



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUÍMICA**

---

---

**PROPUESTA DE UN PROCESO DE SEPARACIÓN PARA LA  
RECUPERACIÓN DE AGUA DE UNA MEZCLA RESIDUAL  
PROVENIENTE DE LA PRODUCCIÓN DE RESINA POLIESTER  
INSATURADA**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTA:**

**JOSÉ ANTONIO PÉREZ SIÓN**



**MÉXICO, D.F., 2015**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE: ANTONIO VALIENTE BALDERAS**

**VOCAL: MARIA LUISA GALICIA PINEDA**

**SECRETARIO: MARIA RAFAELA GUTIERREZ LARA**

**1er. SUPLENTE: ALFONSO DURAN MORENO**

**2° SUPLENTE: ROSA LUZ CORNEJO ROJAS**

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**FACULTAD DE QUIMICA, UNAM**

**ASESOR DEL TEMA:**

---

**I.Q. MARIA LUISA GALICIA PINEDA**

**SUPERVISOR TÉCNICO:**

---

**M. en A. ROSA LUZ CORNEJO ROJAS**

**SUSTENTANTE:**

---

**JOSE ANTONIO PEREZ SION**



A mi Padre, quien me ha enseñado el camino, siempre recordándome que en mis manos están las herramientas y capacidades necesarias para que podamos emprender en la vida.

A mis padres por todo el apoyo y enseñanzas que han hecho lo que hoy soy y sobretodo me mostraron que a pesar de las dificultades siempre se es adelante.

A mi hermana, por su amistad, apoyo y sobre todo por el sacrificio que hizo para que pueda lograr este objetivo, no cedas.

A mis amigos, gracias por el apoyo, gracias por su compañía y gracias a ti Amiga que siempre llegas tarde, un poco tú con lo tuyo y un poco yo con lo mío nunca dudaré que hice la mejor elección.

A la Ing. María Luisa Galicia por apoyarme en la realización de este trabajo, por los consejos dados y gracias a todos los maestros de la Facultad de Química.

A AOC Mexicana de Resinas, a la Ing. Marcelina Nolasco que me dio la oportunidad de pertenecer a este gran equipo, al Ing. Jose Luis Pérez por su apoyo en el trabajo experimental y concepción del proyecto, y a ustedes técnicos químicos que hacen más llevadero el trabajo.

*“Sólo viviendo absurdamente se podría romper alguna vez este absurdo infinito”*

Julio Cortázar

## Índice

1. Introducción .....	7
2. Objetivos .....	9
3. Marco Teórico .....	10
3.1 Polímeros termoestables.	
3.1.1 Clasificación de los polímeros termoestables	
3.2. Resinas poliéster insaturadas	
3.2.1 Generalidades	
3.2.2 Materia prima	
3.2.3 Química de las resinas poliéster insaturadas	
3.3 Proceso de Separación del agua residual	
3.3.1 Destilación Batch o por lotes	
4. Proceso General de Obtención y caracterización del agua residual .....	21
5. Desarrollo Experimental .....	24
5.1 Equipo de Laboratorio: Laboratorio de la empresa AOC Mexicana de Resinas y del Laboratorio de química orgánica de la UNAM	
5.1.1 Descripción del Equipo	
5.1.2 Metodología de Experimentación a Nivel Laboratorio	
5.2 Reactor Polivalente del Laboratorio de ingeniería Química	
5.2.1 Descripción del Equipo	
5.2.2 Metodología de Operación del Reactor Polivalente del Laboratorio de ingeniería Química	
5.3. Olla Vaporizadora del Módulo de Destilación Brighthon Cooper del Laboratorio de ingeniería Química	
5.3.1 Descripción del Equipo	
5.3.2 Metodología de Operación en la Olla Vaporizadora del Módulo de Destilación Brighthon Cooper del Laboratorio de ingeniería Química	
5.4 Curva de Calibración	
6. Resultados Experimentales Y Análisis de Resultados.....	37
6.1 Primera Etapa. Experimentos en la empresa AOC Mexicana de Resinas	

6.2 Segunda Etapa. Experimento en el laboratorio de Orgánica de la Facultad de Química

6.3 Tercera Etapa. Experimentos en el Reactor Polivalente del Laboratorio de ingeniería Química

6.4 Cuarta Etapa. Experimentos en la Olla Vaporizadora del Módulo de Destilación Brighthon Cooper del Laboratorio de ingeniería Química

7. Caracterización de la Mezcla Tratada por Destilación.....56

8. Conclusiones.....58

8.1 Condiciones de Operación Propuestas para el Tratamiento por Destilación de una Mezcla Residual Proveniente de la Producción de Resina Poliéster.

9. Bibliografía.....61

10. Anexo 1.....62

## 1. INTRODUCCIÓN

Actualmente ciertas áreas de nuestro planeta se enfrentan a una escasez de recursos naturales y las previsiones a medio y largo plazo no indican que la situación vaya a mejorar. En años anteriores surgió el tema llamado desarrollo sustentable, que refiere a satisfacer las necesidades actuales sin comprometer las necesidades de las generaciones futuras.

El desarrollo sustentable es cosa de todos. Sin embargo, el compromiso de las empresas es decisivo en la protección del medio ambiente, ya que está en su mano adoptar políticas de gestión ambiental que ayuden a frenar el impacto de la actividad económica del hombre en el ecosistema.

La mayoría de las empresas han realizado grandes avances en materia de innovación de procesos, productos y servicios, encaminados a buscar en primer lugar la disminución de su impacto en el ambiente y, como consecuencia encontrar la eco-eficiencia de sus procesos de fabricación, sin que ello afecte para nada su finalidad: la satisfacción de sus clientes y la rentabilidad de sus socios. Ya la idea de que la implantación de procesos amigables con el ambiente podría afectar la productividad de las empresas ha pasado a un segundo plano.

AOC (Alpha Owens-Corning) Mexicana de Resinas es una industria química productora de resinas poliéster insaturado donde la cantidad de agua generada en su proceso de producción es elevada. Actualmente, aproximadamente a la semana se generan unas 17 ton de agua residual, que por su contenido en compuestos orgánicos, como glicoles y trazas de ácidos orgánicos, no es posible desecharla en el drenaje público ni mucho menos ser reutilizada como agua para proceso y/o servicios, por lo que es enviada a confinamiento, generando un gasto extra a la empresa.

Ante esta situación, se plantea el aprovechamiento de este efluente que, tras un tratamiento adecuado, se transforme en agua libre compuestos orgánicos para su uso en los diferentes consumos de la industria y recuperar parte de la materia prima para la fabricación de nueva resina poliéster insaturada. Para ello, se ha pensado en la destilación, una operación unitaria muy usada en la separación de mezclas, por ser adecuada debido a las propias características del efluente y del equipo con el que se cuenta en la industria.

Para lograr lo anterior primero se realizó la separación de los componentes de la mezcla a nivel laboratorio; en el laboratorio de química orgánica, ubicado en la Facultad de Química para reconocer el comportamiento de la misma como por ejemplo su punto de ebullición, temperatura del componente más volátil, acidez de la mezcla, etc.

Posteriormente, se utilizó el Reactor Polivalente instalado en el Laboratorio de Ingeniería Química (LIQ) de la Facultad de Química de la UNAM, este reactor está compuesto principalmente de un recipiente de vidrio con capacidad de 10 Litros, una columna de destilación empacada con un arreglo *Multiknit*<sup>1</sup>, y sus condensadores.

Por último se realizaron pruebas en la olla vaporizadora del módulo de destilación Brighon Cooper, equipo de mayor capacidad usado para ver los efectos que composición tiene el destilado sin usar una columna de destilación.

Con los resultados obtenidos en el Reactor Polivalente del LIQ y olla vaporizadora se propondrán las condiciones de operación de proceso que permitan la realización de la separación de la mezcla por destilación a escala industrial en el equipo instalado en la empresa AOC Mexicana de Resinas.

---

<sup>1</sup> Multiknit. Tipo de empaque estructurado con el cual la columna aumenta el área de contacto

## **2. OBJETIVOS**

### **Objetivo general**

Desarrollar un procedimiento de recuperación por destilación de agua residual industrial proveniente de la reacción de esterificación en la producción de resina poliéster insaturada para su posterior rehúso, ya sea en el área de servicios o de proceso, obteniendo así beneficios ambientales; así mismo, lograr recuperar materia prima para la elaboración de nueva resina poliéster insaturada, lo que repercutirá en la economía del proceso.

