.
- w. Se repitió el proceso, desde el pesaje del éter dietílico y del ácido acético glacial, hasta la recolección de la solución residual del balón principal. Se realizó una corrida fijando la temperatura del calentador a 250 °C y tres corridas a 350 °C.
- x. Se guardó en frascos individuales una muestra de 5 mL del destilado y 5 mL de la solución residual de cada una de las corridas.
- y. Se rotuló los frascos utilizando masking tape y un lapicero. Incluir nombre del solicitante, fecha, tipo de análisis que se va a realizar y número de corrida a la que corresponde la muestra.

#### 8. Determinación de la densidad del residuo

- a. Se pesó un picnómetro de 25 mL en una balanza digital.
- b. Se agregó parte del residuo y se colocó el termómetro hasta que parte del líquido rebalsó el picnómetro.
- c. Se pesó el picnómetro con solución residual y se anotó la medición.
- d. Se calculó la densidad del residuo con la diferencia de las masas y el volumen del picnómetro. Este procedimiento se realizó para determinar la densidad del residuo en las 5 corridas.

#### 9. Dibujo del diagrama del equipo

- a. Se anotó las partes principales del equipo.
- b. Se determinó qué partes daban más información sobre el estado de la operación.
- c. Se investigaron los símbolos utilizados en diagramas de ingeniería.



d. Se dibujó el diagrama del equipo en AutoCAD.

10. Elaboración del manual de usuario

a. Se anotó las partes de la metodología relacionadas con la puesta en marcha del equipo.

b. Se tomó fotos de las partes importantes del equipo y se agregaron al manual.

c. Se tomó nota de las principales precauciones y advertencias.

d. Se anotó la marca y modelo de las RTD.

e. Se tomó medidas del equipo y se dibujó un plano en AutoCAD con estas medidas.

f. Se tomó foto del equipo y se identificó las partes.

## VII. RESULTADOS

### A. Verificación del funcionamiento de componentes de la unidad de recuperación de solventes

La unidad de recuperación de solventes se compone de los siguientes elementos: Sensores RTD, calentador y condensador. A continuación, se presenta los resultados para la verificación del funcionamiento de estos.

#### 1. Curvas de calibración de las RTD respecto a un termómetro de referencia<sup>3</sup>

Figura 2. Curva de calibración de la RTD de temperatura en el balón principal.

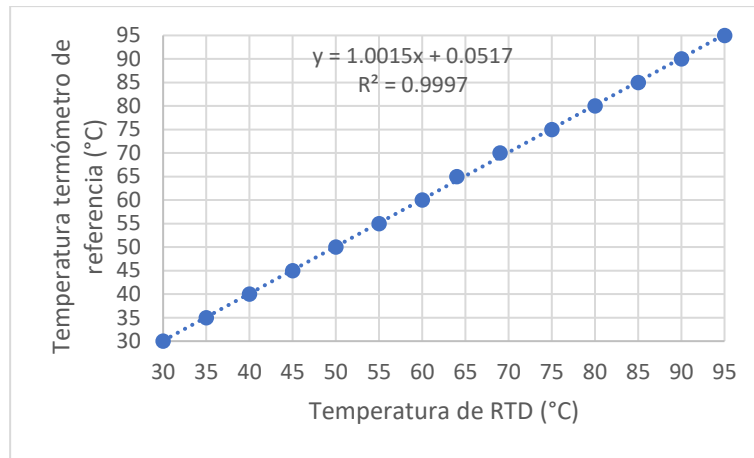
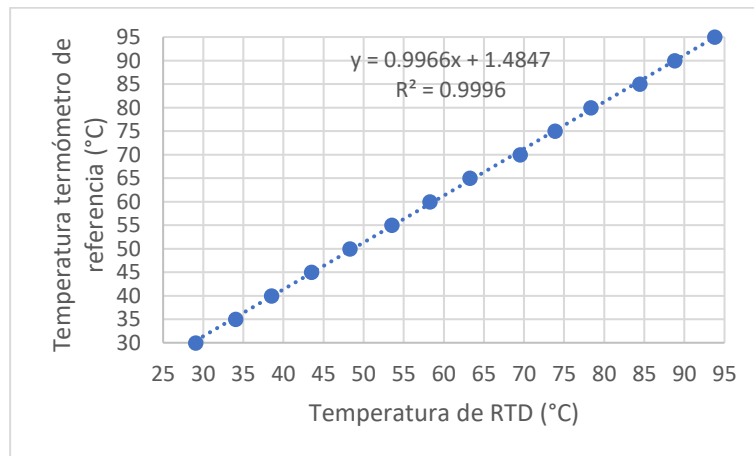


Figura 3. Curva de calibración de la RTD de temperatura en la columna.



<sup>3</sup> Se utilizó un termómetro de mercurio como referencia para verificar el funcionamiento de las RTD.

2. Registro de temperaturas de manta de calentamiento, balón principal y columna de destilación para verificar el funcionamiento del calentador.

Se registró el cambio en la temperatura de la manta de calentamiento, el contenido del balón principal y la columna de destilación cuando se varió la “**velocidad de calentamiento**”<sup>4</sup>.

Figura 4. Temperatura promedio de la manta según la velocidad de calentamiento (temperatura que indica la perilla del calentador).

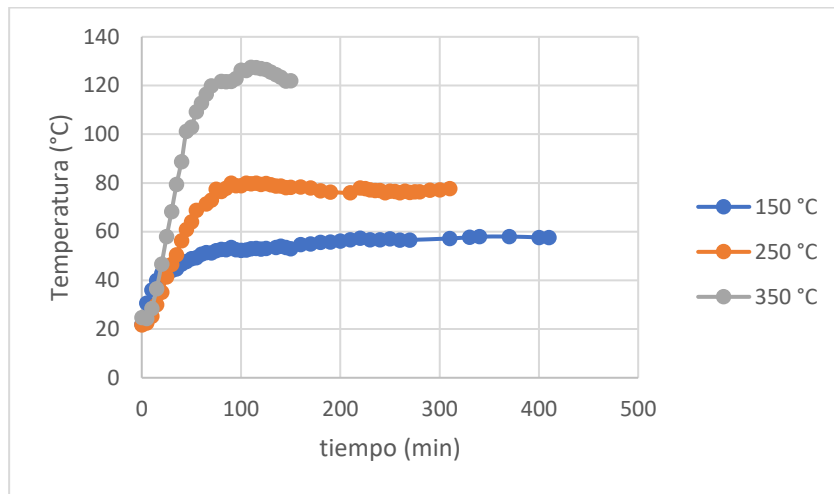
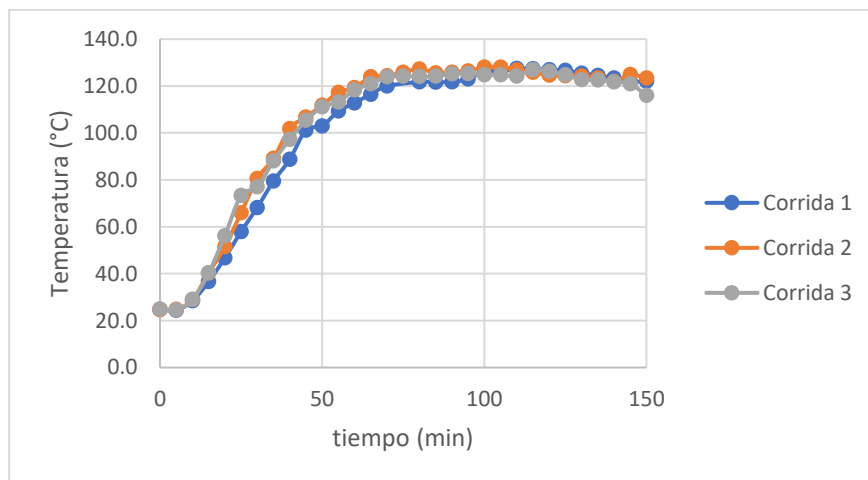


Figura 5. Temperatura promedio de la manta a velocidad de calentamiento de 350 °C en corridas 1, 2 y 3.



<sup>4</sup> Se utiliza el término “velocidad de calentamiento” a la temperatura que indica la perilla del calentador, ya que no se puede medir directamente la temperatura que alcanzan las resistencias eléctricas del calentador.

Figura 6. Temperatura del balón principal según la velocidad de calentamiento (temperatura que indica la manecilla del calentador).

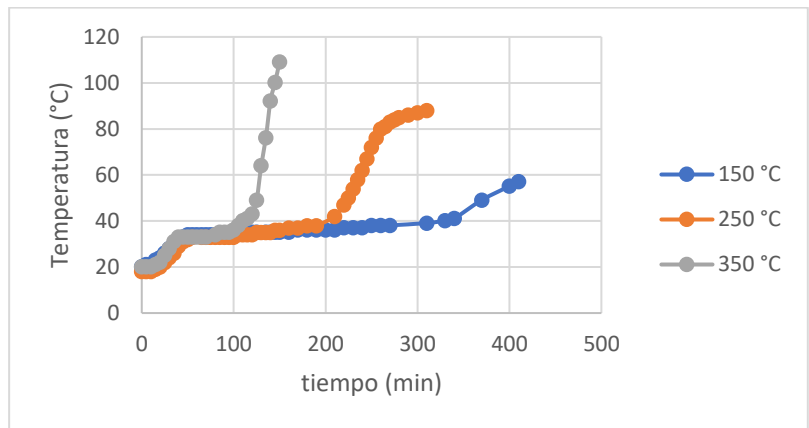


Figura 7. Temperatura del balón principal a velocidad de calentamiento de 350 °C en corridas 1, 2 y 3.

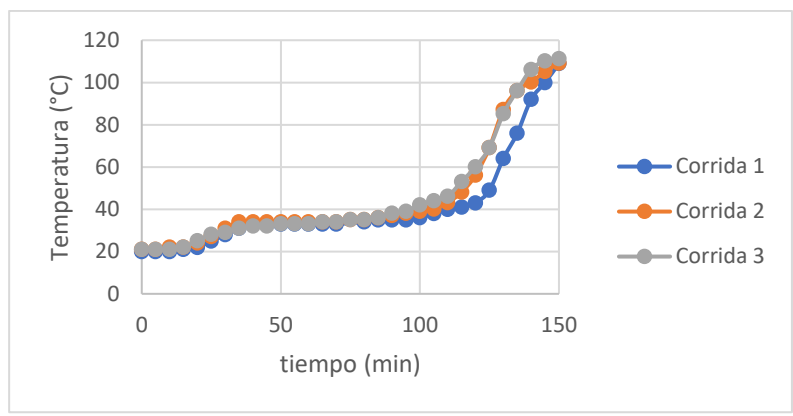


Figura 8. Temperatura promedio en la columna según la velocidad de calentamiento (temperatura que indica la manecilla del calentador).

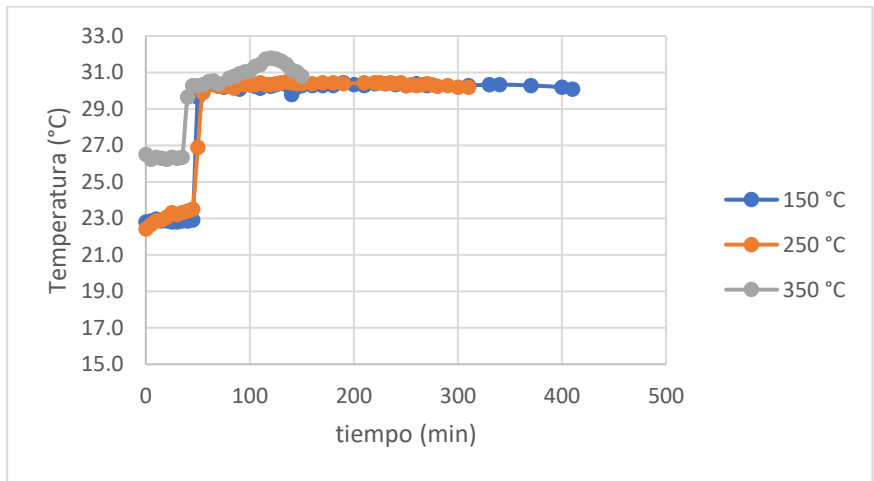
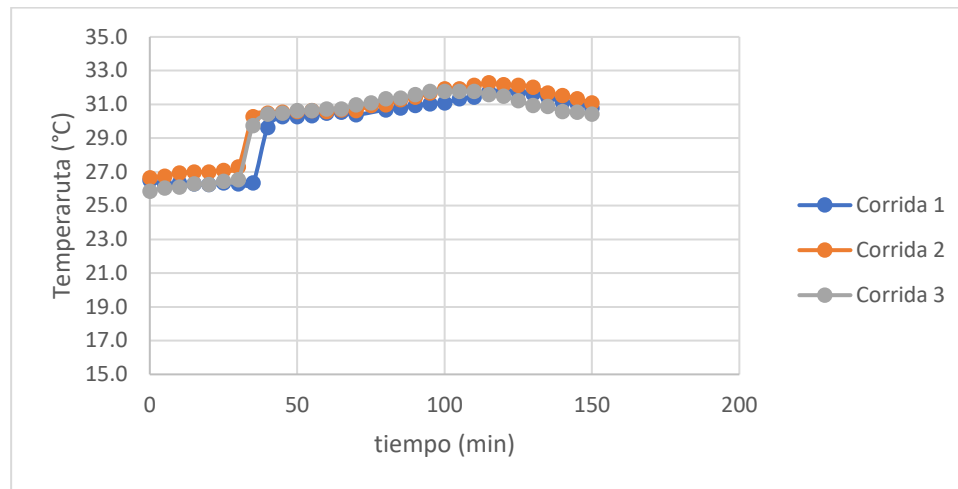


Figura 9. Temperatura promedio en la columna a velocidad de calentamiento de 350 °C en corridas 1, 2 y 3.



### 3. Funcionamiento del condensador

Cuadro 6. Masa de agua de enfriamiento requerida para condensar el éter recuperado, y calor (Q) que es necesario remover en un proceso que utiliza 2 kg de una solución al 95 % de éter (150 minutos y condiciones ambientales 24 °C y 98.1 kPa).<sup>5</sup>

Q (kJ)	Masa de agua requerida (kg)	Intervalo de confianza <sup>6</sup> (kg)	Masa de agua utilizada (kg)
-637.53	172.54	145.07 a 200.01	1676.16

### B. Resultados del balance de masa y energía

Cuadro 7. Balance de masa promedio de las 3 corridas, en un intervalo de tiempo de 150 min y condiciones ambientales 24 °C y 98.1 kPa.

	masa éter inicial (kg)	masa ácido inicial (kg)	masa éter en destilado (kg)	masa éter en residuo (kg)	masa ácido en residuo (kg)
Promedio	1.90	0.10	1.72	0.060	0.100
Desviación estándar	0	0	0.03	0.015	0.003

<sup>5</sup> Los datos son para verificar el funcionamiento del condensador, pero necesitan datos del balance de masa y energía presentados posteriormente.

<sup>6</sup> Los intervalos de confianza se calcularon a un 95 % de confianza.

Cuadro 8. Eficiencia de recuperación de éter dietílico luego del proceso de recuperación de solventes a partir de 2 kg de una solución al 95 % de éter (150 minutos, temperatura y presión ambientales 24 °C y 98.1 kPa).