### **Objetivos particulares**

- Encontrar las condiciones de operación del proceso de destilación para lograr recuperar agua con la menor cantidad de compuestos orgánicos, utilizando diferentes equipos ubicados en la Facultad de Química de la UNAM.
- Con base a los resultados obtenidos del punto anterior, se definirán las condiciones de proceso que permitan la implementación de esta operación a escala industrial en un equipo ubicado en la empresa AOC Mexicana de Resinas.

### 3. MARCO TEÓRICO

#### 3.1 POLÍMEROS TERMOESTABLES

Dado que la industria donde se genera el agua residual es productora de polímeros termoestables es necesario dar un breve panorama de la extensa variedad de productos que son considerados polímeros termoestables y el tipo de reacción que involucra la generación de dicha agua residual.

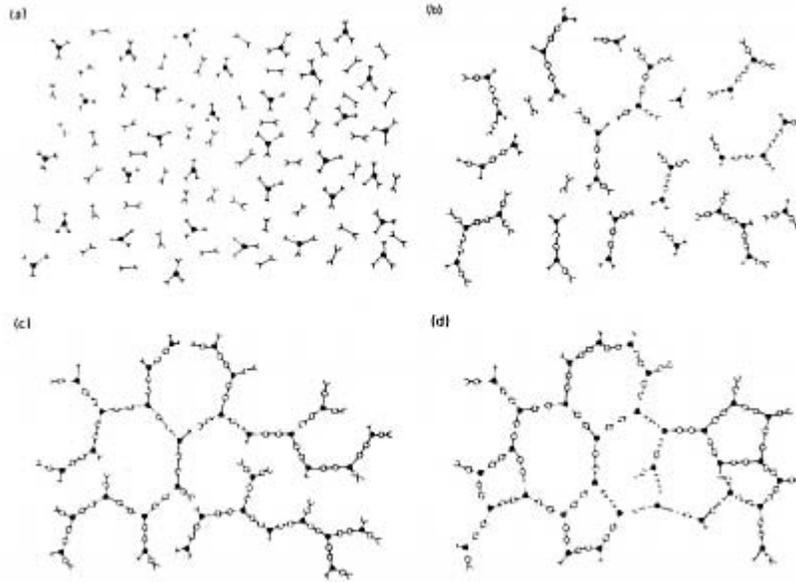
Los polímeros termoestables, también llamados resinas termoestables, son aquéllas que cambian irreversiblemente bajo la influencia del calor, de agentes fotoquímicos y/o de agentes químicos, pasando de un material líquido a otro no fusible e insoluble, por la formación de un retículo tridimensional covalente.

En el proceso reactivo de entrecruzamiento o de curado, las cadenas poliméricas reaccionan entre sí y a la vez con un agente reticulante, formándose macromoléculas orientadas en todas las direcciones y con numerosos enlaces covalentes entre ellas. El retículo tridimensional formado confiere al material curado unas propiedades mecánicas, térmicas y de resistencia química muy elevadas que los hacen aptos para múltiples aplicaciones.

En general, los termoestables poseen una buena estabilidad dimensional, estabilidad térmica, resistencia química y propiedades eléctricas. Es por ello que los materiales termoestables se aplican en múltiples campos, como son:

- Aeroespacial: Componentes de misiles, alas, fuselajes, etc.
- Aplicaciones domésticas: Interruptores, asas, etc.
- Automoción: Piezas ligeras para sustituir metales, frenos, pinturas, etc.
- Construcción: Espumas aislantes, techos, chapas para forrar paredes, pinturas, etc.
- Vestimenta: Botones, ropa tratada, etc.
- Eléctrico: Cuadro conexiones, recubrimientos, etc.
- Muebles: Puertas imitación madera, pantallas de lámparas, etc.
- Médico: Rellenos dentales, implantes ortopédicos, etc.
- Recreo: Raquetas tenis, barcas, etc.
- Herramientas: Papel de lija, etc.

La reacción de curado es crucial en la utilización del material termoestable. Es importante conocer perfectamente la naturaleza de la misma. El curado de termoestables es complejo e incluye varias etapas. Como se ilustra en la Figura 1, la química del proceso de curado empieza con la formación y el crecimiento lineal de las cadenas que pronto empiezan a ramificarse y posteriormente a entrecruzarse. A medida que la reacción avanza el peso molecular aumenta rápidamente y varias cadenas se unen en un retículo de peso molecular elevado.



**Figura 1.** Representación en dos dimensiones del curado de un termoestable. (a) Monómeros. (b) Crecimiento lineal y ramificación por debajo del punto de gel. (c) Formación de un gel, reticulación incompleta. (d) Termoestable, curado total. (De Turi, 1982)

La transformación, que ocurre rápidamente y de forma irreversible, en la que el material pasa desde un estado de líquido viscoso hasta un estado de gel elástico, que marca el inicio de la aparición del retículo, suele llamarse a esta etapa punto de gel o gelificación.

La gelificación es característica de los termoestables y es de gran importancia. El punto de gel es crítico en la manipulación de los materiales termoestables, ya que a partir de este estado el material deja de fluir y no puede ser procesado. El fenómeno de la gelificación ocurre en una etapa determinada del proceso y depende de la funcionalidad, reactividad y estequiometría de las especies reactivas.

Después de la gelificación, la reacción continúa hasta la formación de un retículo infinito, con un aumento sustancial de la densidad de entrecruzamiento, de la temperatura de transición vítrea y de las propiedades físicas últimas alcanzadas. Si bien el tiempo necesario para que aparezca la gelificación (tiempo de gelificación) debería estar perfectamente definido y ser fácilmente calculable, dependiendo de la interpretación que se dé al fenómeno de la gelificación, su valor puede variar.

### 3.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS POLÍMEROS TERMOESTABLES

Las resinas termoestables más importantes, tanto desde el punto de vista histórico como de las aplicaciones comerciales, son:

1. Los productos de condensación de formaldehído con fenol (resinas fenólicas) o con urea o melanina (amino resinas).
2. Las resinas de poliésteres insaturadas,

A continuación se presentará una breve descripción de las resinas termoestables más importantes dentro de esta clasificación, profundizando un poco más en las resinas de tipo poliéster insaturadas ya que estas son las que son de interés para el presente trabajo.

### ***Resinas Fenólicas***

Las resinas fenólicas son de uso comercial desde hace más tiempo que cualquier otro polímero sintético, exceptuando el nitrato de celulosa. En la reacción para la formación de este tipo de polímero, los fenoles reaccionan con los aldehídos para dar productos de condensación. El formaldehído es, con mucho, el anhídrido más reactivo y el utilizado casi exclusivamente en la producción comercial. La reacción se cataliza por ácidos o por bases. La naturaleza del producto depende en gran manera del tipo de catalizador y de la reacción molar de los reaccionantes. (Bilmeyer, 2004)

### ***Amino Resinas***

Las dos clases importantes de amino resinas son los productos de condensación de urea y de melanina con formaldehído.

La ventaja manifiesta de las amino resinas sobre las fenólicas es el hecho de que son claras e incoloras, pudiéndose así producir objetos de colores pastel o claros. La resistencia a la tracción y de dureza de las amino resinas son mejores que las fenólicas pero su resistencia al impacto, al calor y a la humedad son menores, aunque las resinas de melanina tienen mayor dureza, resistencia al calor y resistencia a la humedad que la de urea.

## **3.2 RESINAS POLIÉSTER INSATURADAS**

### **3.2.1 GENERALIDADES**

Gran parte de la versatilidad de los sistemas de poliéster reside en la amplia variación posible en la composición de la resina y en los métodos de fabricación, que permite que las propiedades del producto se hagan a la exacta medida de los requisitos de su aplicación. Esta versatilidad se manifiesta en el gran número de componentes de la resina utilizada.

Las resinas de poliéster insaturado se obtienen haciendo reaccionar ciertos ácidos orgánicos o anhídridos de ácidos, denominados ácidos di- o poli-carboxílicos (con dos o más grupos carboxílicos por molécula), con un grupo de alcoholes denominados polioles (con dos o más grupos hidroxilos por molécula), generando un poliéster y una molécula de bajo peso molecular. La reacción que tiene es llamada esterificación.

### 3.2.2 MATERIA PRIMA

#### Ácidos di básicos.

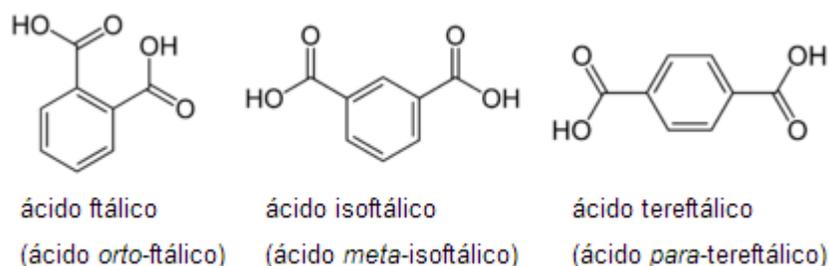
La instauración del poliéster se debe a la inclusión de componentes como anhídrido maléico o ácido fumárico. Se utiliza además un ácido o un anhídrido saturado, tal como el anhídrido ftálico o ácido isoftálico. Una mayor proporción de ácido insaturado da una resina más reactiva, con una rigidez a alta temperatura, en tanto que más cantidad de componentes saturados da polimerizaciones menos exotérmicas y resinas menos rígidas, particularmente si se usan los ácidos alifáticos. En la Tabla 1 se muestra una lista de ácidos saturados e insaturados en donde se menciona el comportamiento que adquiere la resina al incluirlos como materia prima.

**Tabla 1.** Ácidos saturados e insaturados utilizados en la reacción de esterificación.

Ácidos Saturados y Anhídridos	Observaciones
Anhídrido Ftálico	Anhídrido más común
Ácido Isoftálico	Buena resistencia a la hidrólisis
Ácido Tereftálico	Resistencia superior a la hidrólisis
Ácido HET	Sistemas retardantes a la flama
Anhídrido Tetrabronoftálico	Sistemas retardantes a la flama
Ácido Adípico	Resinas blandas
Ácidos Insaturados y Anhídridos	Observaciones
Anhídrido Maléico	Más común
Ácido Fumárico	Co-polimeriza mejor con estireno que el anhídrido maléico

Transposición del anhídrido ftálico, isomería geométrica.

El ácido ftálico tiene dos isómeros, el ácido isoftálico con los grupos carboxilos en posición 1 y 3 y el ácido tereftálico con los grupos en posición 1 y 4 sobre el anillo del benceno. En la Figura 2 se muestran los tres isómeros cada uno de estos le concede a la resina poliéster características particulares en su desempeño mecánico.



**Figura 2.** Representación de la transposición del anhídrido ftálico.

Para este trabajo nos interesan dos tipos de ácidos en especial, el anhídrido maléico (MAN, por sus siglas en inglés) y el anhídrido ftálico (FAN, por sus siglas en inglés) que son usados en la reacción de generación del agua residual y es posible encontrarlos en dicha agua en bajas concentraciones.

### **Poliolos**

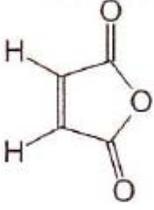
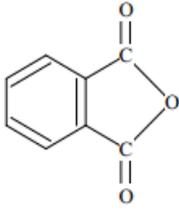
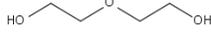
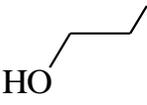
Los Poliols más comunes para la fabricación de resinas poliéster insaturadas son el etilenglicol y el dietilenglicol, sin embargo existe una amplia variedad de poliols que podrían ser usados para este fin. La Tabla 2 muestra los poliols comúnmente usados en la fabricación de resina poliéster y sus ventajas al incluirlos como materia prima.

**Tabla 2.** Poliols utilizados en la reacción de esterificación.

<b>Poliols</b>	<b>Observaciones</b>
Propilenglicol	Glicol más común
Etilen glicol	Menor compatibilidad con estireno que el propilenglicol
Dietilenglicol	Buenas propiedades de secado
Neopentil glicol	Buena resistencia a la hidrólisis
Glicerol	Alcohol trifuncional, posible entrecruzamiento en la condensación

En la Tabla 3 se muestra un resumen de algunas propiedades fisicoquímicas de los ácidos y poliols presentes en el proceso de generación de la resina poliéster y del agua residual.

**Tabla 3.** Poliols utilizados en la reacción de esterificación.

PROPIEDADES	Ácidos di-básicos		Poliols	
	Anhídrido Maléico (MAN)	Anhídrido Ftálico (FAN)	Dietilenglicol (DEG)	Monoetilenglicol (MEG)
Estructura química				
Formula molecular	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (CO) <sub>2</sub> O o C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CO) <sub>2</sub> O o C <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>

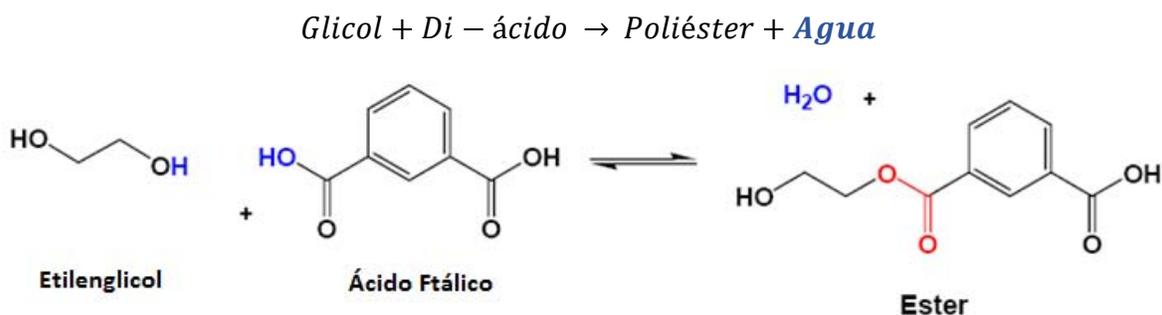
Peso molecular (g/mol)	98.1	148.11	106.12	62.1
Punto de ebullición (°C @ 760 mmHg)	202	248.11	277.7	193.7
Gravedad específica ( Agua=1)	1.43	No reportado	1.1185	1.1153
Solubilidad en Agua (g/mL)	Soluble. Reacciona formando ácido maléico	0.0064	Completa	Completa
Temperatura de auto ignición (°C)	475	570	370	398
Punto de inflamación (°C)	102	No reportado	140	111
pH	No reportado	No reportado	7	6.0-8.0

### Monómero

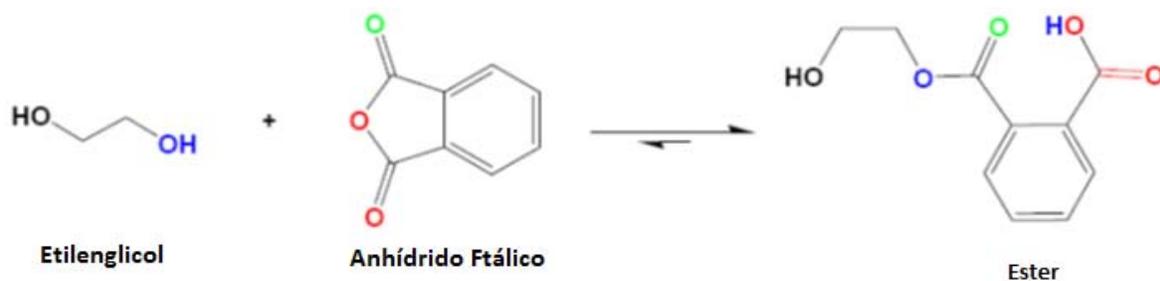
El estireno es por mucho el monómero más utilizado en este tipo de resinas, sin embargo se puede encontrar el vinil tolueno, el metil-metacrilato (que lleva a un mejor comportamiento en la intemperie), dialil ftalato (a menudo preferido para los compuestos de moldeo), y el trialil cianurato (que imparte una buena resistencia al calor).