Eficiencia de recuperación	Intervalo de confianza
91.1%	87.6 % a 94.6 %

Cuadro 9. Calor necesario para llevar a cabo el proceso de recuperación de éter dietílico a partir de 2 kg de una solución al 95 % de éter (150 minutos, temperatura y presión ambientales 24 °C y 98.1 kPa).

Calor requerido (kJ)	Intervalo de confianza (kJ)
703.45	690.48 a 716.42

Cuadro 10. Resultados de la cromatografía de gases (éter dietílico) y cromatografía líquida (ácido acético).

Prueba/Corrida	Ácido acético (m/v)	Pureza de éter*
Prueba 1	2.444%	98.36%
Prueba 2	4.609%	98.36%
Prueba 3	4.065%	96.31%
Corrida 1	4.065%	96.31%
Corrida 2	5.982%	97.10%
Corrida 3	4.362%	97.84%
Promedio corridas	4.803%	97.08%

\*Con base en porcentaje relativo

Figura 10. Resultados de la cromatografía de gases, prueba 1.

```

LIQA Library Search Report
Data Path : C:\msdchem\1\DATA\Ing Quimica\2021\
Data File : 210810-0000001.D
Title :
Acq On : 10 Aug 2021 11:06
Operator : AdeM
Sample : Corrida 1
Misc : Corrida 1
ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0
Unknown Spectrum: Apex
Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

Pk# RT Area% Library/ID Ref# CAS# Qual
1 4.271 0.08 C:\Database\NIST05a.L
Butane, 2-methyl- 698 000078-78-4 81
Butane, 2-methyl- 700 000078-78-4 76
Butane, 2-methyl- 699 000078-78-4 58
2 4.529 0.09 C:\Database\NIST05a.L
Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis- 568 000930-18-7 91
1-Butene, 3-methyl- 554 000563-45-1 90
Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, trans 571 002402-06-4 87
3 4.636 98.36 C:\Database\NIST05a.L
Ethyl ether 825 000060-29-7 52
Ethyl ether 826 000060-29-7 52
Ethane, 1,2-diethoxy- 8558 000629-14-1 47
4 7.455 0.21 C:\Database\NIST05a.L
Ethyl Acetate 1979 000141-78-6 87
Ethyl Acetate 1981 000141-78-6 87
Ethyl Acetate 1982 000141-78-6 64
5 8.370 1.27 C:\Database\NIST05a.L
Ethyl alcohol 95 000064-17-5 91
Ethyl alcohol 93 000064-17-5 91
Ethyl alcohol 94 000064-17-5 91

```

Figura 11. Resultados de la cromatografía de gases, prueba 2.

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\Inq Quimica\2021\  
 Data File : 210810-0000002.D  
 Title :  
 Acq On : 10 Aug 2021 11:24  
 Operator : Adem  
 Sample : Corrida 2  
 Misc : Corrida 2  
 ALS Vial : 2 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	4.271	0.08	C:\Database\NIST05a.L			
			Butane, 2-methyl-	698	000078-78-4	87
			Butane, 2-methyl-	700	000078-78-4	81
			Butane, 2-methyl-	699	000078-78-4	64
2	4.529	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis-	568	000930-18-7	94
			2-Butene, 2-methyl-	557	000513-35-9	90
			2-Butene, 2-methyl-	555	000513-35-9	87
3	4.641	98.36	C:\Database\NIST05a.L			
			Formic acid, ethyl ester	802	000109-94-4	64
			Ethyl ether	826	000060-29-7	53
			Ethane, 1,2-diethoxy-	8558	000629-14-1	50
4	7.455	0.17	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl Acetate	1981	000141-78-6	81
			Ethyl Acetate	1982	000141-78-6	52
			Ethyl Acetate	1979	000141-78-6	50
5	8.375	1.28	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol	95	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	93	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	94	000064-17-5	91

Figura 12. Resultados de la cromatografía de gases, prueba 3.

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\Inq Quimica\2021\  
 Data File : 210810-0000003.D  
 Title :  
 Acq On : 10 Aug 2021 11:43  
 Operator : Adem  
 Sample : Corrida 3  
 Misc : Corrida 3  
 ALS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	4.462	0.12	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclobutane, methyl-	561	000598-61-8	50
			Butane, 2,3-dimethyl-	1802	000079-29-8	50
			Butane, 2,3-dimethyl-	1800	000079-29-8	50
2	4.529	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis-	568	000930-18-7	90
			2-Butene, 2-methyl-	557	000513-35-9	90
			2-Butene, 2-methyl-	553	000513-35-9	90
3	4.641	96.31	C:\Database\NIST05a.L			
			Formic acid, ethyl ester	802	000109-94-4	64
			Ethyl ether	826	000060-29-7	53
			Ethane, 1,2-diethoxy-	8558	000629-14-1	50
4	7.455	0.73	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl Acetate	1979	000141-78-6	91
			Ethyl Acetate	1982	000141-78-6	90
			Ethyl Acetate	1981	000141-78-6	58
5	8.370	2.64	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol	95	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	94	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	93	000064-17-5	91
6	9.847	0.10	C:\Database\NIST05a.L			
			Trichloromethane	8713	000067-66-3	95
			Trichloromethane	8712	000067-66-3	90
			Methane, oxybis(dichloro-	44703	020524-86-1	83

Figura 13. Resultados de la cromatografía de gases, corrida 1.

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\Inq Quimica\2021\  
 Data File : 210810-0000003.D  
 Title :  
 Acq On : 10 Aug 2021 11:43  
 Operator : Adem  
 Sample : Corrida 3  
 Misc : Corrida 3  
 ALS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	4.462	0.12	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclobutane, methyl-	561	000598-61-8	50
			Butane, 2,3-dimethyl- Butane, 2,3-dimethyl-	1802 1800	000079-29-8 000079-29-8	50 50
2	4.529	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis-	568	000930-18-7	90
			2-Butene, 2-methyl- 2-Butene, 2-methyl-	557 553	000513-35-9 000513-35-9	90 90
3	4.641	96.31	C:\Database\NIST05a.L			
			Formic acid, ethyl ester Ethyl ether	802 826	000109-94-4 000060-29-7	64 53
			Ethane, 1,2-diethoxy-	8558	000629-14-1	50
4	7.455	0.73	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl Acetate Ethyl Acetate Ethyl Acetate	1979 1982 1981	000141-78-6 000141-78-6 000141-78-6	91 90 58
5	8.370	2.64	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol Ethyl alcohol Ethyl alcohol	95 94 93	000064-17-5 000064-17-5 000064-17-5	91 91 91
6	9.847	0.10	C:\Database\NIST05a.L			
			Trichloromethane Trichloromethane Methane, oxybis(dichloro-	8713 8712 44703	000067-66-3 000067-66-3 020524-86-1	95 90 83

Figura 14. Resultados de la cromatografía de gases, corrida 2.

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\Inq Quimica\2021\  
 Data File : 210810-0000004.D  
 Title :  
 Acq On : 10 Aug 2021 12:01  
 Operator : Adem  
 Sample : Corrida 4  
 Misc : Corrida 4  
 ALS Vial : 4 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	4.462	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Butane, 2,3-dimethyl- Cyclobutane, methyl- Butane, 2,3-dimethyl-	1801 561 1802	000079-29-8 000598-61-8 000079-29-8	53 52 50
2	4.529	0.10	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis- Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, trans	568 571	000930-18-7 002402-06-4	91 87
			2-Butene, 2-methyl-	553	000513-35-9	87
3	4.636	97.10	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl ether Ethyl ether Ethane, 1,2-diethoxy-	825 826 8558	000060-29-7 000060-29-7 000629-14-1	49 47 47
4	5.152	0.56	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl ether Ethyl ether Ethyl ether	825 824 826	000060-29-7 000060-29-7 000060-29-7	91 91 91
5	7.455	0.51	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl Acetate Ethyl Acetate 2-Butanone, 4-hydroxy-	1982 1981 2001	000141-78-6 000141-78-6 000590-90-9	72 68 64
6	8.370	1.46	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol Ethyl alcohol Ethyl alcohol	93 95 94	000064-17-5 000064-17-5 000064-17-5	91 91 91
7	8.696	0.17	C:\Database\NIST05a.L			
			D-Limonene Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-, (S)- Limonene	15164 15365 15153	005989-27-5 005989-54-8 000138-86-3	83 83 55



Figura 15. Resultados de la cromatografía de gases, corrida 3.

LIQA Library Search Report

Data Path : C:\msdchem\1\DATA\Ing Quimica\2021\  
 Data File : 210810-0000005.D  
 Title :  
 Acq On : 10 Aug 2021 12:20  
 Operator : Adem  
 Sample : Corrida 5  
 Misc : Corrida 5  
 ALS Vial : 5 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex  
 Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	4.462	0.12	C:\Database\NIST05a.L			
			Butane, 2,3-dimethyl-	1800	000079-29-8	64
			Butane, 2,3-dimethyl-	1798	000079-29-8	53
2	4.529	0.11	C:\Database\NIST05a.L			
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, cis-	568	000930-18-7	94
			Cyclopropane, 1,2-dimethyl-, trans	571	002402-06-4	90
3	4.647	97.84	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl ether	826	000060-29-7	58
			Ethyl ether	824	000060-29-7	58
4	5.130	0.40	C:\Database\NIST05a.L			
			Formic acid, ethyl ester	802	000109-94-4	53
			Ethane, 1,2-diethoxy-	8558	000629-14-1	64
5	7.455	0.45	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl Acetate	1979	000141-78-6	90
			Ethyl Acetate	1982	000141-78-6	83
6	8.370	1.08	C:\Database\NIST05a.L			
			Ethyl alcohol	94	000064-17-5	91
			Ethyl alcohol	93	000064-17-5	87

C. Esquema y diagrama del proceso

Figura 16. Esquema del proceso de recuperación de solventes.

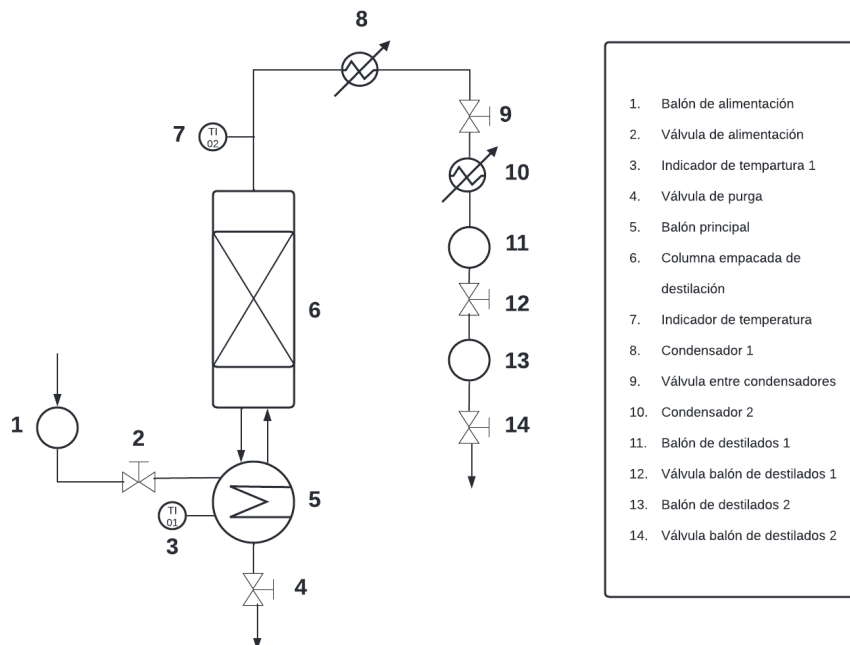
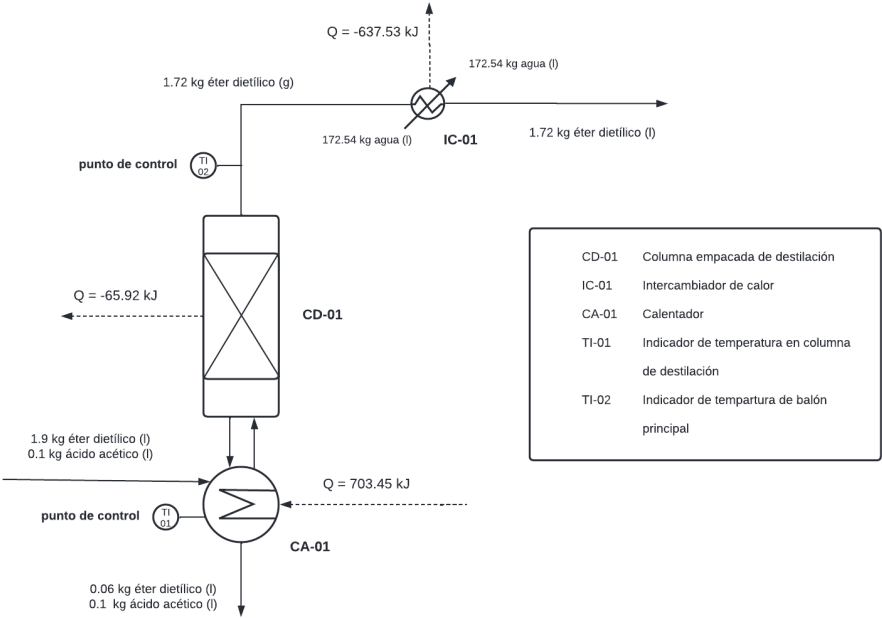


Figura 17. Diagrama del proceso de recuperación de solventes en un intervalo de tiempo de 150 min y condiciones ambientales de temperatura y presión 24 °C y 99.1 kPa.



D. Manual de usuario

El manual de usuario de la Unidad de recuperación de Solventes se encuentra en el Anexo 5.

## VIII. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para poner en marcha el equipo de recuperación de solventes se comenzó por verificar el funcionamiento de sus componentes. Se inició calibrando las RTD de la unidad de recuperación de solventes con el fin de verificar su correcta medición. El equipo cuenta con dos RTD's. Ambas RTD's, la que se encuentra en el balón principal, y la RTD ubicada en la parte superior de la columna, muestran una correlación lineal con el termómetro de mercurio utilizado como referencia. Los coeficientes de determinación ( $R^2$ ) de la RTD del balón y de la columna son de 0.9997 y 0.9996, respectivamente, como se muestra en las figuras 2 y 3. Esto indica que la correlación lineal se ajusta bien a los datos de calibración, y, por lo tanto, las ecuaciones son válidas para convertir las lecturas de ambas RTD en temperaturas del termómetro de referencia. Finalmente, se puede corroborar en el Cuadro 11 que la diferencia más alta entre la temperatura que mide la RTD del balón principal y la temperatura de referencia es de 1 °C, mientras que la diferencia más alta entre la temperatura promedio de la RTD de la columna y la temperatura de referencia es 1.75 °C. La correlación lineal calculada, indica que, en el rango medido, la temperatura que registran las RTD se puede corregir con la curva de calibración para obtener diferencias con la temperatura de referencia, menores a las comentadas anteriormente.