### 3.2.3 QUÍMICA DE LAS RESINAS POLIÉSTER INSATURADAS

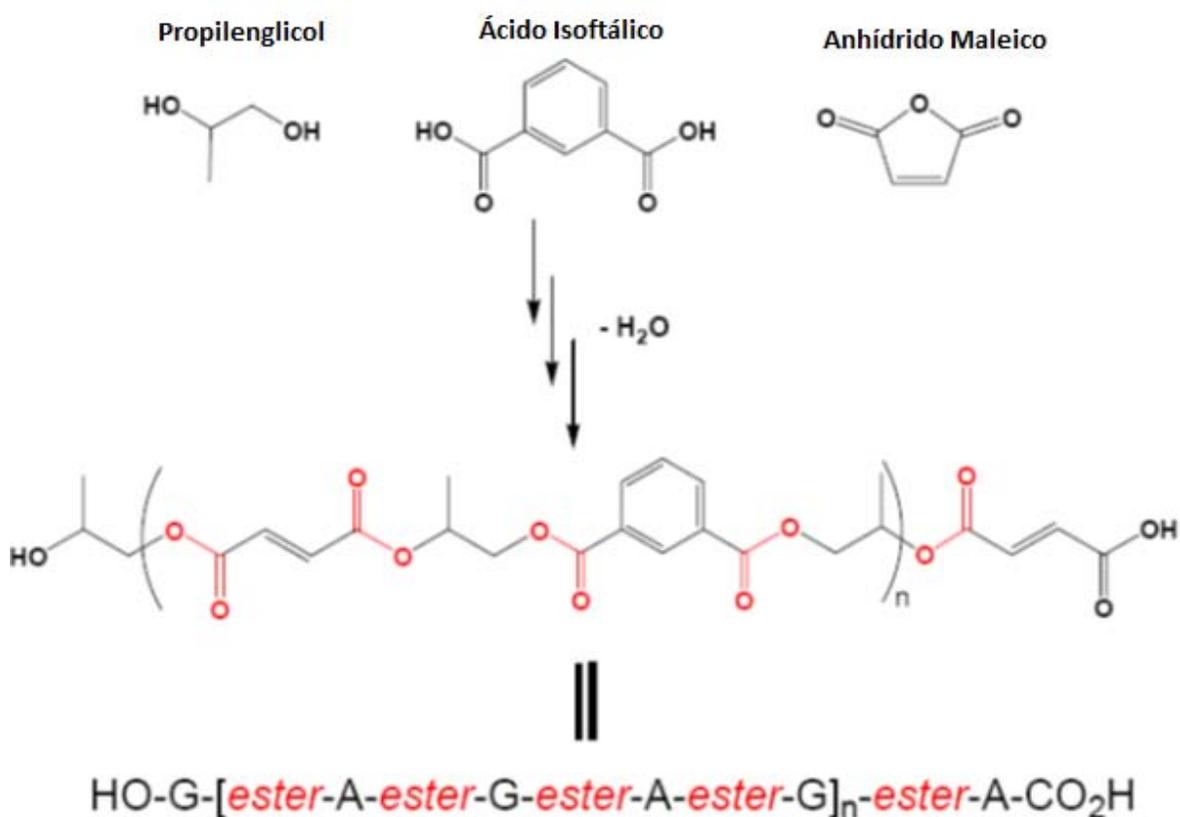
Para producir un poliéster insaturado se lleva a cabo una reacción de esterificación a partir de la reacción entre un glicol y un ácido poli carboxílico, teniéndose además del éster un compuesto de bajo peso molecular: agua, esta es el agua residual a tratar por el proceso de destilación.



La reacción con anhídridos, las cuales son más reactivos que los ácidos, es la siguiente:



Los poliésteres se pueden formar de las reacciones repetidas de los alcoholes con los ácidos carboxílicos o los anhídridos.



La poliesterificación es la reacción más importante en la preparación de los poliésteres insaturados, sin embargo durante esta se generan reacciones laterales (AOC Mexicana de Resinas, 2000):

1. Isomerización de maleato a fumarato.
2. Adición de glicol a los dobles enlaces del maleato y el fumarato.

3. Destrucción oxidativa de los dobles enlaces.
4. Pérdida de glicol

Las propiedades más importantes de los sistemas poliéster insaturados son la facilidad de manejo, el curado rápido sin desprendimiento de volátiles, el color claro, la estabilidad dimensional y en general, las buenas propiedades físicas y eléctricas.

Hasta este momento hemos descrito el proceso de obtención del agua residual desde un punto de vista químico, el agua residual sin embargo no es pura en su composición, por lo que es necesario optar por sistemas de separación para lograr remover los compuestos que la contaminan.

### **3.3 PROCESOS DE SEPARACION DEL AGUA RESIDUAL**

En la actualidad, la industria en expansión debe examinar con sumo cuidado las limitaciones que pueden imponerle el agua: ¿con qué cantidad de agua cruda se contará dentro de diez años? ¿Se puede reducir el consumo recirculando el suministro? ¿Cómo puede lograrse económicamente esta calidad, en vista de que la concentración de impurezas en los abastecimientos de agua cruda aumenta en forma constante?

Dependiendo de su origen, el agua cruda también contiene cantidades variables de materia orgánica disuelta o dispersa. La acumulación natural de impurezas en el agua es el resultado de procesos químicos y físicos que se llevan a cabo en forma espontánea y no se pueden hacer mucho por evitarla.

La contaminación física se manifiesta en forma de depósitos de lodos, desechos flotantes, espumas, turbidez, color, sabor, olor y temperatura.

La contaminación química también puede tomar muchas formas. Es frecuente encontrar aumento de dureza, salinidad, acidez o basicidad; tampoco es raro que se descarguen iones tóxicos de metales como cromo, cobre, plomo, mercurio y plata.

La contaminación biológica del agua es perjudicial en operaciones industriales, al igual que en el agua potable. Por ejemplo, cuando los tubos de calentadores y condensadores se desarrollan organismos productores de limo, estos dificultan la transferencia calórica.

La purificación del agua para uso industrial puede ser muy compleja o relativamente simple, dependiendo de las propiedades del agua cruda y el grado de pureza requerido. Se emplean muchos métodos y combinación de ellos, pero todos abarcan tres procesos básicos: tratamiento físico, químico y fisicoquímico.

## **Tratamientos físicos**

El tratamiento físico abarca los procesos mediante los cuales las impurezas se separan del agua sin producirse cambios en la composición de las sustancias. Los métodos más comunes son:

- Sedimentación
- Desbaste y filtrado
- Desgasificación
- Destilación

## **Tratamiento químico**

El tratamiento químico es uno de los procesos en que la separación de las impurezas del agua implica la alteración de la composición del material contaminante. Pueden incluir las siguientes operaciones:

- Precipitación
- Intercambio de iones
- Reacciones de óxido-reducción
- Neutralización

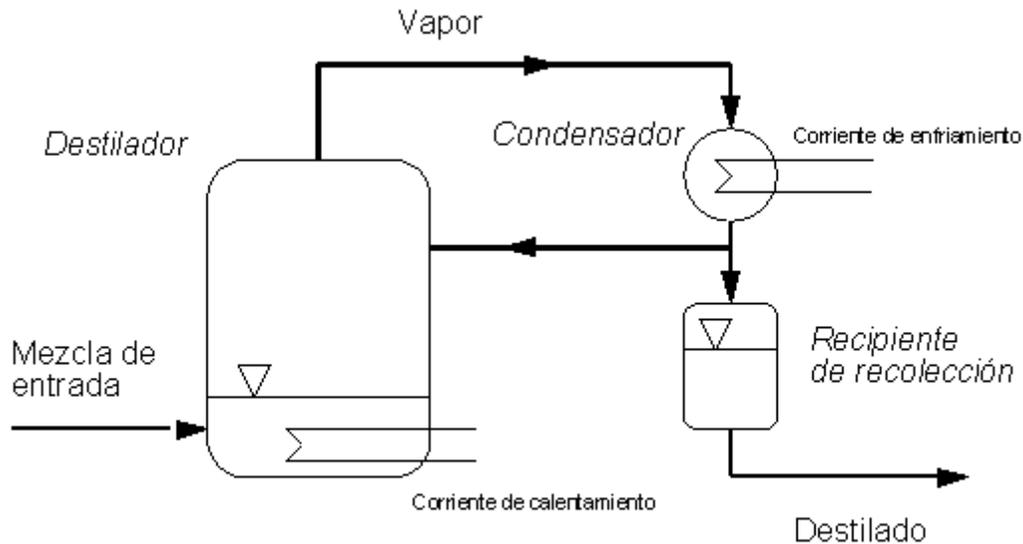
A continuación se explica más detalladamente la destilación batch o por lotes, este es uno de los métodos que promete buenos resultados en la experimentación a realizar.

### **3.3.1 DESTILACIÓN BATCH O POR LOTES**

La destilación es el método de separación más utilizado en las industrias química y petrolera. La propiedad que explota en este proceso de separación es la diferencia de volatilidades entre las diferentes especies que componen la mezcla. La separación de las especies se lleva a cabo mediante la ebullición parcial de una mezcla líquida.

Para poner en íntimo contacto las dos fases y se produzca la distribución de componentes entre el vapor y el líquido, se emplean diferentes tipos de dispositivos, como son empaques (en forma aleatoria o estructurados) y platos. Actualmente existen diversas modalidades de destilación, sin embargo, la que nos interesa es la destilación por lotes debido a las ventajas que brinda. En la Figura 3 se muestra el diagrama de la destilación por lotes.

En la destilación batch, una mezcla líquida se carga en un recipiente, y los componentes son separados por ebullición del líquido, condensación de los vapores y recolectando los componentes de acuerdo a sus puntos de ebullición. El más sobresaliente atributo de esta operación es la flexibilidad.



**Figura 3. Esquema general de una destilación por lotes.**

La destilación por lotes se prefiere sobre la destilación continua cuando las cantidades de material a tratar son relativamente pequeñas y son manejadas en periodos irregularmente programados. En algunos casos, la composición del material que va a ser destilado puede variar mucho de lote a lote. En la destilación por lotes solo son necesarios cambios pequeños cuando se cambia de una mezcla a otra, la velocidad del reflujo puede variarse fácilmente sin balanceo o ajuste de varios instrumentos. En una situación donde diferentes mezclas deben ser manejadas de un día para otro la versatilidad de la destilación por lotes es insuperada.

Si se tiene una mezcla con un rango estrecho de composiciones, se puede utilizar la destilación con rectificación. Su funcionamiento consiste básicamente en introducir al reactor una carga de líquido llevándolo primeramente a un estado estacionario con reflujo total. A continuación se retira en forma sucesiva una porción del producto conforme con la cantidad reflujo establecido. Toda la columna funciona como sección de enriquecimiento. A medida que transcurre el tiempo, la composición del material que se destila se va haciendo cada vez menos rica en el componente más volátil y se detiene la destilación de un corte cuando el destilado combinado alcanza la composición promedio que se desea.

El progreso de la destilación por lotes se puede controlar de varias maneras:

1. Una forma de trabajar la destilación por lotes en columnas de fraccionamiento es utilizar un reflujo constante y permitir que decrezca la pureza del destilado. Así por ejemplo se podría comenzar con un destilado que contenga hasta el 82% de pureza, para que la mezcla destilada tuviera una composición promedio del 90 %.

Por medio de reflujo constante y composición en el domo variable. El reflujo se ajusta en un valor determinado, donde se mantiene para la operación. Puesto que la composición en el calderín cambia, la composición del destilado también. La destilación prosigue hasta que la composición promedio del destilado tiene el valor deseado. A continuación, se desvía el producto del domo a otro acumulador y se retira un corte intermedio, hasta que el líquido que queda en el calderín satisface la especificación requerida. El corte intermedio se suele agregar al lote siguiente.

2. Composición constante en el domo y reflujo variable. Si se desea mantener una composición constante en el domo, la cantidad de reflujo que vuelve a la columna debe ir aumentando constantemente durante toda la operación. Conforme transcurre el tiempo, el calderín se vacía del componente más ligero. Finalmente, se llega al punto en que la relación de reflujo alcanza un valor muy alto. Entonces, se cambian los acumuladores, donde se reduce el reflujo y se toma un corte intermedio como en el caso anterior.

Muchos procesos de destilación se llevan a cabo por lotes, ya que es más conveniente en algunos casos procesar cada lote por separado, por ser estos de diversas composiciones, pero además se desea una alta pureza en los productos. En estos casos se mete toda la alimentación en el calderín, se calienta y los vapores destilados pasan a la columna de fraccionamiento.

La composición del destilado dependerá de la concentración en la alimentación, del número de platos y del reflujo usado. Este método de destilación requiere de un aumento continuo del reflujo para mantener un producto destilado de composición constante.

3. Otros métodos de control. Con frecuencia se usa un procedimiento de reciclaje para establecer el patrón de funcionamiento de la columna. La unidad funciona a un reflujo total hasta que se establece un equilibrio. Entonces, se toma el destilado como producto total durante un espacio de tiempo breve, posteriormente se hace regresar a la columna al reflujo total. Este ciclo se repite durante toda la destilación. Otra posibilidad es la optimizar la relación de reflujo para lograr la separación deseada en un tiempo mínimo.

Además de suponer que la columna trabaja de forma adiabática, sobre flujo equimolar y calor de la mezcla despreciable, los cálculos para una destilación por lotes también presuponen una retención de líquido despreciable en la columna.

#### 4. PROCESO GENERAL DE OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL

Como se describió en el apartado 3.2.3 el agua residual es generada como producto secundario de la reacción de esterificación entre ácidos orgánicos y Polioles, actualmente AOC Mexicana de Resinas produce resina poliéster insaturada en reactores tipo *batch* o por lotes. El equipo más común para la fabricación de resina poliéster insaturada consta de un reactor cilíndrico equipado con un agitador, columna de destilación, condensador y chaqueta de calentamiento.

La materia prima se va agregando al reactor en diferentes etapas, para mayor seguridad en el reactor se debe disminuir dentro de él la atmosfera rica en oxígeno, con este fin se puede utilizar gases inertes tales como el nitrógeno para ir desplazando el oxígeno, el reactor se inicia operando a presión atmosférica. Se adicionan materia prima esenciales para la reacción de esterificación como los glicoles, anhídrido maléico, anhídrido ftálico, y sustancias que actúan como catalizadores e inhibidores de posibles polimerizaciones prematuras.

Una vez cargado completamente el reactor, se inicia el calentamiento gradual hasta llegar a temperaturas aproximadas de 190-210 °C, el calentamiento en el reactor se logra a través de un fluido caliente ya sea vapor o aceite térmico.

Como se ha mencionado la reacción involucrada en este proceso es una reacción de esterificación, en la cual se va generando una molécula de bajo peso molecular que en este caso es el agua; es necesario remover el agua generada para obtener más producto y acelerar el proceso de obtención del poliéster, para esto, el agua es removida del reactor haciéndola pasar por una columna de destilación (Figura 4), sin embargo algunos compuestos son arrastrados junto con esta. Después de la columna, los vapores pasan a un condensador, el agua rica en compuestos orgánicos es almacenada en un tanque donde se puede regresar al reactor o ser enviada a un tanque de mayor capacidad para su posterior disposición. La temperatura del destilado nunca debe exceder los 150 °C ya que existe la posibilidad de que el glicol comience a destilar.

El *sparging*<sup>2</sup> ayuda a remover el agua de la resina y a mejorar la transferencia de masa. Trazas de oxígeno pueden causar coloración y es debida a la presencia de oxígeno en los dobles enlaces.