Se comparó la temperatura del calentador con la temperatura de la manta de calentamiento. Esto se hizo para verificar el funcionamiento del calentador al girar la perilla de calentamiento; se analizaron 3 puntos de la perilla que corresponden a las temperaturas de 150°C, 250°C y 350°C. Como se observa en la Figura 4, existe relación entre la temperatura que indica la perilla, la temperatura de la manta y la velocidad de calentamiento, a una mayor velocidad de calentamiento (es decir, una temperatura del calentador más alta) más pronunciada es la pendiente de la temperatura respecto al tiempo. También se observa que la temperatura de la superficie de la manta alcanza un valor estable y constante conforme avanza la operación, sin llegar a la temperatura establecida en el calentador (a 150 °C, 250 °C y 350 °C). Estas temperaturas de estabilidad son mayores conforme se selecciona una mayor temperatura en la perilla del calentador: las temperaturas de estabilidad son cercanas a 60 °C, 80 °C y 120 °C, para las temperaturas de calentamiento 150 °C, 250 °C y 350 °C, respectivamente. Las comparaciones anteriores indican que el calentador alcanza temperaturas suficientes para separar éter dietílico de ácido acético.

También se comparó la temperatura del calentador (a 150 °C, 250 °C y 350 °C) y las RTD del balón principal y de la columna. En la Figura 6 se observa el comportamiento de la temperatura de la disolución dentro del balón principal, variando la temperatura de calentamiento. Como se puede observar en el gráfico, la temperatura en los tres casos (calentamiento a 150 °C, 250 °C y 350 °C) sube a la temperatura de ebullición de la mezcla (entre 33 y 34 °C) y se mantiene constante hasta antes del minuto 70. La variación de temperaturas entre las tres corridas a partir del minuto 70 se debe a que el éter dietílico se evaporó más rápido en las corridas con mayor temperatura de calentamiento. La Figura 8 muestra el comportamiento de la

temperatura en la parte superior de la columna. Estas temperaturas corresponden a la del vapor de éter dietílico, ya que se encuentran entre 30 y 35 °C durante la operación. Esta temperatura alcanza un valor estable después de que la solución en el balón principal llega a su punto de ebullición, el cual se alcanza alrededor del minuto 30, como se observa en la Figura 5. Finalmente, se observa que la temperatura a la cual se da una destilación más rápida es a 350 °C, por lo que se eligió esta temperatura para usar como estándar en la recuperación de éter dietílico debido a que se logran tiempos más cortos de recuperación y la temperatura de la segunda RTD (temperatura superior de la columna) no sobrepasa los 35°C, lo que garantiza que la operación de separación es correcta y no se tienen trazas de ácido acético.

A continuación, se comprobó que el agua suministrada es suficiente para condensar el vapor de éter destilado. Esto se puede verificar en el Cuadro 6, en el cual se muestra la masa de agua requerida, es decir, la masa de agua requerida teóricamente para condensar todo el destilado que sube a través de la columna. El promedio de agua requerida se encuentra entre 145.07 kg a 200.01 kg. Se realizaron mediciones de caudal del agua de los condensadores y se determinó que se usan 1676.16 kg durante el proceso de recuperación de solventes a 350 °C. Se puede observar que lo usado es mayor a lo necesario por lo que el condensador es capaz de retirar todo el calor que debe para condensar el éter.

Se hizo un balance de masa y energía en el equipo para determinar la eficiencia de recuperación de éter dietílico y la energía mínima necesaria para llevar a cabo la operación. En el Cuadro 7 se observa que la cantidad de éter dietílico destilado promedio a 350 °C por 150 minutos es 1.72 kg con desviación estándar de 0.03 kg. La cantidad de éter dietílico en el residuo a las mismas condiciones es 0.060 kg con desviación estándar de 0.015 kg y la cantidad de ácido acético en el residuo es de 0.100 kg y desviación estándar de 0.003 kg. Existe una diferencia entre la entrada y la salida de éter dietílico al proceso. Esto se puede explicar por la evaporación de éter dentro del sistema y en el momento de sacar el éter del balón de recuperación. Además, la diferencia entre el calor necesario para llevar a cabo el proceso y el calor que se retira en el condensador se puede explicar cómo calor disipado al ambiente desde el balón principal, ya que la solución residual se deja enfriar antes de sacarla.

Se observa en el Cuadro 8 que el promedio en la eficiencia de recuperación se encuentra en el intervalo de 87.6 % a 94.6 %. Esto concuerda con los datos investigados, ya que se calcula que la recuperación de solventes por medio de destilación alcanza porcentajes de recuperación de 90 %. Además, el porcentaje de pureza del éter recuperado es de 97.08%. Si se compara con el resultado teórico de 99.8% obtenido por medio de la Figura 1, se tiene una diferencia de 2.72%. El promedio de calor requerido para llevar a cabo la operación, desde el calentamiento hasta la evaporación, a una temperatura de calentador de 350 °C, se encuentra entre 690.48 y 716.42 kJ. Este incluye la energía necesaria para subir la temperatura del éter y del ácido acético y vaporizar el éter que se quiere recuperar. La variación de los resultados puede deberse a errores instrumentales, como la incertidumbre en las mediciones de la masa de la solución y el cálculo de la concentración de ácido acético en el residuo.

Por otra parte, se realizó el diagrama de proceso de recuperación de disolventes para identificar los principales puntos de control del proceso. El primero es el balón principal. La temperatura medida por la RTD en el balón principal indica de manera indirecta la cantidad de disolvente que se encuentra dentro del balón, ya que la temperatura de ebullición de la mezcla, si esta es cercana al punto de ebullición del disolvente, indica una mayor concentración de disolvente. Se seleccionó este como punto crítico de control porque indica el punto de ebullición de la mezcla. Si el punto de ebullición de la mezcla aumenta, significa que cada vez queda menos éter dietílico en el balón y llegará el punto en el que ya no quede éter y el punto de ebullición sea el del ácido acético (117 °C). El segundo punto es la parte superior de la columna. La temperatura medida en esta parte del equipo es un indicador de la pureza del vapor que entra al condensador y que será posteriormente recuperado. Si la temperatura en este punto comienza a subir más allá de la temperatura de ebullición del disolvente puro, significa que se está evaporando otro compuesto no deseado y la pureza del destilado será menor.

Se redactó un manual que cuenta con los siguientes elementos principales: Nombre del equipo, tabla de contenidos, introducción al equipo y a la recuperación de solventes, aspectos de seguridad, características principales, especificaciones técnicas, y descripción de cómo operar el equipo. Este documento tiene como fin orientar al usuario en el uso de la unidad de recuperador de solventes para separar éter dietílico de ácido acético. Debido a que este equipo no contaba previamente con un manual, se redactó uno para que el usuario lo pueda operar de forma segura y obtener resultados satisfactorios. El procedimiento propuesto no asegura una eficiencia de recuperación similar para diferentes disolventes, pero el manual puede utilizarse como guía para arrancar el equipo y ser utilizado por estudiantes e investigadores que deseen hacer pruebas con otras sustancias.

Las principales fuentes de error pueden deberse a la volatilidad del éter, ya que en el momento que se manipula, se evapora cierta cantidad no recuperable. También se puede mencionar la variación aleatoria que puede ocurrir al realizar cierto número de pruebas y corridas. Se recomienda para evitar lo más posible las pérdidas de éter, no mover grandes distancias o agitar excesivamente los recipientes en donde se transporte el éter.

## IX. CONCLUSIONES

1. Se verificó que las RTD del balón principal y de la columna de la unidad de recuperación de solventes funcionan correctamente, con un error máximo respecto a la temperatura de referencia de 1.75 °C. Las lecturas de temperatura de las RTD, del balón principal y de la columna, se ajustan linealmente con un termómetro de mercurio de referencia, con coeficientes de determinación ( $R^2$ ) de 0.9997 y 0.9996 respectivamente. Se verificó que se puede llevar a cabo la recuperación de solventes cuando el calentador llega a una temperatura de 350 °C, mediante la comparación de las temperaturas de calentamiento con las temperaturas de la manta y las temperaturas medidas por las RTD. Se determinó que el promedio de la masa de agua requerida teóricamente para condensar el éter dietílico recuperado se encuentra entre 145.07 a 200.01 kg. Se comprobó que el agua de enfriamiento que circula en los condensadores en una operación a 350 °C y 150 minutos es 1676.16 kg, suficiente para llevar a cabo la operación.
2. Se determinó, con un balance de masa, que el promedio en la eficiencia de recuperación se encuentra en el intervalo de 87.6 % a 94.6 %. Esto concuerda con los datos investigados, ya que se calcula que la recuperación de solventes por medio de destilación alcanza porcentajes de recuperación de 90 %. Se determinó que el porcentaje de pureza del éter recuperado es de 97.08%, lo cual difiere en 2.72% del resultado teórico. Se comprobó por medio de un balance de energía que el promedio de calor requerido para llevar a cabo la operación, desde el calentamiento hasta la evaporación, a una temperatura de calentador de 350 °C, se encuentra entre 690.48 y 716.42 kJ. Este incluye la energía necesaria para subir la temperatura del éter y del ácido acético y vaporizar el éter que se quiere recuperar.
3. Se identificó con ayuda de un diagrama que los principales puntos de control en el proceso de recuperación de solventes están en el balón principal y en la parte superior de la columna de destilación. Se seleccionó el balón principal como punto crítico de control de temperatura porque indica el punto de ebullición de la mezcla en diferentes etapas del proceso. El segundo punto seleccionado se encuentra en la parte superior de la columna, porque la temperatura medida en esta parte del equipo es un indicador de la pureza del vapor que entra al condensador y que será posteriormente recuperado.
4. Se redactó un manual que cuenta con los siguientes elementos principales: Nombre del equipo, tabla de contenidos, introducción al equipo y a la recuperación de solventes, aspectos de seguridad, características principales, especificaciones técnicas, y descripción de cómo operar el equipo. El procedimiento propuesto no asegura una eficiencia de recuperación similar para diferentes

disolventes, pero el manual puede utilizarse como guía para arrancar el equipo y ser utilizado por estudiantes e investigadores que deseen hacer pruebas con otras sustancias.

## X. RECOMENDACIONES

1. Evaluar la posibilidad de que la columna de extracción líquido-líquido se conecte directamente a la unidad de recuperación de solventes, por medio de mangueras y tapones de hule, para evitar el almacenamiento de disoluciones en recipientes externos.
2. Usar otras mezclas para verificar la funcionalidad del manual para la recuperación de otros disolventes, para asegurarse de que el equipo puede recuperar otros disolventes, con el fin de que pueda ser utilizado por estudiantes e investigadores para posibles pruebas de laboratorio.
3. Reutilizar el agua de enfriamiento que sale de la unidad de recuperación de solventes en otros equipos que necesiten agua en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, para evitar descartar toda el agua de la operación en el desagüe.



## XI. BIBLIOGRAFÍA

- Agreda, V.; Zoeller, J. (1993). *Acetic acid and its derivatives (Chemical industries)*. N.Y.: CRC Press.
- Anderson, D.; Sweeney, D.; Williams, T. (2012). *Estadística para negocios y economía*. México, D.F.: Cengage Learning.
- Beytía, J. (s.f.). *MANUAL DE COMISIONADO y PUESTA EN MARCHA DE PROYECTOS*. 10/08/2021, de SERTEC Sitio web:  
[http://sertecsa.net/sertec/documentos/MANUAL\\_DE\\_Comisionamiento%20\\_BRIEF.pdf](http://sertecsa.net/sertec/documentos/MANUAL_DE_Comisionamiento%20_BRIEF.pdf)
- Chang, R.; Goldsby, K. A. (2013). *Química, undécima edición*. México D.F.: McGraw-Hill.
- Charat Patel, B.; Sinha, G. R.; Goel, N. (2020). *Introduction to sensors. En Advances in Modern Sensors: Physics, design, simulation, and applications (I-1 - 1- 21)*. London: IOP publishing.
- Cheremisinoff, Paul N. (1995). *Waste Minimization and Cost Reduction for the Process Industries*. New Jersey: Noyes Publicatios. p.p. 1–51.
- Cseri, L.; Razali, M.; Pogany, P.; Szekely, G. (2018). *Organic Solvents in Sustainable Synthesis and Engineering*. En *Green Chemistry: An inclusive approach* (p.p. 513 - 553). Massachusetts: Elsevier.
- Errossa, V. (2005). *Proyectos de Inversión en ingeniería, su metodología*. México. Ed. Limusa. 225 p.p.
- Felder, R.; Rousseau, R. (2004). *Principios elementales de los procesos químicos*, 3a. edición. México: Limusa Wiley.
- Gutiérrez, M.; Iturralde, S. (2017). *Fundamentos básicos de instrumentación y control*. Ecuador: Editorial UPSE.
- Mukherjee, S. (2005). *Preparations for InitialStartup of a Process Unit*. *Chemical Engineering*, 112(1), 36 - 42 p.p.
- Montiel, H. P. (2015). *Física General*. Grupo Editorial Patria.
- Monticelli, F. (2014). *Diethyl Ether*. En *Encyclopedia of Toxicology (Third Edition)* (p.p. 138 - 139). USA: Elsevier.
- Mujtaba, I. M. (2004). *Batch distillation design and operation*. Londres: Imperial College Press.
- New Jersey Department of Health [NJHealth]. (2016). *Hoja informativa sobre sustancias peligrosas*. Extraído de: <https://www.nj.gov/health/eoh/rtkweb/documents/fs/0004sp.pdf>

Perry, R. H.; Green, D. W. (2008). *Perry's chemical engineers' handbook, eighth edition*. McGraw-Hill: USA.

Smallwood, I. (2002). *Solvent Recovery Handbook*. USA: CRC Press.

Smith, J. M.; Van Ness, H. C.; Abbott, M. M. (2007). *Introducción a la termodinámica en ingeniería química*. México, D.F.: McGraw-Hill.

SUPELCO (2020). *Ficha de datos de seguridad: Ácido acético glacial*. Extraído de: [https://www.merckmillipore.com/GT/es/product/msds/MDA\\_CHEM-101830?Origin=PDP](https://www.merckmillipore.com/GT/es/product/msds/MDA_CHEM-101830?Origin=PDP)

Towler, G.; Sinnott, R. (2008). *Chemical engineering design: Principles, practice and economics of plant and process design*. USA: Elsevier.

Treybal, Robert. (1987). *Operaciones de transferencia de masa, segunda edición*. McGraw-Hill: Estados Unidos.

Weissermel, Klaus; Arpe, Hans-Jergen (2003). *Industrial Organic Chemistry || Oxidation Products Ethylene*. pp. 145-192.

## XII. ANEXOS

### A. Anexo 1: Imágenes de la realización del trabajo de graduación.

Figura 18. Vista frontal de la unidad de recuperación de solventes.



Figura 19. Vista lateral de la unidad de recuperación de solventes.



Figura 20. Indicador de temperatura de la columna.

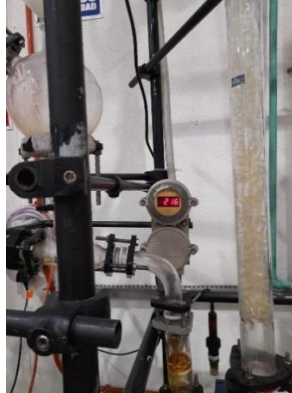


Figura 21. Controlador de temperatura del balón.



Figura 22. Materiales utilizados para elaborar la curva de calibración de las RTD de temperatura.



Figura 23. Conexión de manguera con intercambiador de calor.



Figura 24. Instalación de espiga eléctrica al indicador de temperatura de la parte superior de la columna.

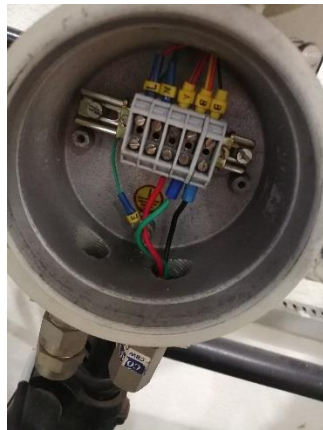
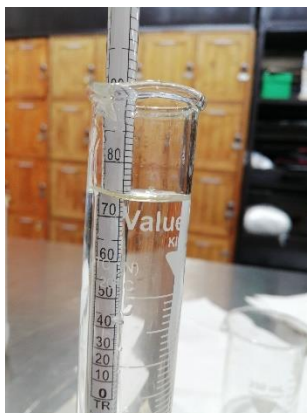


Figura 25. Solución de etanol utilizada en la prueba de evaporación.



Figura 26. Solución de etanol obtenida luego de la prueba de evaporación.



## B. Anexo 2: Datos originales

Cuadro 11. Registro de temperaturas (T) para la calibración de las RTD en el balón principal y en la columna de la unidad de recuperación de solventes.

T termómetro (°C)	T balón (°C)	T columna (°C)		
		bajo	alto	promedio
30	30	28.7	29.4	29.05
35	35	33.6	34.5	34.05
40	40	38	39	38.5
45	45	43	44	43.5
50	50	47.6	49	48.3
55	55	52.9	54.1	53.5
60	60	57.5	59	58.25
65	64	62.4	64.1	63.25
70	69	68.8	70.2	69.5
75	75	73	74.7	73.85
80	80	77.4	79.3	78.35
85	85	83.8	85.1	84.45
90	90	88.2	89.4	88.8
95	95	93.2	94.4	93.8

\* Se utilizó un termómetro de mercurio como temperatura de referencia.

Cuadro 12. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
0	22	22	22	22	22
5	31.6	29.8	30.7	30.7	30.7
10	37	35.2	36.3	35.9	36.1
15	42	37.9	40.75	39.15	39.95
20	45.7	40.1	43.3	42.5	42.9
25	48.6	36.7	44.65	40.65	42.65
30	50.3	37.8	47.65	40.45	44.05
35	52	37.4	47.1	42.3	44.7
40	53.5	39.8	50.65	42.65	46.65
45	54.4	41	51.2	44.2	47.7
50	54.8	43	50.3	47.5	48.9
55	55.6	43	54.1	44.5	49.3
60	56.3	45.2	54.95	46.55	50.75
65	56.5	46.5	57.4	45.6	51.5
70	56.6	46	53	49.6	51.3
75	56.5	48	58.15	46.35	52.25
80	57.2	48.4	55.7	49.9	52.8
85	57.1	48.1	56.8	48.4	52.6
90	57	50	57.2	49.8	53.5
95	57.5	47.7	54.6	50.6	52.6
100	57.2	47.5	56.75	47.95	52.35
105	57.1	48	53.65	51.45	52.55
110	57.3	48.8	56.75	49.35	53.05
115	57.6	48.8	55.6	50.8	53.2
120	57.4	48.3	56.85	48.85	52.85
125	57.3	48.9	57.7	48.5	53.1
135	57.1	50.1	58	49.2	53.6
140	57.3	50.7	56	52	54
145	57.1	49.9	55	52	53.5
150	57.3	48.7	56.7	49.3	53
160	58.5	50.9	56.1	53.3	54.7
170	59.3	50.7	60	50	55
180	59.9	51.5	59.7	51.7	55.7
190	60.2	51.3	59.05	52.45	55.75
200	60.5	51.8	61.25	51.05	56.15
210	61.4	52	60.4	53	56.7

Cuadro 12 (CONTINUACIÓN). Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
220	61.3	53.4	62.35	52.35	57.35
230	61.7	51.8	62.65	50.85	56.75
240	61	52.5	60.75	52.75	56.75
250	61.2	52.9	62.05	52.05	57.05
260	61	52.1	62.35	50.75	56.55
270	61.2	52	61.1	52.1	56.6
310	61.9	52.5	58.3	56.1	57.2
330	62.4	53	63	52.4	57.7
340	62.8	53.1	63.15	52.75	57.95
370	62.4	53.6	59.4	56.6	58
400	63	52.3	63.25	52.05	57.65
410	62.6	52.5	61.75	53.35	57.55

Cuadro 13. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
0	20	21.5	21.3	21.4
5	21	21.6	21.3	21.45
10	21	21.8	21.3	21.55
15	23	21.6	21.3	21.45
20	24	21.2	21.7	21.45
25	26	21.3	21.5	21.4
30	28	21.3	21.5	21.4
35	30	21.3	21.6	21.45
40	32	21.7	21.2	21.45
45	33	21.4	21.6	21.5
50	34	27.9	28.6	28.25
55	34	29.1	28.3	28.7
60	34	29.1	28.8	28.95
65	34	29.2	28.8	29
70	34	29.2	28.5	28.85
75	34	29.2	28.4	28.8
80	34	29.3	28.4	28.85
85	34	28.5	29.2	28.85
90	34	28.4	29	28.7



Cuadro 13 (CONTINUACIÓN). Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
95	34	29.4	28.5	28.95
100	35	29.2	28.7	28.95
105	35	29.3	28.4	28.85
110	35	29	28.5	28.75
115	35	29.4	28.5	28.95
120	35	29.3	28.4	28.85
125	35	29.4	28.5	28.95
135	35	29.4	28.5	28.95
140	35	29.4	28.4	28.4
145	35	29.2	28.4	28.8
150	35	29.3	28.5	28.9
160	35	29.4	28.4	28.9
170	36	29	28.8	28.9
180	36	29.3	28.5	28.9
190	36	29.4	28.7	29.05
200	36	29.4	28.5	28.95
210	36	29.3	28.5	28.9
220	37	29.5	28.5	29
230	37	29.3	28.7	29
240	37	29.4	28.5	28.95
250	38	29.1	28.7	28.9
260	38	29.4	28.6	29
270	38	29.4	28.4	28.9
310	39	29.3	28.5	28.9
330	40	29.4	28.5	28.95
340	41	29.4	28.5	28.95
370	49	29.3	28.5	28.9
400	55	29.2	28.4	28.8
410	57	29.1	28.3	28.7

Cuadro 14. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
0	21.9	21.7	22.5	21.1	21.8
5	23.1	21.9	22.9	22.1	22.5
10	27.5	23	25.55	24.95	25.25
15	33.9	26.2	30.95	29.15	30.05
20	41	29.2	36.9	33.3	35.1
25	49.9	33	47.35	35.55	41.45
30	55.5	37.6	50.95	42.15	46.55
35	61.3	39.8	55.45	45.65	50.55
40	66.3	46.2	57.75	54.75	56.25
45	71.3	50.6	66.05	55.85	60.95
50	74.8	53.3	66.75	61.35	64.05
55	78.3	59.2	73.65	63.85	68.75
65	82.8	59.9	75.35	67.35	71.35
70	84.4	61.7	77.05	69.05	73.05
75	86.1	68.8	79.95	74.95	77.45
80	88	65	77.8	75.2	76.5
85	88.6	67.2	80.5	75.3	77.9
90	88.7	71.3	85.6	74.4	80
95	88.1	69.6	84.45	73.25	78.85
100	89.1	68.6	83.95	73.75	78.85
105	89.2	70.8	85.9	74.1	80
110	89.3	70.1	81.2	78.2	79.7
115	89.8	70	82.7	77.1	79.9
120	89.2	69.7	83.45	75.45	79.45
125	89	70.6	84.9	74.7	79.8
130	88.6	69.9	85.15	73.35	79.25
135	88.2	69.3	80.75	76.75	78.75
140	87.4	70.2	83	74.6	78.8
145	86.9	69.3	84	72.2	78.1
150	87.1	69.4	82.85	73.65	78.25
160	86.8	70	82.2	74.6	78.4
170	86.1	69.9	83.7	72.3	78
180	85.8	67.7	82.75	70.75	76.75
190	85.6	67	79.4	73.2	76.3

Cuadro 14 (CONTINUACIÓN). Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
210	85.3	66.8	81.75	70.35	76.05
220	85.4	70.6	81	75	78
225	85.8	69.6	79	76.4	77.7
230	85.4	69	79.6	74.8	77.2
235	85.4	68.5	81.05	72.85	76.95
240	86.2	67.7	81.95	71.95	76.95
245	85.4	66.5	78.95	72.95	75.95
250	85.3	68.1	82	71.4	76.7
255	85.5	67.5	79.6	73.4	76.5
260	85.1	67	77.85	74.25	76.05
265	85.4	68	82	71.4	76.7
270	85.3	67	79.25	73.05	76.15
275	85.9	67	81.55	71.35	76.45
280	85.6	67.2	82.4	70.4	76.4
290	85.9	68.3	80.1	74.1	77.1
300	86.4	67.9	82.75	71.55	77.15
310	86.9	68.6	82.75	72.75	77.75

Cuadro 15. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
0	18	21.3	20.7	21
5	18	21.5	21	21.25
10	18	21.6	21.3	21.45
15	19	21.6	21.4	21.5
20	20	21.8	21.5	21.65
25	22	22.1	21.7	21.9
30	24	22	21.6	21.8
35	26	22.2	21.6	21.9
40	29	22.3	21.7	22
45	31	22.4	21.8	22.1
50	32	25.8	25.2	25.5
55	33	28.9	28.1	28.5
65	33	29.3	28.6	28.95
70	33	29.2	28.5	28.85

Cuadro 15 (CONTINUACIÓN). Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
75	33	29.2	28.5	28.85
80	33	29.2	28.5	28.85
85	33	29.4	28.1	28.75
90	33	29.4	28.6	29
95	33	29.4	28.5	28.95
100	33	29.4	28.5	28.95
105	34	29.4	28.5	28.95
110	34	29.5	28.6	29.05
115	34	29.4	28.5	28.95
120	34	29.4	28.5	28.95
125	35	29.3	28.7	29
130	35	29.4	28.7	29.05
135	35	29.5	28.7	29.1
140	35	29.4	28.7	29.05
145	36	29.4	28.6	29
150	36	29.4	28.6	29
160	37	29.4	28.6	29
170	37	29.5	28.6	29.05
180	38	29.5	28.6	29.05
190	38	29.4	28.6	29
210	42	29.5	28.6	29.05
220	47	29.4	28.7	29.05
225	50	29.5	28.6	29.05
230	54	29.4	28.6	29
235	58	29.5	28.6	29.05
240	62	29.5	28.5	29
245	67	29.5	28.6	29.05
250	72	29.3	28.5	28.9
255	76	29.4	28.5	28.95
260	80	29.3	28.5	28.9
265	81	29.4	28.5	28.95
270	83	29.4	28.6	29
275	84	29.4	28.5	28.95
280	85	29.3	28.4	28.85
290	86	29.3	28.5	28.9
300	87	29.3	28.3	28.8
310	88	29.2	28.4	28.8

Cuadro 16. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la PRUEBA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
0	25.1	24.4	25.6	24.0	24.8
5	25	23.7	24.4	24.4	24.4
10	31.8	25	29.3	27.5	28.4
15	45.4	27.8	39.0	34.2	36.6
20	58.8	34.6	48.3	45.1	46.7
25	71.9	44	62.9	53.1	58.0
30	86.1	50.3	70.3	66.1	68.2
35	98.3	60.6	82.6	76.4	79.5
40	107.5	69.9	92.8	84.6	88.7
45	118.3	84.1	103.8	98.6	101.2
50	122.9	83	106.0	100.0	103.0
55	129.3	89.3	111.3	107.3	109.3
60	132.5	93.1	114.5	111.1	112.8
65	138	95	122.0	111.0	116.5
70	139.7	100.2	121.0	119.0	120.0
80	140.7	102.8	123.2	120.4	121.8
85	141.9	101.3	122.8	120.4	121.6
90	141.5	102	124.7	118.9	121.8
95	142.5	103.4	127.0	119.0	123.0
100	148.9	103.7	128.4	124.2	126.3
105	147.7	104.8	131.3	121.3	126.3
110	148	107	131.5	123.5	127.5
115	146	108.7	133.3	121.5	127.4
120	146	108	129.8	124.2	127.0
125	144.9	108.4	131.0	122.4	126.7
130	143.4	107.6	127.9	123.1	125.5
135	142.7	106.3	130.0	119.0	124.5
140	140.1	106.7	128.3	118.5	123.4
145	140.2	103.6	124.1	119.7	121.9
150	139.4	104.6	125.1	118.9	122.0

Cuadro 17. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
0	20	25.6	24.6	25.1
5	20	25.2	24.5	24.9
10	20	25.2	24.7	25.0
15	21	25.3	24.5	24.9
20	22	25.2	24.5	24.9
25	25	25.3	24.6	25.0
30	28	25.2	24.6	24.9
35	31	25.3	24.6	25.0
40	33	28.6	27.9	28.3
45	33	29.3	28.5	28.9
50	33	29.3	28.5	28.9
55	33	29.4	28.5	29.0
60	33	29.5	28.7	29.1
65	33	29.6	28.7	29.2
70	33	29.3	28.7	29.0
80	34	29.7	28.9	29.3
85	35	29.8	29	29.4
90	35	30	29.1	29.6
95	35	30	29.3	29.7
100	36	30.1	29.3	29.7
105	38	30.4	29.5	30.0
110	40	30.4	29.7	30.1
115	41	30.8	29.9	30.4
120	43	30.9	29.9	30.4
125	49	30.8	29.9	30.4
130	64	30.7	29.8	30.3
135	76	30.5	29.6	30.1
140	92	30.1	29.4	29.8
145	100	30	29.3	29.7
150	109	29.8	29	29.4

Cuadro 18. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la CORRIDA 1 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
0	25.1	24.4	25.6	24.0	24.8
5	25	23.7	24.4	24.4	24.4
10	31.8	25	29.3	27.5	28.4
15	45.4	27.8	39.0	34.2	36.6
20	58.8	34.6	48.3	45.1	46.7
25	71.9	44	62.9	53.1	58.0
30	86.1	50.3	70.3	66.1	68.2
35	98.3	60.6	82.6	76.4	79.5
40	107.5	69.9	92.8	84.6	88.7
45	118.3	84.1	103.8	98.6	101.2
50	122.9	83	106.0	100.0	103.0
55	129.3	89.3	111.3	107.3	109.3
60	132.5	93.1	114.5	111.1	112.8
65	138	95	122.0	111.0	116.5
70	139.7	100.2	121.0	119.0	120.0
80	140.7	102.8	123.2	120.4	121.8
85	141.9	101.3	122.8	120.4	121.6
90	141.5	102	124.7	118.9	121.8
95	142.5	103.4	127.0	119.0	123.0
100	148.9	103.7	128.4	124.2	126.3
105	147.7	104.8	131.3	121.3	126.3
110	148	107	131.5	123.5	127.5
115	146	108.7	133.3	121.5	127.4
120	146	108	129.8	124.2	127.0
125	144.9	108.4	131.0	122.4	126.7
130	143.4	107.6	127.9	123.1	125.5
135	142.7	106.3	130.0	119.0	124.5
140	140.1	106.7	128.3	118.5	123.4
145	140.2	103.6	124.1	119.7	121.9
150	139.4	104.6	125.1	118.9	122.0