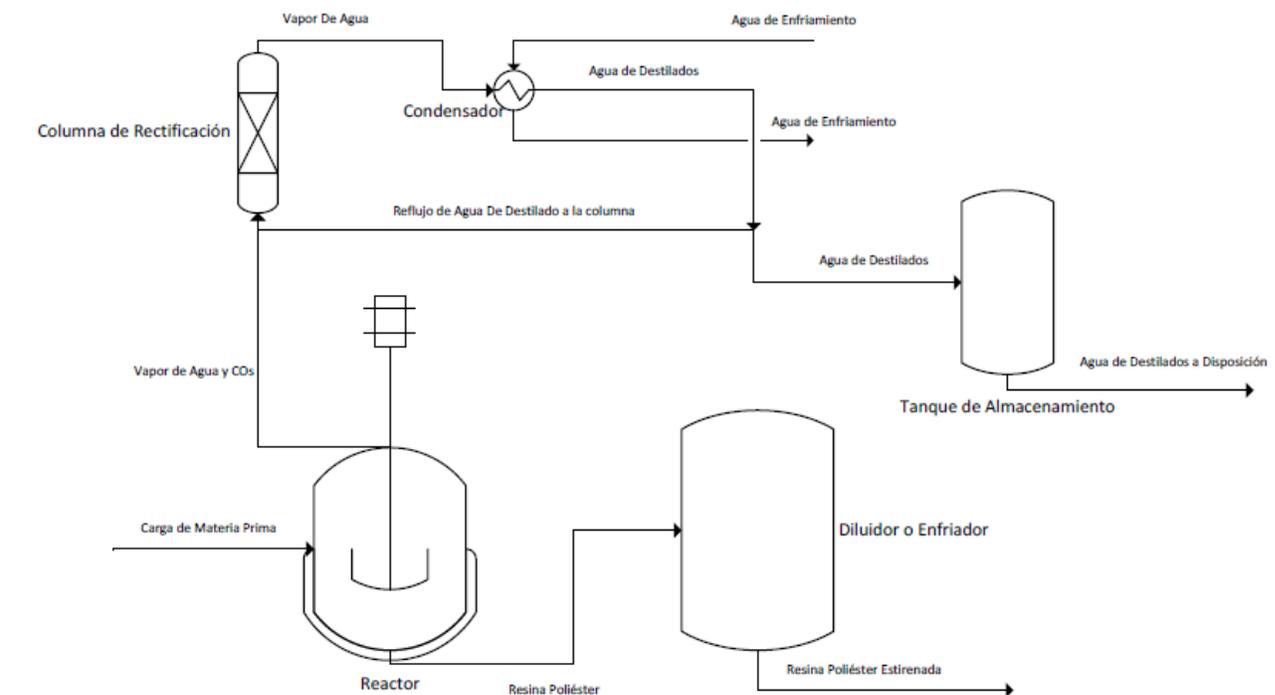
La reacción se va monitoreando con la determinación del número ácido y la viscosidad de la mezcla, cuando se llega a un determinado valor de viscosidad se suspende el calentamiento al reactor y se comienza a enfriar; el producto de la

---

<sup>2</sup> Sparging. Sparging o burbujeo en español se refiere es una técnica que implica burbujear un gas químicamente inerte, tal como nitrógeno, argón o helio, a través de un líquido. Esto puede ser utilizado para eliminar los gases disueltos (por ejemplo oxígeno ) desde el líquido o para promover la transferencia de masa

reacción de esterificación es enviado a un tanque enfriador (también llamado *diluidor*) para la síntesis final de la resina poliéster insaturada.

En el enfriador previamente se han cargado compuestos como el estireno que actúa como diluyente e interviene como agente reticulante durante el curado (etapa donde la resina está pasando a un estado sólido) de la resina; y además, se agregan aditivos que ayudaran al producto final a tener las propiedades específicas de este tipo de resina.



**Figura 4.** Esquema General de Obtención de Resina Poliéster y Agua de Destilados.

El agua residual se caracterizó para tener en cuenta los parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos presentes que pueden variar dependiendo de la eficiencia de la reacción de esterificación, estos datos nos ayudan como una posible media de la eficiencia de la separación.

Algunos de los parámetros analizados y que son presentados en la Tabla 4 son:

- Demanda bioquímica de oxígeno

Demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>): Es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días. El método se basa en medir el oxígeno consumido por una población microbiana en condiciones en las

que se ha inhibido los procesos fotosintéticos de producción de oxígeno en condiciones que favorecen el desarrollo de los microorganismos.

- Demanda química de oxígeno

Se entiende por demanda química de oxígeno (DQO) a la cantidad de materia orgánica e inorgánica en un cuerpo de agua susceptible de ser oxidada por un oxidante fuerte.

- pH

El pH es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución. Los valores altos y bajos de pH son tóxicos para organismos acuáticos, ya sea directa o indirectamente. Es el parámetro más importante utilizado en la evaluación de las propiedades corrosivas de un medio ambiente acuático; así mismo, es importante para el funcionamiento efectivo de los procesos de tratamiento de agua.

El rango permisible de pH en las descargas de aguas residuales es de 10 (diez) y 5.5 (cinco punto cinco) unidades. Las unidades de pH no deberán estar fuera del intervalo permisible.

**Tabla 4.** Parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos del agua residual.

Parámetro	Norma o Método de Referencia	Resultado	Unidades
D B O <sub>5</sub> (Demanda Bioquímica de Oxígeno)	NMX-AA-028-SCFI-2001	70.06	mg/L
D Q O (Demanda Química de Oxígeno)	NMX-AA-030/1-SCFI-2012	95075.40	mg/L
Alcalinidad Total.	NX-AA-036-SCFI-2001	<12.49	mg/L
pH		1-2	S. U.
Solidos Totales	Evaporación	0.46	%

## **5. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

La experimentación desarrollada en este trabajo se puede agrupar en cuatro etapas, esta clasificación se basa en la ubicación, cantidad de mezcla residual con la que se trabajó y sobre todo en el equipo utilizado.

La primera parte corresponden a los experimentos realizados en la empresa AOC Mexicana, la segunda parte a los experimentos realizados en laboratorios de orgánica de la Facultad de Química de la UNAM, siendo estas dos partes a escala laboratorio, la tercera corresponde a los experimentos realizados en el reactor polivalente a escala piloto y por último el experimento realizado la olla vaporizadora del módulo de destilación Brighton Cooper también a escala piloto.

Para cada experimento se muestra una breve descripción del equipo utilizado y una serie de pasos que conforman la metodología de experimentación usada.

### **5.1 EQUIPO DE LABORATORIO: LABORATORIO DE LA EMPRESA AOC MEXICANA DE RESINAS Y LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA DE LA UNAM**

#### **5.1.1 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO**

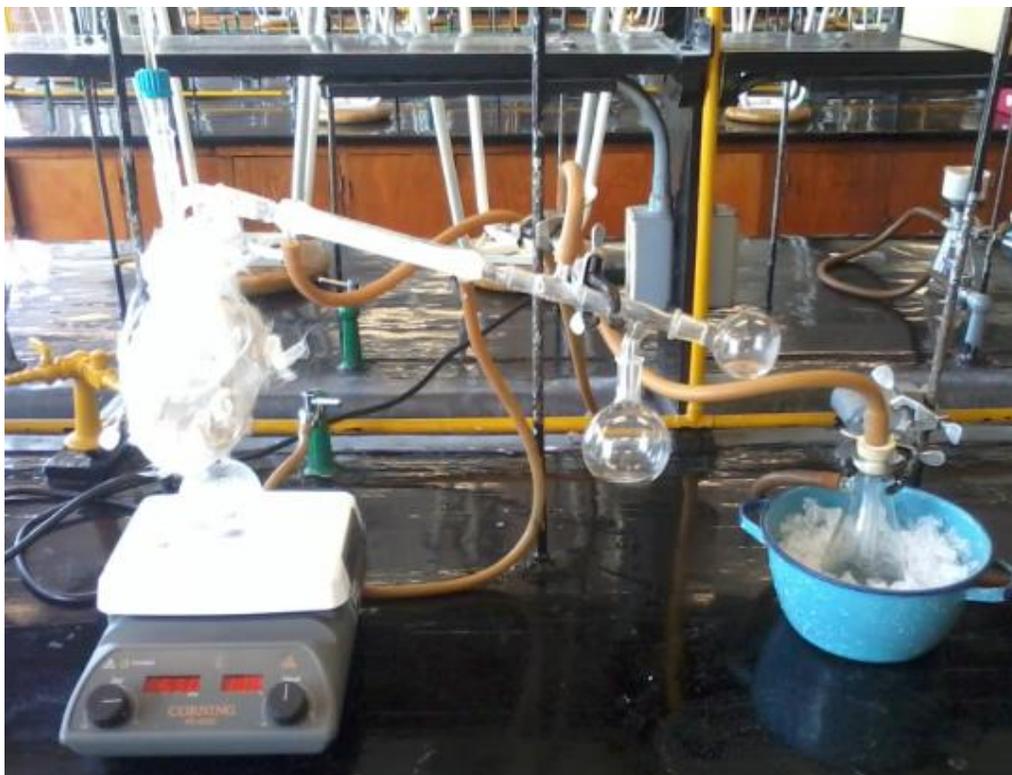
El equipo correspondiente a la primera y segunda parte es básicamente material de vidrio el cual consta de los siguientes complementos, mostrados en la Figura 5:

- Matraz de bola de vidrio, de una capacidad de 2 litros para el primero y un matraz de bola de 250 mL para el segundo
- Columna de rectificación tipo Vigreux<sup>3</sup> de vidrio
- Condensador tipo Leibigt<sup>4</sup> de vidrio
- Colector de vidrio
- Parrilla de calentamiento
- Termómetros de -20 a 260 °C
- Fibra de vidrio, como aislante del matraz
- Equipo para vacío, solo si se requiere

---

<sup>3</sup> Vigreux. La columna Vigreux una modificación del condensador de aire. Por lo general se utiliza como una columna de fraccionamiento para destilación fraccionada

<sup>4</sup> Leibigt. El condensador Leibigt es el diseño más sencillo de condensador refrigerado por agua, consta de dos tubos concéntricos, por el tubo exterior circula el agua de enfriamiento.