Cuadro 19. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 1 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
0	20	25.6	24.6	25.1
5	20	25.2	24.5	24.9
10	20	25.2	24.7	25.0
15	21	25.3	24.5	24.9
20	22	25.2	24.5	24.9
25	25	25.3	24.6	25.0
30	28	25.2	24.6	24.9
35	31	25.3	24.6	25.0
40	33	28.6	27.9	28.3
45	33	29.3	28.5	28.9
50	33	29.3	28.5	28.9
55	33	29.4	28.5	29.0
60	33	29.5	28.7	29.1
65	33	29.6	28.7	29.2
70	33	29.3	28.7	29.0
80	34	29.7	28.9	29.3
85	35	29.8	29	29.4
90	35	30	29.1	29.6
95	35	30	29.3	29.7
100	36	30.1	29.3	29.7
105	38	30.4	29.5	30.0
110	40	30.4	29.7	30.1
115	41	30.8	29.9	30.4
120	43	30.9	29.9	30.4
125	49	30.8	29.9	30.4
130	61	30.7	29.8	30.3
135	73	30.5	29.6	30.1
140	86	30.1	29.4	29.8
145	92	30	29.3	29.7
150	95	29.8	29	29.4



Cuadro 20. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la CORRIDA 2 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
0	25.2	24	25.0	24.2	24.6
5	25.7	23.9	25.7	23.9	24.8
10	32.2	25.7	29.2	28.8	29.0
15	49.6	31	45.4	35.2	40.3
20	66	36.9	52.9	50.1	51.5
25	83.5	48.3	71.4	60.4	65.9
30	100.9	60.1	83.1	77.9	80.5
35	109.4	68.8	92.0	86.2	89.1
40	120.8	82.9	107.3	96.5	101.9
45	129.5	84.1	108.6	105.0	106.8
50	134.5	89	114.3	109.3	111.8
55	139.8	94.7	118.6	116.0	117.3
60	141.8	96.8	122.3	116.3	119.3
65	146.4	101.4	129.1	118.7	123.9
70	147	101.8	129.7	119.1	124.4
75	147	104.7	130.4	121.4	125.9
80	147.1	107.4	133.0	121.6	127.3
85	146.5	104.7	129.4	121.8	125.6
90	146.2	105.6	129.9	121.9	125.9
95	146.6	106.1	127.9	124.9	126.4
100	148.5	107.7	130.5	125.7	128.1
105	147.9	108.2	131.2	125.0	128.1
110	145	108.6	131.7	121.9	126.8
115	146.2	105.5	127.0	124.8	125.9
120	144.1	105.2	126.6	122.8	124.7
125	142.4	106.3	126.3	122.5	124.4
130	142.5	105.8	126.7	121.7	124.2
135	141.1	105.6	129.2	117.6	123.4
140	138.5	105.2	127.7	116.1	121.9
145	143.7	106.1	126.1	123.7	124.9
150	141.3	105.4	124.5	122.3	123.4

Cuadro 21. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 2 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
0	21	25.6	24.9	25.3
5	21	25.7	25	25.4
10	22	25.8	25.3	25.6
15	22	26	25.2	25.6
20	24	25.9	25.3	25.6
25	27	26.1	25.3	25.7
30	31	26.3	25.5	25.9
35	34	29.3	28.5	28.9
40	34	29.5	28.7	29.1
45	34	29.5	28.8	29.2
50	34	29.6	28.8	29.2
55	34	29.7	28.8	29.3
60	34	29.5	28.9	29.2
65	34	29.7	28.9	29.3
70	34	29.9	28.6	29.3
75	35	29.9	29.2	29.6
80	35	29.9	29.3	29.6
85	36	30.3	29.5	29.9
90	37	30.4	29.7	30.1
95	38	30.8	29.8	30.3
100	39	31	30.1	30.6
105	40	31	30.1	30.6
110	43	31.2	30.3	30.8
115	48	31.3	30.5	30.9
120	56	31.2	30.4	30.8
125	69	31.2	30.3	30.8
130	87	31.1	30.2	30.7
135	96	30.7	29.9	30.3
140	97	30.6	29.7	30.2
145	98	30.4	29.5	30.0
150	98	30	29.4	29.7

Cuadro 22. Registro de temperaturas de la manta de calentamiento para la CORRIDA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T de la manta de calentamiento (°C)				
	punto 1	punto 2	punto 3	punto 4	promedio
0	25.1	24.7	25.8	24	24.9
5	25.7	23.3	25.1	23.9	24.5
10	32.5	25.6	29.65	28.45	29.05
15	50.7	29.8	43.25	37.25	40.25
20	72.2	40.1	61.15	51.15	56.15
25	92	54.6	77.8	68.8	73.3
30	96.8	57.1	82.35	71.55	76.95
35	107.4	68.8	89.8	86.4	88.1
40	119	75.4	98.8	95.6	97.2
45	127.1	83.6	109.55	101.15	105.35
50	133	89.2	112.7	109.5	111.1
55	135	91.4	118	108.4	113.2
60	140.6	96.1	123.25	113.45	118.35
65	144.1	97.7	122	119.8	120.9
70	145.1	102.8	128.85	119.05	123.95
75	145.3	103.1	126.2	122.2	124.2
80	145.4	102.7	129.05	119.05	124.05
85	144.3	104	128.35	119.95	124.15
90	144.9	105.5	126.4	124	125.2
95	145.2	105.4	126.6	124	125.3
100	143	106.4	128.5	120.9	124.7
105	141.6	107.9	126.55	122.95	124.75
110	142.6	105.8	125.3	123.1	124.2
115	148	105.9	132.25	121.65	126.95
120	144	108.6	131.9	120.7	126.3
125	142.3	107.1	126.1	123.3	124.7
130	140.9	104.5	128	117.4	122.7
135	139.9	105.3	126.6	118.6	122.6
140	139.1	104.4	124.75	118.75	121.75
145	133.8	108.1	122.45	119.45	120.95
150	125	107	121.1	110.9	116

Cuadro 23. Registro de temperaturas del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).

Tiempo (min)	T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
		alta	baja	promedio
0	21	24.6	24.3	24.45
5	21	25	24.3	24.65
10	21	25	24.4	24.7
15	22	25.2	24.6	24.9
20	25	25.1	24.6	24.85
25	28	25.3	24.8	25.05
30	29	25.4	24.9	25.15
35	31	28.8	27.9	28.35
40	32	29.5	28.6	29.05
45	32	29.7	28.5	29.1
50	33	29.7	28.8	29.25
55	33	29.6	28.9	29.25
60	33	29.8	28.9	29.35
65	34	29.7	29	29.35
70	34	30	29.2	29.6
75	35	30.1	29.3	29.7
80	35	30.3	29.6	29.95
85	36	30.4	29.6	30
90	38	30.6	29.8	30.2
95	39	30.9	29.9	30.4
100	42	30.8	30	30.4
105	44	30.9	29.9	30.4
110	46	30.8	30	30.4
115	53	30.6	29.8	30.2
120	60	30.5	29.7	30.1
125	69	30.3	29.4	29.85
130	85	30	29.1	29.55
135	96	29.8	29.2	29.5
140	106	29.6	28.8	29.2
145	110	29.5	28.8	29.15
150	111	29.5	28.6	29.05

Cuadro 24. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la prueba 1.

Masa éter (kg)	masa ácido (kg)	masa final éter(kg)	masa final residuo (kg)
1.90	0.10	1.55	0.36

Cuadro 25. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la prueba 2.

Masa éter (kg)	masa ácido (kg)	masa final éter(kg)	masa final residuo (kg)
1.9	0.100	1.71	0.13

Cuadro 26. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la prueba 3.

Masa éter (kg)	masa ácido (kg)	masa final éter(kg)	masa final residuo (kg)
1.9	0.100	1.7	0.17

Cuadro 27. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la corrida 1.

Masa éter (kg)	masa ácido (kg)	masa final éter(kg)	masa final residuo (kg)
1.9	0.100	1.7	0.17

Cuadro 28. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la corrida 2.

Masa éter (kg)	masa ácido (kg)	masa final éter(kg)	masa final residuo (kg)
1.9	0.100	1.75	0.14

Cuadro 29. Masa de entradas (éter y ácido) y de salidas (destilado y residuo) de la unidad de recuperación de solventes en la corrida 3.

masa éter (kg)	masa ácido (kg)	masa final éter (kg)	masa residuo (kg)
1.9	0.100	1.74	0.15

Cuadro 30. Datos para la determinación del caudal de agua de enfriamiento, a 23 °C.

Número	volumen (mL)	tiempo (s)	caudal (mL/s)
1	920	4.90	187.76
2	800	4.17	191.85
3	720	3.99	180.45

Cuadro 31. Temperaturas de entrada y salida del condensador 1.

Prueba/Corrida	tiempo (min)	T entrada (°C)	T salida (°C)
Prueba 1	50	22.69	23.56
	75	22.65	23.32
	100	22.85	23.77
Prueba 2	50	22.94	23.96
	75	22.56	23.50
	100	22.83	23.62
Prueba 3	50	22.89	23.85
	75	22.67	23.36
	100	22.98	23.91
Corrida 1	50	22.89	23.85
	75	22.67	23.36
	100	22.98	23.91
Corrida 2	50	22.88	23.93
	75	22.55	23.46
	100	22.96	23.89
Corrida 3	50	22.79	23.45
	75	22.78	23.54
	100	22.50	23.60

Cuadro 32. Datos para determinar la densidad usando un picnómetro

Prueba/Corrida	masa picnómetro vacío (g)	masa picnómetro lleno(g)	Temperatura (°C)	Volumen picnómetro (mL)
Prueba 1	34.10	58.50	22.40	25
Prueba 2	34.10	58.20	23.00	25
Prueba 3	34.10	58.90	22.80	25
Corrida 1	34.10	58.90	22.80	25
Corrida 2	34.10	58.00	23.40	25
Corrida 3	34.10	59.30	23.00	25

Cuadro 33. Datos de la dilución de muestras de residuo con etanol, para las 5 corridas.

Prueba/Corrida	Volumen muestra (ml)	etanol agregado (mL)
Prueba 1	1	10
Prueba 2	1	15
Prueba 3	1	13
Corrida 1	1	13
Corrida 2	1	10
Corrida 3	1	15

### C. Anexo 3: Cálculos de muestra

Cálculo 1. Corrección de temperatura de la columna en la prueba 1, tiempo 0 utilizando datos de la curva de calibración.

$$0.9966 * 21.5 \text{ }^{\circ}\text{C} + 1.4847 \text{ }^{\circ}\text{C} = 22.9 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Este cálculo se realizó para todos los intervalos de tiempo y en las diferentes pruebas/corridas. Los resultados se encuentran en la sección de datos calculados intermedios.

Cálculo 2. Corrección de temperatura del balón principal en la prueba 1, tiempo 0 utilizando datos de la curva de calibración.

$$1.0015 * 20 \text{ }^{\circ}\text{C} + 0.0517 \text{ }^{\circ}\text{C} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Este cálculo se realizó para todos los intervalos de tiempo y en las diferentes pruebas/corridas. Los resultados se encuentran en la sección de datos calculados intermedios.

Cálculo 3. Temperatura promedio en la columna en el tiempo 0 de la prueba 1.

$$\frac{22.9 \text{ }^{\circ}\text{C} + 22.7 \text{ }^{\circ}\text{C}}{2} = 22.8 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Este cálculo se realizó para obtener la temperatura promedio de la columna en todos los intervalos de tiempo y en el resto de las pruebas/corridas. Se realizó el mismo cálculo para obtener la temperatura promedio de la

manta de calentamiento en todos los intervalos de tiempo y en todas las pruebas/corridas. Los resultados de estos cálculos se encuentran en la sección de datos calculados intermedios.

Cálculo 4. Cálculo del caudal promedio de agua de enfriamiento.

$$\frac{920 \text{ mL/s} + 800 \text{ mL/s} + 720 \text{ mL/s}}{3} = 186.68 \text{ mL/s}$$

Este resultado se encuentra en el Cuadro 40 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 5. Cálculo de la masa de solución en el picnómetro (prueba 1).

$$58.50 \text{ g} - 34.10 \text{ g} = 24.40 \text{ g}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener la masa de solución dentro del picnómetro en cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en el Cuadro 41 la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 6. Densidad de la solución residual o residuo utilizando un picnómetro (prueba 1).

$$\frac{24.40 \text{ g}}{25 \text{ mL}} = 0.9760 \text{ g/mL}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener la densidad de solución dentro del picnómetro en cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en el Cuadro 41 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 7. Cálculo del porcentaje (m/v) de ácido acético en el residuo, a partir de las concentraciones obtenidas en el análisis HPLC (prueba 1).

$$2.444\% * \frac{(1 \text{ mL muestra} + 10.00 \text{ mL etanol})}{1 \text{ mL muestra}} = 26.88\% (m/v)$$

Se realizó un cálculo similar para obtener el porcentaje (m/v) de ácido acético en el residuo en cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en el Cuadro 42 de la sección de Datos Calculados Intermedios.



Cálculo 8. Cálculo del porcentaje (m/m) de ácido acético en el residuo, a partir del porcentaje (m/v) de ácido acético en el residuo.

$$\frac{26.88 \% (m/v)}{0.9760 \text{ g/mL}} = 27.5 \% (m/m)$$

Se realizó un cálculo similar para obtener el porcentaje (m/m) de ácido acético en el residuo en cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en el Cuadro 42 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 9. Masa de ácido acético en el residuo.

$$27.5 \% (m/m) * 0.360 \text{ kg} = 0.099 \text{ kg}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener el porcentaje (m/m) de ácido acético en el residuo en cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en Cuadro 42 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 10. Diferencia entre temperaturas de entrada y salida de agua de enfriamiento en el condensador (prueba 1, tiempo de 50 min).

$$23.56 \text{ }^{\circ}\text{C} - 22.69 \text{ }^{\circ}\text{C} = 0.87 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener la diferencia de temperaturas en los tiempos 75 min y 100 min, de cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en el Cuadro 46 de la sección de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 11. Promedio de diferencias entre temperaturas de entrada y salida de agua de enfriamiento en el condensador (prueba 1).

$$\frac{0.87 \text{ }^{\circ}\text{C} + 0.67 \text{ }^{\circ}\text{C} + 0.92 \text{ }^{\circ}\text{C}}{3} = 0.82 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener el promedio de las diferencias de temperaturas en los tiempos 75 min y 100 min, de cada una de las pruebas/corridas. El resultado de estos cálculos se encuentra en el Cuadro 47 de la sección de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 12. Masa de agua de enfriamiento requerida para condensar el éter.

Se plantea en el balance de energía que la condensación del éter dietílico requiere una transferencia de calor:

$$H_v = Q$$

El calor se transfiere al agua de enfriamiento, que cambia su energía interna:

$$\Delta U_{enfriamiento} = Q$$

Se plantea una igualdad entre ambas expresiones y se resuelve para calcular la masa de agua de enfriamiento necesaria para condensar el éter destilado:

$$\Delta U_{enfriamiento} = H_v$$

$$m_{agua} * C v_{agua} * \Delta T_{agua} = m_{éter} * (H v_{éter} + \int_{33.78^{\circ}C}^{24^{\circ}C} C p(T) dT)$$

$$m_{agua} = \frac{m_{éter} * H v_{éter}}{C v_{agua} * \Delta T_{agua}}$$

$$m_{agua} = \frac{1.55 \text{ kg} * 361.8 \text{ kJ/kg}}{4.18 \frac{\text{kJ}}{\text{kg} * \text{K}} * 0.82^{\circ}C} = 163.63 \text{ kg}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener la masa de agua de enfriamiento necesaria para condensar el éter recuperado en cada una de las pruebas/corridas.

Cálculo 13. Cambio de energía relacionado al calor sensible transferido al éter en la prueba 1.

Primero se calcula el cambio de energía utilizando la expresión integrada del calor específico, utilizando los coeficientes del éter.

$$Cp = C1 * \Delta T + \frac{C2}{2} * (\Delta T)^2 + \frac{C3}{3} * (\Delta T)^3 + \frac{C4}{4} * (\Delta T)^4$$

$$44,400 * (33.78^{\circ}C - 21^{\circ}C) + \frac{1301}{2} * (33.78^{\circ}C - 21^{\circ}C)^2 + \frac{-5.5}{3} * (33.78^{\circ}C - 21^{\circ}C)^3 + \frac{0.008763}{4} * (33.78^{\circ}C - 21^{\circ}C)^4 = 6.7 \times 10^5 \text{ J/kmol}$$

Luego se hizo una conversión para obtener el resultado en kJ/kg

$$6.7 \times 10^5 \frac{\text{J}}{\text{kmol}} * \frac{1 \text{ kJ}}{1000 \text{ J}} * \frac{1 \text{ kmol}}{74.12 \text{ kg}} = 9.9 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$$

En este caso, se usó para la diferencia de temperaturas, la temperatura de ebullición del éter a la presión atmosférica del laboratorio (99.1 kPa) y la temperatura del balón al inicio de la prueba 1. Se realizó un cálculo similar para obtener el cambio de energía relacionado con el aumento de calor sensible hacia el éter para las demás pruebas/corridas.

También se hizo un cálculo similar con el calor sensible del ácido acético, utilizando los coeficientes para el ácido acético y la temperatura final a la que llegó el residuo en el balón principal.

Los resultados de estos cálculos se encuentran en el Cuadro 50 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 14. Cambio de energía relacionado al calor latente del éter en la Corrida 1.

Primero se calcula el cambio de energía utilizando la Ecuación (ec. 12). El éter solo utiliza dos coeficientes, así que la ecuación queda así:

$$Hv = 40,600,000 * \left(1 - \frac{306.93 \text{ K}}{466.7 \text{ K}}\right)^{0.3868} = 2.7 \times 10^7 \text{ J/kmol}$$

Luego se hizo una conversión para obtener el resultado en kJ/kg

$$\frac{2.7 \times 10^7 \text{ J}}{\text{kmol}} * \frac{1 \text{ kJ}}{1000 \text{ J}} * \frac{1 \text{ kmol}}{74.12 \text{ kg}} = 361.8 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener el cambio de energía relacionado con el calor latente del éter para las demás pruebas/corridas. Los resultados de estos cálculos se encuentran en el Cuadro 50 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 15. Calor mínimo que debe transferirse para llevar a cabo la destilación (prueba 1).

$$9.9 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} * 1.9 \text{ kg} + 82.6 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} * 0.099 \text{ kg} + 361.8 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}} * (1.9 - 0.261) \text{ kg} = 620.0 \text{ kJ}$$

Se realizó un cálculo similar para obtener el calor requerido para llevar a cabo la destilación en las demás pruebas/corridas. Los resultados de estos cálculos se encuentran en el Cuadro 50 de la sección de Datos Calculados Intermedios.

Cálculo 16. Promedio de la eficiencia de recuperación de las corridas 1, 2 y 3.

$$\frac{89.5 \% + 92.1 \% + 92.6 \%}{3} = 91.1\%$$

El resultado de este cálculo se encuentra en el Cuadro 8 de la sección de Resultados.

Cálculo 17. Promedio de la masa de agua requerida para condensar el éter dietílico recuperado en las corridas 1, 2 y 3.

$$\frac{174.27 \text{ kg} + 160.71 \text{ kg} + 182.62 \text{ kg}}{3} = 172.54 \text{ kg}$$

El resultado de este cálculo se encuentra en el Cuadro 6 de la sección de Resultados.

Cálculo 18. Promedio del calor requerido para llevar a cabo el proceso de recuperación de solventes en las corridas 1, 2 y 3.

$$\frac{678.5 \text{ kJ} + 704.8 \text{ kJ} + 720.2 \text{ kJ}}{3} = 701.17 \text{ kJ}$$

El resultado de este cálculo se encuentra en el Cuadro 9 de la sección de Resultados.

#### D. Anexo 4: Análisis de error

Cálculo 19. Intervalo de confianza t del promedio de la eficiencia de recuperación de las corridas 1, 2 y 3.

$$\pm 4.3027 * \frac{1.4 \%}{\sqrt{3}} = \pm 3.5 \%$$

El resultado de este cálculo se encuentra en el Cuadro 8 de la sección de Resultados.

Cálculo 20. Intervalo de confianza t de la masa de agua requerida en las corridas 1, 2 y 3.

$$\pm 4.3027 * \frac{11.06 \text{ kg}}{\sqrt{3}} = \pm 27.47 \text{ kg}$$

El resultado de este cálculo se encuentra en el Cuadro 6 de la sección de Resultados.

Cálculo 21. Intervalo de confianza t del calor requerido en las corridas 1, 2 y 3.

$$\pm 4.3027 * \frac{21.06 \text{ kJ}}{\sqrt{3}} = \pm 52.32 \text{ kJ}$$

El resultado de este cálculo se encuentra en el Cuadro 9 de la sección de Resultados.

Cálculo 22. Propagación de incertidumbre en el cálculo de la masa de agua teórica en la prueba 1.

Se utilizó la (ec. 19) del Marco Teórico.

$$\Delta q = 1.55 \left( \frac{0.05 \text{ kg}}{1.55 \text{ kg}} \right)$$

Se realizó un cálculo similar para determinar la propagación de incertidumbre en el cálculo de la masa de agua teórica.

E. Anexo 5: Datos calculados intermedios

Cuadro 34. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
20	22.9	22.7	22.8
21	23.0	22.7	22.9
21	23.2	22.7	23.0
23	23.0	22.7	22.9
24	22.6	23.1	22.9
26	22.7	22.9	22.8
28	22.7	22.9	22.8
30	22.7	23.0	22.9
32	23.1	22.6	22.9
33	22.8	23.0	22.9
34	29.3	30.0	29.6
34	30.5	29.7	30.1
34	30.5	30.2	30.3
34	30.6	30.2	30.4
34	30.6	29.9	30.2
34	30.6	29.8	30.2
34	30.7	29.8	30.2
34	29.9	30.6	30.2
34	29.8	30.4	30.1
34	30.8	29.9	30.3
35	30.6	30.1	30.3
35	30.7	29.8	30.2
35	30.4	29.9	30.1
35	30.8	29.9	30.3
35	30.7	29.8	30.2
35	30.8	29.9	30.3
35	30.8	29.9	30.3
35	30.8	29.8	29.8
35	30.6	29.8	30.2
35	30.7	29.9	30.3
35	30.8	29.8	30.3
36	30.4	30.2	30.3

Cuadro 34 (CONTINUACIÓN). Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 1 (150 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
36	30.7	29.9	30.3
36	30.8	30.1	30.4
36	30.8	29.9	30.3
36	30.7	29.9	30.3
37	30.9	29.9	30.4
37	30.7	30.1	30.4
37	30.8	29.9	30.3
38	30.5	30.1	30.3
38	30.8	30.0	30.4
38	30.8	29.8	30.3
39	30.7	29.9	30.3
40	30.8	29.9	30.3
41	30.8	29.9	30.3
49	30.7	29.9	30.3
55	30.6	29.8	30.2
57	30.5	29.7	30.1

Cuadro 35. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
18	22.7	22.1	22.4
18	22.9	22.4	22.7
18	23.0	22.7	22.9
19	23.0	22.8	22.9
20	23.2	22.9	23.1
22	23.5	23.1	23.3
24	23.4	23.0	23.2
26	23.6	23.0	23.3
29	23.7	23.1	23.4
31	23.8	23.2	23.5
32	27.2	26.6	26.9
33	30.3	29.5	29.9
33	30.7	30.0	30.3
33	30.6	29.9	30.2
33	30.6	29.9	30.2

Cuadro 35 (CONTINUACIÓN). Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 2 (250 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
33	30.6	29.9	30.2
33	30.8	29.5	30.1
33	30.8	30.0	30.4
33	30.8	29.9	30.3
33	30.8	29.9	30.3
34	30.8	29.9	30.3
34	30.9	30.0	30.4
34	30.8	29.9	30.3
34	30.8	29.9	30.3
35	30.7	30.1	30.4
35	30.8	30.1	30.4
35	30.9	30.1	30.5
35	30.8	30.1	30.4
36	30.8	30.0	30.4
36	30.8	30.0	30.4
37	30.8	30.0	30.4
37	30.9	30.0	30.4
38	30.9	30.0	30.4
38	30.8	30.0	30.4
42	30.9	30.0	30.4
47	30.8	30.1	30.4
50	30.9	30.0	30.4
54	30.8	30.0	30.4
58	30.9	30.0	30.4
62	30.9	29.9	30.4
67	30.9	30.0	30.4
72	30.7	29.9	30.3
76	30.8	29.9	30.3
80	30.7	29.9	30.3
81	30.8	29.9	30.3
83	30.8	30.0	30.4
84	30.8	29.9	30.3
85	30.7	29.8	30.2
86	30.7	29.9	30.3
87	30.7	29.7	30.2
88	30.6	29.8	30.2



Cuadro 36. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la PRUEBA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
20	27.0	26.0	26.5
20	26.6	25.9	26.3
20	26.6	26.1	26.3
21	26.7	25.9	26.3
22	26.6	25.9	26.3
25	26.7	26.0	26.3
28	26.6	26.0	26.3
31	26.7	26.0	26.3
33	30.0	29.3	29.6
33	30.7	29.9	30.3
33	30.7	29.9	30.3
33	30.8	29.9	30.3
33	30.9	30.1	30.5
33	31.0	30.1	30.5
33	30.7	30.1	30.4
34	31.1	30.3	30.7
35	31.2	30.4	30.8
35	31.4	30.5	30.9
35	31.4	30.7	31.0
36	31.5	30.7	31.1
38	31.8	30.9	31.3
40	31.8	31.1	31.4
41	32.2	31.3	31.7
43	32.3	31.3	31.8
49	32.2	31.3	31.7
64	32.1	31.2	31.6
76	31.9	31.0	31.4
92	31.5	30.8	31.1
100	31.4	30.7	31.0
109	31.2	30.4	30.8

Cuadro 37. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 1 (350 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
20	27.0	26.0	26.5
20	26.6	25.9	26.3
20	26.6	26.1	26.3
21	26.7	25.9	26.3
22	26.6	25.9	26.3
25	26.7	26.0	26.3
28	26.6	26.0	26.3
31	26.7	26.0	26.3
33	30.0	29.3	29.6
33	30.7	29.9	30.3
33	30.7	29.9	30.3
33	30.8	29.9	30.3
33	30.9	30.1	30.5
33	31.0	30.1	30.5
33	30.7	30.1	30.4
34	31.1	30.3	30.7
35	31.2	30.4	30.8
35	31.4	30.5	30.9
35	31.4	30.7	31.0
36	31.5	30.7	31.1
38	31.8	30.9	31.3
40	31.8	31.1	31.4
41	32.2	31.3	31.7
43	32.3	31.3	31.8
49	32.2	31.3	31.7
61	32.1	31.2	31.6
73	31.9	31.0	31.4
86	31.5	30.8	31.1
92	31.4	30.7	31.0
95	31.2	30.4	30.8

Cuadro 38. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 2 (350 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
21	27.0	26.3	26.6
21	27.1	26.4	26.7
22	27.2	26.7	26.9
22	27.4	26.6	27.0
24	27.3	26.7	27.0
27	27.5	26.7	27.1
31	27.7	26.9	27.3
34	30.7	29.9	30.3
34	30.9	30.1	30.5
34	30.9	30.2	30.5
34	31.0	30.2	30.6
34	31.1	30.2	30.6
34	30.9	30.3	30.6
34	31.1	30.3	30.7
34	31.3	30.0	30.6
35	31.3	30.6	30.9
35	31.3	30.7	31.0
36	31.7	30.9	31.3
37	31.8	31.1	31.4
38	32.2	31.2	31.7
39	32.4	31.5	31.9
40	32.4	31.5	31.9
43	32.6	31.7	32.1
48	32.7	31.9	32.3
56	32.6	31.8	32.2
69	32.6	31.7	32.1
87	32.5	31.6	32.0
96	32.1	31.3	31.7
97	32.0	31.1	31.5
98	31.8	30.9	31.3
98	31.4	30.8	31.1

Cuadro 39. Registro de temperaturas CORREGIDAS del balón y de la columna (alta, baja y promedio) para la CORRIDA 3 (350 °C en la perilla de calentamiento).

T balón (°C)	Temperatura de la columna (°C)		
	alta	baja	promedio
21	26.0	25.7	25.9
21	26.4	25.7	26.1
21	26.4	25.8	26.1
22	26.6	26.0	26.3
25	26.5	26.0	26.3
28	26.7	26.2	26.4
29	26.8	26.3	26.5
31	30.2	29.3	29.7
32	30.9	30.0	30.4
32	31.1	29.9	30.5
33	31.1	30.2	30.6
33	31.0	30.3	30.6
33	31.2	30.3	30.7
34	31.1	30.4	30.7
34	31.4	30.6	31.0
35	31.5	30.7	31.1
35	31.7	31.0	31.3
36	31.8	31.0	31.4
38	32.0	31.2	31.6
39	32.3	31.3	31.8
42	32.2	31.4	31.8
44	32.3	31.3	31.8
46	32.2	31.4	31.8
53	32.0	31.2	31.6
60	31.9	31.1	31.5
69	31.7	30.8	31.2
85	31.4	30.5	30.9
96	31.2	30.6	30.9
106	31.0	30.2	30.6
110	30.9	30.2	30.5
111	30.9	30.0	30.4

Cuadro 40. Caudal promedio de agua de enfriamiento a 23 °C.

promedio (mL/s)	desviación estándar (mL/s)	Intervalo de confianza (mL/s)
186.68	5.77	14.34

Cuadro 41. Densidad del residuo en las corridas/pruebas.

Prueba/Corrida	masa solución (g)	densidad (g/mL)
Prueba 1	24.40	0.9760
Prueba 2	24.10	0.9640
Prueba 3	24.80	0.9920
Corrida 1	24.80	0.9920
Corrida 2	23.90	0.9560
Corrida 3	25.20	1.0080

Cuadro 42 . Masa de ácido acético (AA) en el residuo.