**Figura 5.** Equipo utilizado en el laboratorio de química orgánica de la UNAM (Segunda parte)

### **5.1.2 METODOLOGÍA DE EXPERIMENTACIÓN A NIVEL LABORATORIO.**

A continuación se presentan una serie de pasos que se siguieron para la realización de la experimentación en este equipo.

#### **PREPARACIÓN**

1. La cantidad recomendada de agua residual que se agrega al matraz no debe rebasar un 90% del volumen total del mismo.
2. Agregar el agua residual lentamente al matraz utilizando un embudo para evitar derrames.
3. Continuar con el armado del equipo como se muestra en la Figura 5 y verificar que se encuentre bien sostenido a un soporte fijo.

#### **OPERACIÓN**

4. Abrir el suministro de agua al sistema de enfriamiento, verificar que el flujo sea a contracorriente y que no existan fugas.
5. Iniciar el calentamiento del matraz encendiendo la parrilla y fijando valores en orden creciente para evitar golpes de temperatura en el equipo
6. Continuar con el calentamiento de la mezcla.

## PARO

7. Si la temperatura de la columna comienza a aumentar de una manera súbita, detener el calentamiento. Si la temperatura de la columna se mantiene constante o con incrementos de temperaturas menores, solo se detendrá el calentamiento si el volumen del matraz está por terminarse.
8. Se procede a desmontar el equipo, se limpian los materiales y se guarda.

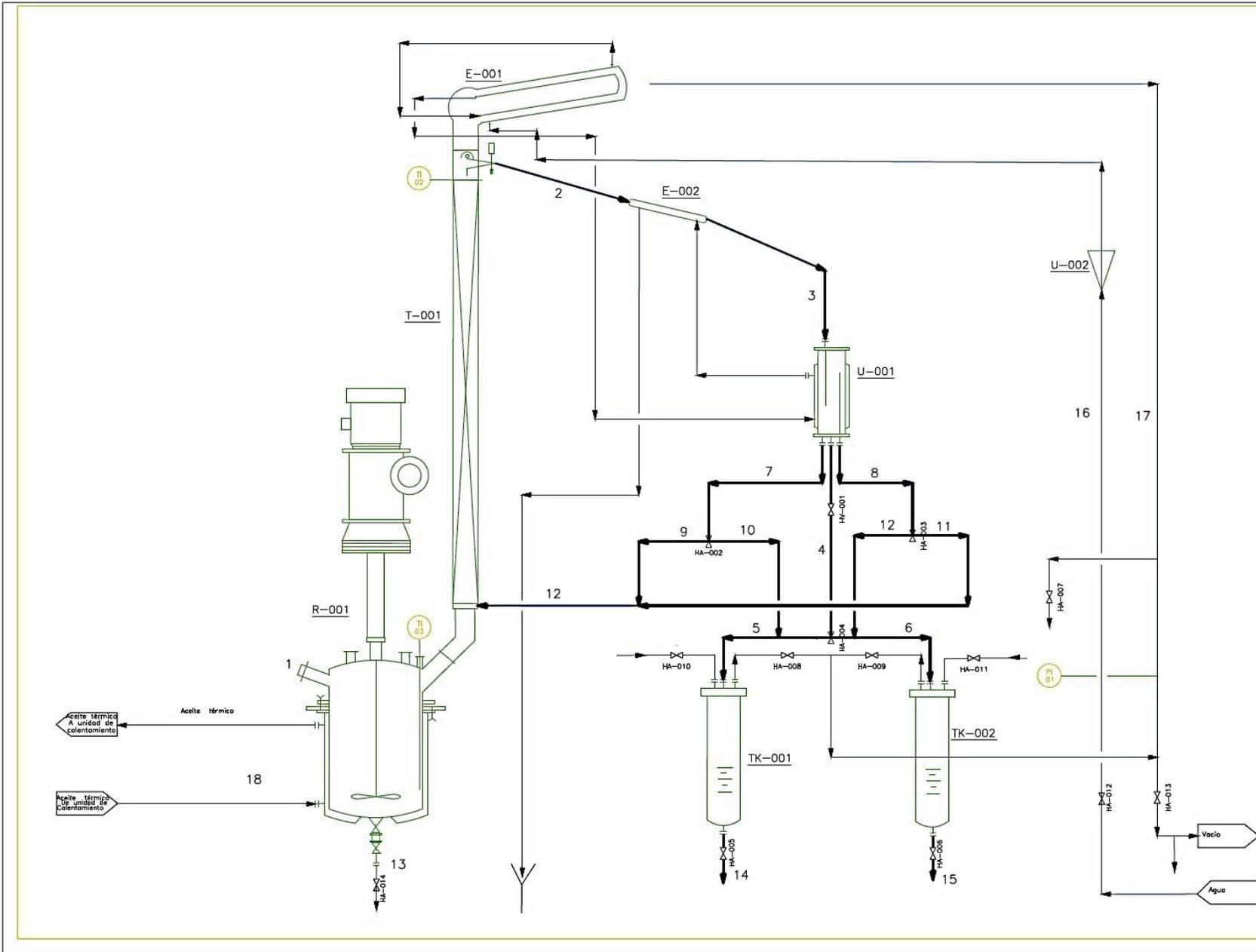
## 5.2 REACTOR POLIVALENTE DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA

### 5.2.1 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

En la Tabla 5 se hace una breve descripción del reactor polivalente del laboratorio de ingeniería química, para mayor referencia ver la Figura 6.

**Tabla 5.** Descripción del reactor Polivalente

<b>Código de Ubicación</b>	<b>Descripción de las referencias</b>
R-001	Reactor de acero inoxidable y vidrio encamisado, con capacidad de 10 L
R-001	Pozo termométrico con termómetro a dilatación 0-160 °C, una tubería de abastecimiento por <i>clamp</i> de acero inoxidable
R-001	Módulo de agitación, motor a velocidad variable de 30 a 30000 rpm, eje de agitación móvil, hélice de tres palas.
T-001	Columna de rectificación de vidrio con empaque <i>Multiknit</i>
E-002	Condensador tipo Leibig
U-001	Decantadora azeotrópica de vidrio / acero inoxidable, capacidad 2 L
TK-001 Tk-002	Recibidores de destilado; fabricados de vidrio / acero inoxidable, capacidad 2 L cada uno



**General Notes**

Descipcion del Equipo

E-001 Condensador Horizontal  
 E-002 Condensador tipo Liebig  
 R-001 Reactor  
 T-001 Columna de Rectificación  
 TK-001 Recibidor de Destilado No. 1  
 TK-002 Recibidor de Destilado No. 2  
 U-001 Decantador Azeotrópico  
 U-002 Rotámetro

No.	Revision/Issue	Date

**Drawing Name**

Reactor Piloto Polivalente

**Project Name and Address**

Recuperación del Agua producida en la producción de Resina Poliester

<b>Ass</b>	NA	<b>Shop</b>
<b>Drawing Number</b>	01	
<b>Artist</b>	Jose Sión	

**Figura 6.** Diagrama de Flujo de Proceso del Reactor Piloto Polivalente

## **5.2.2 METODOLOGÍA DE EXPERIMENTACIÓN EN EL REACTOR POLIVALENTE DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA**

La metodología mencionada a continuación se refiere a la Figura 7.