Prueba/Corrida	% (m/v) AA HPLC	% (m/v) AA residuo	% (m/m) AA residuo	Masa de residuo (kg)	Masa de AA en el residuo (kg)
Prueba 1	2.444%	26.88%	27.55%	0.360	0.099
Prueba 2	4.609%	73.74%	76.50%	0.130	0.099
Prueba 3	4.065%	56.91%	59.53%	0.170	0.101
Corrida 1	4.065%	56.91%	59.53%	0.170	0.101
Corrida 2	5.982%	65.80%	68.83%	0.140	0.096
Corrida 3	4.362%	69.79%	69.24%	0.150	0.104

Cuadro 43. Incertidumbres en el cálculo de la masa de ácido acético en el residuo.

Prueba/Corrida	Incert. % (m/v) AA residuo	Incert. Masa de la solución (g)	Incert. Densidad (g/mL)	Incert. % (m/m) AA residuo	Incert. masa de AA en residuo (kg)
Prueba 1	1.48%	0.07	0.0028	1.52%	0.06
Prueba 2	3.93%	0.07	0.0028	4.09%	0.06
Prueba 3	3.06%	0.07	0.0028	3.21%	0.06
Corrida 1	3.06%	0.07	0.0028	3.21%	0.06
Corrida 2	3.62%	0.07	0.0028	3.79%	0.06
Corrida 3	3.72%	0.07	0.0028	3.70%	0.06

Cuadro 44. Balance de masa de las diferentes corridas/pruebas.

Prueba/Corrida	masa éter inicial (kg)	masa ácido inicial (kg)	masa éter en destilado (kg)	masa éter en residuo (kg)	masa ácido en residuo (kg)
Prueba 1	1.90	0.10	1.55	0.261	0.099
Prueba 2	1.90	0.10	1.71	0.031	0.099
Prueba 3	1.90	0.10	1.70	0.069	0.101
Corrida 1	1.90	0.10	1.70	0.069	0.101
Corrida 2	1.90	0.10	1.75	0.044	0.096
Corrida 3	1.9	0.1	1.74	0.046	0.104

Cuadro 45. Eficiencia de recuperación de éter dietílico en cada una de las corridas/pruebas.

Prueba/Corrida	Eficiencia de recuperación
Prueba 1	81.6%
Prueba 2	90.0%
Prueba 3	89.5%
Corrida 1	89.5%
Corrida 2	92.1%
Corrida 3	91.6%

Cuadro 46. Diferencia de temperatura del agua de enfriamiento en la entrada y en la salida de los condensadores.

Prueba/Corrida	tiempo (min)	Diferencia de T (°C)
Prueba 1	50.0	0.87
	75.0	0.67
	100.0	0.92
Prueba 2	50.0	1.02
	75.0	0.94
	100.0	0.79
Prueba 3	50.0	0.96
	75.0	0.69
	100.0	0.93
Corrida 1	50.0	0.96
	75.0	0.69
	100.0	0.93
Corrida 2	50.0	1.05
	75.0	0.91
	100.0	0.93
Corrida 3	50.0	0.66
	75.0	0.76
	100.0	1.10

Cuadro 47. Diferencia de temperatura promedio del agua de enfriamiento en la entrada y en la salida de los condensadores.

Prueba/Corrida	Diferencia de temperatura promedio (°C)	Desviación estándar (°C)
Prueba 1	0.82	0.13
Prueba 2	0.92	0.12
Prueba 3	0.86	0.15
Corrida 1	0.86	0.15
Corrida 2	0.96	0.08
Corrida 3	0.84	0.23

Cuadro 48. Masa de agua de enfriamiento requerida para condensar el éter recuperado.

Prueba/Corrida	masa éter en destilado (kg)	Entalpía de calor latente [éter] (kJ/kg)	Energía de calor sensible [éter] (kJ/kg)	Diferencia promedio de temperatura (°C)	Cp agua (kJ/(kg*K))	Q (kJ)	masa de agua teórica (kg)	Incert. (kg)
Prueba 1	1.55	361.8	9.9	0.75	4.18	-571.20	166.65	5.4
Prueba 2	1.71	361.8	11.5	0.50	4.18	-630.16	163.87	4.8
Prueba 3	1.70	361.8	9.9	1.69	4.18	-626.48	174.27	5.1
Corrida 1	1.70	361.8	9.9	1.69	4.18	-626.48	174.27	5.1
Corrida 2	1.75	361.8	9.0	1.04	4.18	-644.90	160.71	4.6
Corrida 3	1.74	361.8	9.0	0.89	4.18	-641.22	182.62	5.2

Cuadro 49. Masa de agua de enfriamiento utilizada para condensar el éter recuperado.

Prueba/Corrida	Caudal (L/min)	Densidad (kg/L)	Flujo másico (kg/min)	Tiempo (min)	Masa de agua utilizada (kg)
Prueba 1	11.2	1.0	11.2	410.0	4581.5
Prueba 2	11.2	1.0	11.2	310.0	3464.1
Prueba 3	11.2	1.0	11.2	150.0	1676.2
Corrida 1	11.2	1.0	11.2	150.0	1676.2
Corrida 2	11.2	1.0	11.2	150.0	1676.2
Corrida 3	11.2	1.0	11.2	150.0	1676.2

Cuadro 50. Energía requerida, en forma de calor (Q), para llevar a cabo la destilación.

<b>Prueba/Corrida</b>	<b>Energía de calor sensible [éter] (kJ/kg)</b>	<b>Energía de calor sensible [ácido] (kJ/kg)</b>	<b>Energía de calor latente [éter] (kJ/kg)</b>	<b>Q (kJ)</b>
Prueba 1	9.9	82.6	361.8	620.0
Prueba 2	11.5	151.4	361.8	713.4
Prueba 3	9.9	161.5	361.8	678.5
Corrida 1	9.9	161.5	361.8	678.5
Corrida 2	9.0	165.5	361.8	704.8
Corrida 3	9.0	191.3	361.8	720.2

F. Anexo 5: Manual de la Unidad de Recuperación de Solventes



UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, QUÍMICA INDUSTRIAL  
Y EN BIOTECNOLOGÍA INDUSTRIAL



Manual de usuario  
Unidad de recuperación de solventes

## Tabla de contenido

1	Introducción.....	1
2	Recuperación de disolventes .....	2
3	Seguridad.....	3
3.1	Símbolos .....	3
3.2	PRECAUCIONES .....	4
3.3	ADVERTENCIAS .....	4
4	Información del equipo.....	5
4.1	Diagrama con cotas y partes principales del equipo .....	5
4.2	Especificaciones técnicas.....	8
5	Operación del equipo.....	9
5.1	Separación de éter dietílico y ácido acético .....	9
5.2	Limpieza y mantenimiento.....	12
5.2.1	Limpieza .....	12
5.2.2	Verificación de fugas en la línea principal de la Unidad de recuperación de solventes .....	12
5.2.3	Verificación de fugas en el sistema de agua de enfriamiento .....	13
6	Apéndice.....	14
6.1	Fichas de seguridad.....	14

### XIII. Introducción

El manual de la unidad de recuperación de solventes está elaborado para asistir al usuario en el uso de la Unidad de Recuperación de Solventes. El manual incluye una breve descripción sobre la recuperación de disolventes, advertencias y precauciones, plano y partes del equipo, especificaciones técnicas, procedimiento de operación y fichas técnicas de las sustancias utilizadas

Se recomienda leer por completo este manual para asegurar la seguridad del usuario y del equipo. Además, se propician las condiciones para una extrusión exitosa. De no seguir las indicaciones establecidas en el manual, no se puede garantizar la correcta separación de éter dietílico, ni la integridad del usuario y del equipo.

## XIV. Recuperación de disolventes

Los desechos potenciales, o sus componentes, pueden devolverse para su reutilización dentro de operaciones existentes en un proceso conocido como reciclaje. El reciclaje es un medio de reducción de residuos y un parte integral de las operaciones de producción. La recuperación de solventes es una forma de reducción de desechos.

La destilación y la condensación se pueden utilizar para separar y recuperar disolventes de otros líquidos. La eficiencia de remoción puede ser muy alta utilizando este proceso y se puede utilizar para mezclas de disolventes, así como disolventes individuales.

## XV. Seguridad

### A. Símbolos

#### 1. SUPERFICIE CALIENTE



#### 2. SUSTANCIA CORROSIVA



#### 3. SUSTANCIA NOCIVA



#### 4. SUSTANCIA INFLAMABLE



## B. PRECAUCIONES

Cuadro 1. Precauciones en la operación de la unidad de recuperación de solventes.

Asegurarse que las uniones del balón principal no estén flojas antes de la operación
Asegurarse de que todas las válvulas se encuentren cerradas antes de iniciar la operación.
Esperar a que el balón principal esté cargado con la disolución, antes de encender el calentador.
Encender el sistema de agua de enfriamiento cuando la mezcla en el balón principal llegue a su punto de ebullición.
Cuando se apague el equipo, esperar a que la temperatura del vapor disminuya a menos de 25 °C para apagar el agua de enfriamiento.

## C. ADVERTENCIAS

Cuadro 2. Advertencias en la operación de la unidad de recuperación de solventes.

Utilizar guantes de nitrilo y mascarilla cuando se manejen disolventes nocivos.
Esperar que el residuo en el balón se enfríe antes de sacarlo.
NO utilizar celulares u objetos electrónicos cerca del equipo cuando está cargado con el disolvente. <b>Existe riesgo de incendio.</b>
NO tocar la manta de calentamiento durante la operación.

## XVI. Información del equipo

### A. Diagrama con cotas y partes principales del equipo

Figura 1. Diagrama con cotas de la unidad de recuperación de solventes.

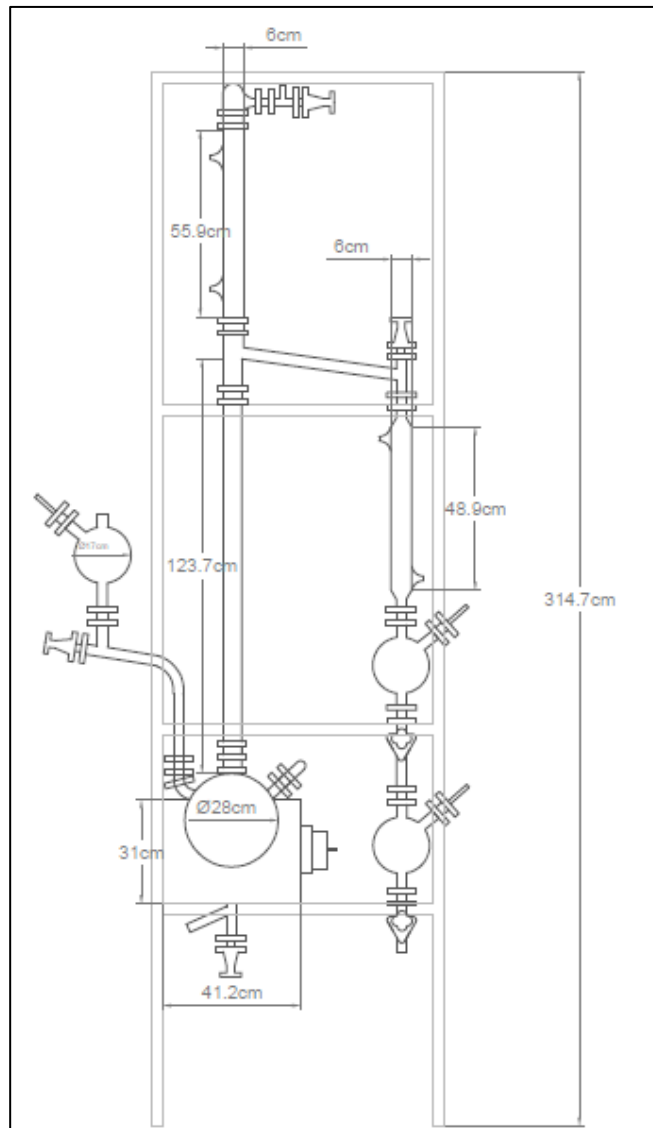


Figura 2. Identificación de partes de la unidad de recuperación de solventes (vista frontal).

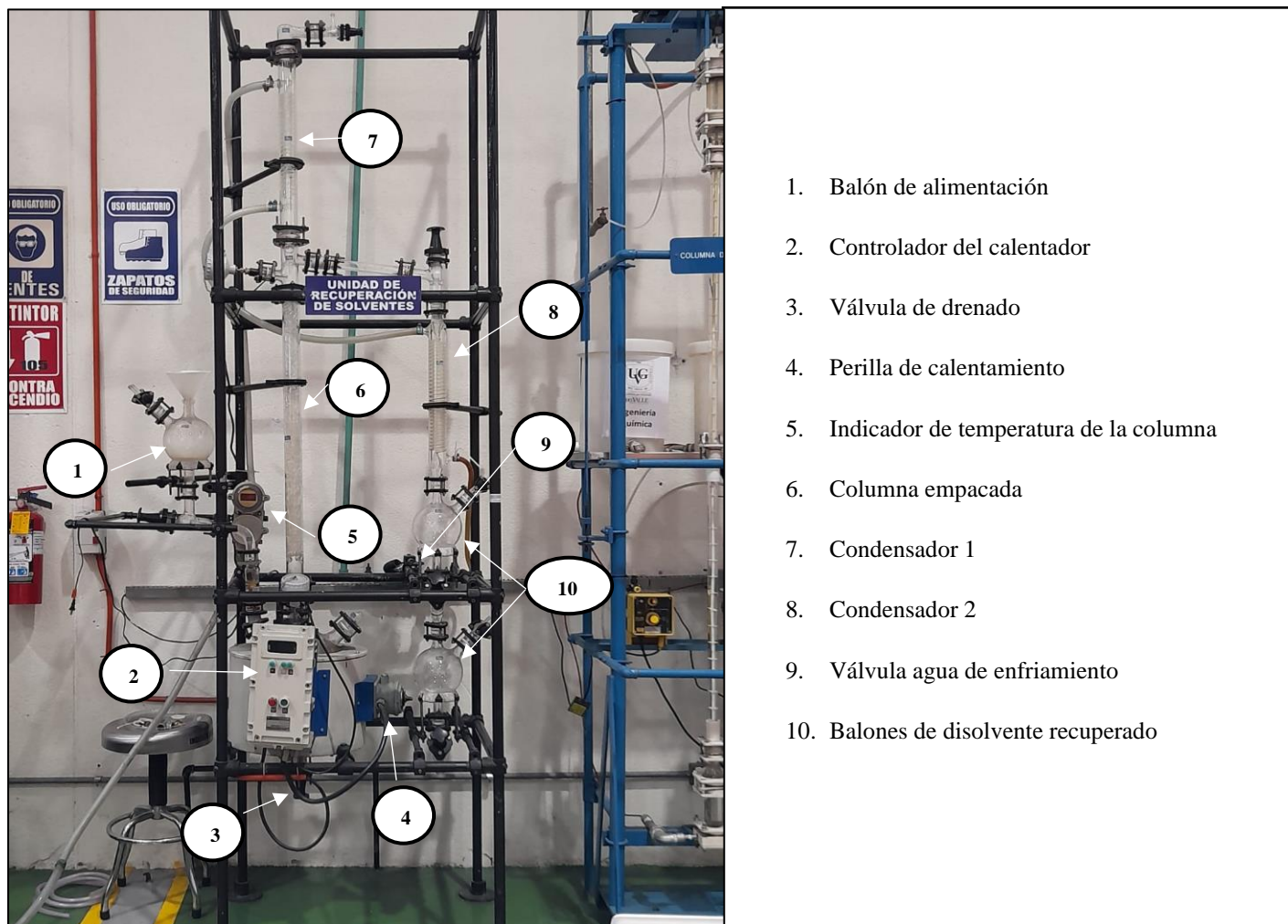
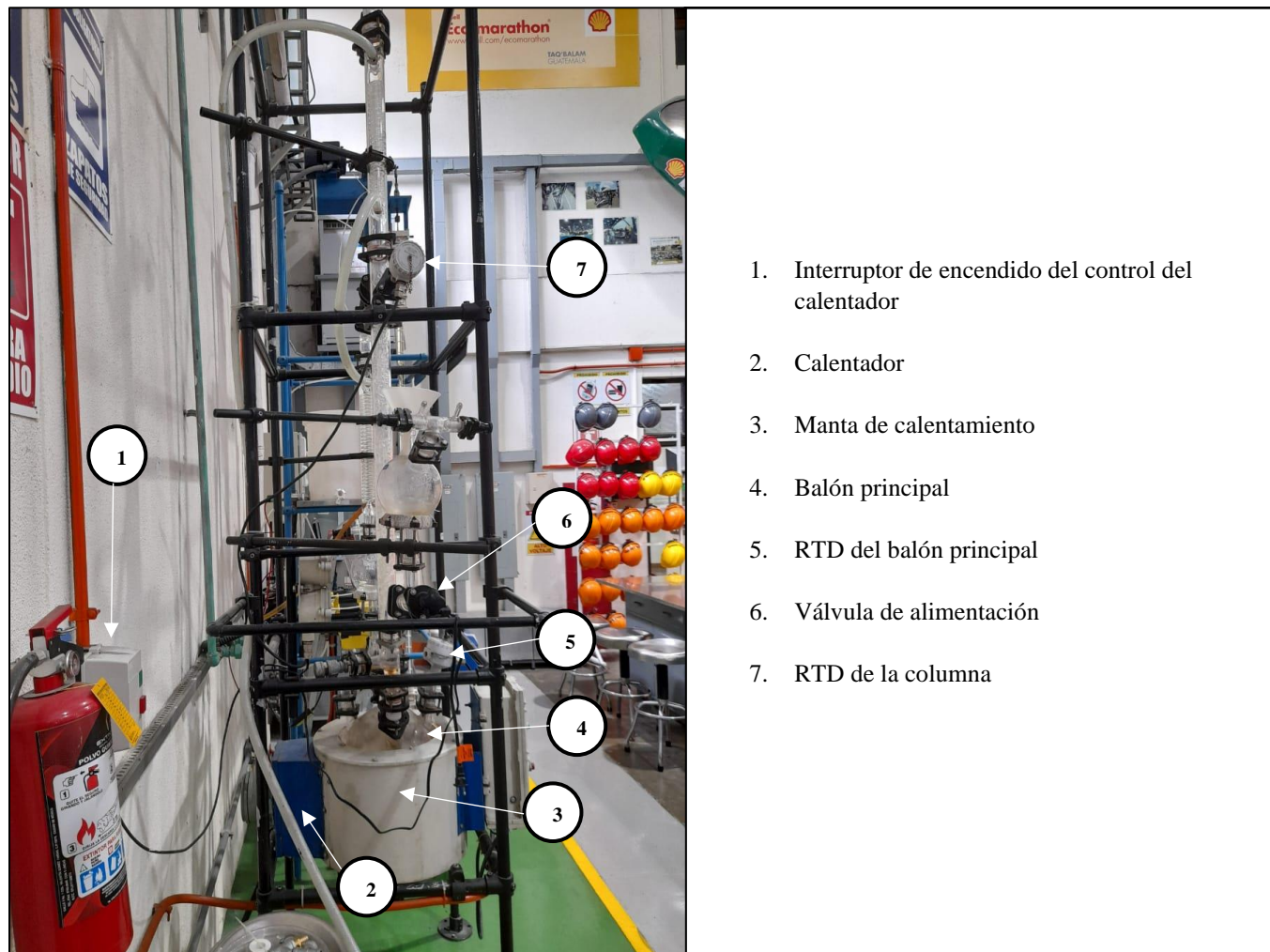




Figura 3. Identificación de partes de la unidad de recuperación de solventes (lateral).



B. Especificaciones técnicas

Cuadro 3. Datos de operación.

<b>Voltaje de alimentación del calentador</b>	220 V
<b>Caudal máximo</b>	11.20 L/min
<b>Capacidad del balón principal</b>	11 L
<b>Capacidad del balón de alimentación</b>	2.5 L
<b>Capacidad de los balones de recuperación</b>	2.5 L

Cuadro 4. Información sobre las RTD.

<b>Marca</b>	Kaysons
<b>Modelo</b>	FLP/WP
<b>Rango</b>	-100 a 400 °C
<b>Categoría</b>	KTH72FW1
<b>Voltaje de alimentación</b>	110 V

## XVII. Operación del equipo

### A. Separación de éter dietílico y ácido acético

1. Utilizar una extensión eléctrica para suplir de energía eléctrica al sensor de temperatura de la columna (El sensor de temperatura requiere de voltaje 110V alterno). Verificar la limpieza o que los balones estén vacíos, se pueden vaciar abriendo tales válvulas.
2. Asegurarse de que la válvula que conecta el balón de alimentación y el balón principal esté abierta y que todas las demás válvulas estén cerradas.
3. Introducir la mezcla en el balón de alimentación con ayuda de un embudo.
4. Encender el controlador del balón principal presionando el botón verde en el panel ubicado en la pared, del lado izquierdo del equipo.

Figura 6. Interruptor del controlador de temperatura.



5. Abrir completamente la válvula que lleva el agua de enfriamiento al desagüe.
6. Abrir completamente la válvula que suministra agua de enfriamiento al sistema.
7. Mover la perilla de calentamiento a una temperatura de 350 °C.

Figura 7. Perilla de calentamiento.



8. Dejar presionado el botón “Set” mientras se ajusta la temperatura en 95 °C, utilizando los botones con flechas (Este control apaga el calentador cuando la temperatura dentro del balón llega al set).

Figura 8. Panel del controlador de temperatura (botones para establecer la temperatura límite).



9. Encender el calentador presionando el botón “Heater ON/OFF”.

Figura 9. Panel del controlador de temperatura (botón “Heater ON/OFF”).



**SUPERFICIE CALIENTE:** Durante la operación, el calentador y la manta de calentamiento alcanzan temperaturas que implican riesgo de quemadura.



10. Recolectar éter dietílico en el balón de recuperación, utilizando un recipiente de aluminio apropiado para almacenar éter.

Figura 10. Balón de recuperación.



11. Cuando ya no se observe acumulación de éter en el balón de recuperado, apagar el equipo presionando el botón “Heater ON/OFF”.
12. Cerrar la válvula que suministra agua de enfriamiento al sistema, cuando el sensor de la columna indique una temperatura de 20 a 25 °C.
13. Apagar el indicador de temperatura del balón principal presionando el botón rojo en el panel ubicado en la pared, del lado izquierdo del equipo.
14. Descargar el residuo hacia un recipiente cerrado, abriendo la válvula que se encuentra en la parte inferior del balón principal. No vaciar el balón de calentamiento si la disolución aún está caliente, vaciarlo al día siguiente para evitar posibles daños en el balón.

Figura 11. Válvula de purga del residuo.



## B. Limpieza y mantenimiento

### 1. Limpieza

Nota: Limpiar el equipo antes de cada uso.

- a. Verificar que el balón principal esté vacío. De lo contrario, colocar un recipiente lo suficientemente grande en la válvula de abajo y vaciar el contenido completamente.
- b. Verificar que el calentador esté apagado.
- c. Presionar el switch rojo de la pared para desconectar la corriente eléctrica.
- d. Desconectar la RTD ubicada en la columna, de la corriente eléctrica.
- e. Cerrar la válvula de abajo y abrir la válvula de alimentación.
- f. Usar una manguera para introducir agua en la alimentación, hasta que el balón principal esté lleno.
- g. Vaciar el contenido en el desagüe.
- h. Repetir el proceso hasta que no queden restos de ácido acético en el balón principal.

### 2. Verificación de fugas en la línea principal de la Unidad de recuperación de solventes

Nota: Verificar fugas en la Unidad como mínimo una vez al año.

- i. Cerrar las válvulas de la Unidad de recuperación de solventes excepto la que se encuentra en la parte superior de la torre.
- j. Conectar una manguera de la toma de agua a la válvula de ingreso del balón de éter.
- k. Encender la toma de agua e inundar la torre.
- l. Verificar si existen fugas de agua en las uniones o en las válvulas.
- m. Apretar los tornillos de las uniones hasta que ya no salga agua.
- n. En los lugares que continúan con fuga, aflojar los tornillos, separar completamente la unión y aplicar silicón resistente a altas temperaturas en medio de los empaques.
- o. Repetir el proceso hasta que ya no se observen fugas.

3. Verificación de fugas en el sistema de agua de enfriamiento
  - p. Verificar que las mangueras estén conectadas a los serpentines de las torres, a la toma de agua y a la válvula del desagüe.
  - q. Abrir completamente la válvula que lleva el agua de enfriamiento al desagüe.

Figura 4. Válvula que lleva el agua de enfriamiento al desagüe.



- r. Abrir la válvula del agua de enfriamiento y permitir que el agua fluya por todo el sistema. Verificar si existe goteo en alguna parte.

Figura 5. Válvula de suministro de agua.



- s. Si alguna manguera tiene agujeros, reemplazarla con una manguera nueva, del mismo diámetro.
- t. Si se observa goteo en el acople de las mangueras, ajustar con ayuda de un sujetador de plástico o una abrazadera de metal.






## XVIII. Apéndice

## A. Fichas de seguridad

Figura 12. Ficha de seguridad del ácido acético.


## Fichas Internacionales de Seguridad Química

**ACIDO ACETICO** ICSC: 0363








**MINISTERIO DE TRABAJO Y ASUNTOS SOCIALES ESPAÑA**

ACIDO ACETICO  
Acido etanoico  
CH3COOH/C2H4O2  
Masa molecular: 60.1



Nº CAS 64-19-7  
Nº RTECS AF1340000  
Nº ICSC 0363  
Nº NU 2789  
Nº CE 607-002-00-6(>90%)



TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
<b>INCENDIO</b>	Inflamable. El calentamiento intenso puede producir aumento de la presión con riesgo de estallido.	Evitar llama abierta, NO producir chispas y NO fumar.	Pulverización con agua, espuma resistente al alcohol, dióxido de carbono. Los bomberos deberían emplear indumentaria de protección completa incluyendo equipo autónomo de respiración.
<b>EXPLOSION</b>	Por encima de 39°C: pueden formarse mezclas explosivas vapor/ aire.	Por encima de 39°C: sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosiones.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua.
<b>EXPOSICION</b>		¡EVITAR TODO CONTACTO!	
<b>• INHALACION</b>	Dolor de garganta, tos, jadeo, dificultad respiratoria. (síntomas de efectos no inmediatos: véanse Notas).	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, posición de semiincorporado y someter a atención médica.
<b>• PIEL</b>	Enrojecimiento, dolor, graves quemaduras cutáneas.	Guantes protectores, traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse y solicitar atención médica.
<b>• OJOS</b>	Dolor, enrojecimiento, visión borrosa, quemaduras profundas graves.	Pantalla facial.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después consultar a un médico.
<b>• INGESTION</b>	Dolor de garganta, sensación de quemazón del tracto digestivo, dolor abdominal, vómitos, diarrea.	No comer, beber ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca, NO provocar el vómito y someter a atención médica.
DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO	
Recoger el líquido procedente de una fuga en recipientes herméticos, neutralizar con precaución el líquido derramado con carbonato sódico, sólo bajo la responsabilidad de un experto o eliminar el residuo con agua abundante (protección personal adicional: traje de protección completa incluyendo equipo autónomo de respiración).	A prueba de incendio. Separado de oxidantes, bases. Mantener en lugar frío; mantener en una habitación bien ventilada. Separado de alimentos y piensos.	NO transportar con alimentos y piensos. símbolo C R: 10-35 S: 2-23-26 Clasificación de Peligros NU: 8 Grupo de Envasado NU: II EC:	











Figura 13. Ficha de seguridad éter dietílico.

**Fichas Internacionales de Seguridad Química**


**DIETILETER** ICSC: 0355


**MINISTERIO DE TRABAJO Y ASUNTOS SOCIALES ESPAÑA**



DIETILETER  
Eter dietílico  
Eter etílico  
 $C_4H_{10}O$

Masa molecular: 74.1



Nº CAS 60-29-7  
Nº RTECS K15775000  
Nº ICSC 0355  
Nº NU 1155  
Nº CE 603-022-00-4



TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
<b>INCENDIO</b>	Extremadamente inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar. NO poner en contacto con superficies calientes.	AFFF, espuma resistente al alcohol, polvo, dióxido de carbono.
<b>EXPLOSION</b>	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosiones. Evitar la generación de cargas electrostáticas (por ejemplo, mediante conexión a tierra). NO utilizar aire comprimido para llenar, vaciar o manipular. Utilícense herramientas manuales no generadoras de chispas.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
<b>EXPOSICION</b>			
• <b>INHALACION</b>	Dolor de cabeza, somnolencia, vómitos, narcosis, pérdida del conocimiento.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, respiración artificial si estuviera indicada y proporcionar asistencia médica.
• <b>PIEL</b>	Piel seca.	Guantes protectores.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse.
• <b>OJOS</b>	Enrojecimiento, dolor.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
• <b>INGESTION</b>	Vértigo, somnolencia, vómitos.	No comer, ni beber ni fumar durante el trabajo.	NO provocar el vómito y proporcionar asistencia médica.
<b>DERRAMAS Y FUGAS</b>	<b>ALMACENAMIENTO</b>	<b>ENVASADO Y ETIQUETADO</b>	
Evacuar la zona de peligro. Consultar a un experto. Recoger el líquido procedente de la fuga en recipientes herméticos, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. (Protección personal adicional: respirador de filtro mixto contra vapores orgánicos y polvo nocivo A/P2).	A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes. Mantener en lugar fresco, seco, y en la oscuridad. Almacenar solamente si está estabilizado.	Hermético. símbolo F+ símbolo Xn R: 12-10-22-66-67 S: (2)-10-16-20-33 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: I <div style="display: flex; justify-content: flex-end; gap: 10px; margin-top: 5px;">   </div>	

## XIX. GLOSARIO

Ácido acético glacial: Ácido acético puro que, a menos de 17 °C de temperatura, es un sólido similar al hielo.

Destilación: Proceso de separación de mezclas líquidas basado en la diferencia de sus puntos de ebullición o volatilidad relativa.

Disolución: Mezcla homogénea de dos o más sustancias.

Disolvente o solvente: Sustancia que está en mayor cantidad en una disolución.

RTD: Del inglés *Resistance Temperature Detector*, es un sensor de temperatura basado en la variación de la resistencia de un conductor con su temperatura.

Punto de ajuste (*Set point*): Valor de la variable programado en el controlador que fija el punto donde se desea mantener la variable controlada.