### **PREPARACION**

1. Cerrar las válvulas de toma de muestra y las válvulas de vaciado de equipo: HA-014, HA-005 y HA-006
2. Verificar que el sistema de calentamiento se encuentre listo para la puesta bajo tensión, esto es accionar los controles eléctricos para poder encender el equipo.

### **OPERACIÓN**

3. Abrir HA-012 e imponer caudal con el rotámetro U-002. En automático, el condensador E-001, el enfriador E-002 y el sistema de enfriamiento provisto en el decantador U-001 son abastecidos con agua de enfriamiento.
4. Accionar el interruptor general que se encuentra detrás del equipo de reacción.
5. Girar el interruptor de marcha general colocado en la parte posterior del tablero de control, en la posición 1, dando vuelta a la derecha.
6. Quitar el seguro del paro de emergencia, girando la perilla a la derecha.
7. Oprimir el control de marcha general.
8. Verificar que los indicadores de temperatura indiquen una temperatura coherente, si el equipo se encontraba apagado, la temperatura inicial indicada al momento del encendido corresponde a la temperatura ambiente.
9. Cerrar la válvula del fondo del reactor HA-014.
10. Desatornillar el Clamp del reactor.
11. Agregar al reactor la mezcla a destilar lentamente utilizando un embudo. Se recomienda agregar un volumen de entre 4 a 8 litros.
12. Restablecer la junta y atornillar el Clamp correctamente, sin forzar.
13. En el panel de control de la unidad de calentamiento girar la perilla en sentido de las manecillas del reloj en la posición 1. La unidad comenzará automáticamente el calentamiento y dependerá del Set Point (SP) de temperatura en el que se encuentre, por lo general el valor inicial del SP no debe rebasar los 50 °C para evitar cambios bruscos de temperatura y dañar el equipo.
14. Si la destilación es realizada bajo condiciones de presión reducida, seguir los pasos 15 y 16, de lo contrario pase a la sección de paro.
15. Mantener cerrado el Clamp del reactor, las válvulas HA-005, HA-006, HA-007, HA-010 y HA-011 deben estar cerradas. Abrir HA-008 y HA-009.
16. Accionar la bomba de vacío e imponer las condiciones de presión sobre el manómetro abriendo la válvula HA-013. Durante la práctica la presión debe ser verificada y ajustada con las válvulas HA-013 y HA-007.

## PARO

17. Si la destilación es realizada bajo condiciones de presión reducida, seguir los pasos 18 y 19, de lo contrario pase al paso 20.
18. Cerrar HA-012.
19. Abrir lentamente HA-007 hasta alcanzar la presión atmosférica.
20. Cambiar el SP de la unidad de calentamiento, disminuir poco a poco el SP para enfriar el reactor.
21. Observar en el tablero las temperaturas, cuando la temperatura del reactor este por debajo de los 60 °C se apaga la unidad de calentamiento girando la perilla en contra de las manecillas del reloj a la posición cero.
22. Accionar "Paro" del agitador y "Paro de emergencia". Girar la perilla del panel de control en contra de las manecillas del reloj en posición cero, se podrá observar que el equipo se habrá apagado.
23. Accionar el interruptor general que se encuentra detrás del equipo de reacción en posición "off".
24. Por ultimo cerrar la válvula HA-012 de agua de enfriamiento.
25. Descargar el reactor a una temperatura cercana a los 40-50 °C y asegurar que los compuestos orgánicos se encuentren disueltos en la mezcla.

### 5.3 OLLA VAPORIZADORA DEL MÓDULO DE DESTILACIÓN BRIGHON COOPER DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA

#### 5.3.1 DESCRIPCION DEL EQUIPO

A continuación se describe brevemente el equipo de la Figura 8, con el cual se realizaron las últimas experimentaciones

**Tabla 6.** Descripción de la Olla Vaporizadora del Módulo de Destilación Brighton Cooper.

Código de Ubicación	Descripción de las referencias
FA-04	Olla vaporizadora. Cilíndrica vertical, 268.36 L de volumen, 26 2/8" (0.664 m.) de diámetro, 27 2/8" (0.69 m.) de longitud de 1 1/2". (0.0381 m.) de diámetro
EA-01	Pre calentador de la Vertical de 3/4" de diámetro por alimentación 1.64' (0.,5 m) de longitud y 185.5 in <sup>2</sup> (0.119 m <sup>2</sup> ) de superficie de calentamiento; material de cobre.
EA-02 A, B	Condensador de Destilado. Vertical, 1/4" de diámetro de destilado por 4' (1.22 m) de longitud y 1130.97 in <sup>2</sup> (0.729 m <sup>2</sup> ) de superficie de calentamiento; material de cobre.

EA-02 C	Tercer condensador de Destilado. Vertical, 1/4" de diámetro de destilado por 2' (0.609m) de longitud y 1130.97 in <sup>2</sup> (0.729 m <sup>2</sup> ) de superficie de calentamiento; material de cobre.
EA-03	Subenfriador de Vertical con 8" (0.2 m) de diámetro por destilado 13 3/4" (0.35 m) de longitud.
DA-01	Torre de destilación Cilíndrica vertical de 7 5/8" (0.193 m) de diámetro por 4.22 m de altura, de 20 platos en arreglo triangular por cada plato; material de fundición de bronce.
FA-01	Tanque de Vertical con 236 litros de capacidad, 23" alimentación (57.64 cm) de diámetro y 35 2/16" (90.5 cm) de longitud; material de acero inoxidable.
FA-02	Tanque receptor horizontal con 97.7 litros de capacidad, material de acero al carbón.
FA-03	Tanque receptor Horizontal con 97.7 litros de capacidad, material de acero al Carbón.



### **5.3.2 METODOLOGÍA DE EXPERIMENTACIÓN EN LA OLLA VAPORIZADORA DEL MÓDULO BRIGHON COOPER DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA**

Se realizaron las pruebas experimentales en el equipo de destilación diferencial de acuerdo a la siguiente técnica de operación, el equipo corresponde a la Figura 8.

#### **PREPARACION**

1. Revisar el nivel de la olla vaporizadora (A-1), si contiene mezcla regrésela al tanque de alimentación o envíela a un contenedor para su posterior disposición. Lo anterior va a depender de que muestra se manejó con anterioridad, una lectura del índice de refracción de la mezcla dará una idea de la naturaleza de la misma.
2. Comenzar a cargar la mezcla residual por el embudo que se encuentra en la parte superior de la olla, tener en cuenta que hay que alinear la línea de alimentación.
3. Cargar la mezcla residual hasta que el indicador de nivel marque por lo mínimo 160 L, logrando lo anterior suspender la carga a la olla y cerrar las válvulas de entrada.
4. Alinear la tubería y abrir las válvulas del destilado, de tal manera, que el vapor generado en la olla (corriente #2) se dirija a los condensadores (C-1, C-2 y C-3) y al sub-enfriador de destilado (S-1), para que finalmente el condensado sea recolectado en recipientes graduados.
5. Alinear el suministro de agua de enfriamiento desde el cabezal que surte al equipo, al sub-enfriador de destilado, al rotámetro de agua de enfriamiento y a la rejilla recolectora.
6. Alinear la tubería del vapor de calentamiento que va desde la caldera hasta la válvula de suministro al serpentín de la olla.

#### **OPERACIÓN**

7. Alimentar vapor a una presión de  $0.5 \text{ Kg / cm}^2$  al serpentín de la olla, simultáneamente purgar la línea de condensados de vapor de calentamiento, verificar que el vapor no rebase  $1 \text{ Kg / cm}^2$ .
8. Tomar el tiempo tan pronto se reciban las primeras gotas de destilado el receptor de destilado, verificar también el condensado del vapor de calentamiento que se va generando.
9. Anotar los siguientes datos:

Tiempo (min)	Volumen de la Olla (L)	Volumen de Destilado (L)	Volumen de Condensado (L)	Temperatura de la olla (°C)	Presión de la Olla (Kg / cm <sup>2</sup> )
15					
30					
40					
...					

- Tomar una muestra de la mezcla de la olla y una muestra del destilado para determinar su composición por refractometría.

## PARO

10. Cuando se tenga el nivel por debajo de 70 L cerrar la válvula de alimentación de vapor al serpentín de la olla.
11. Cerrar las válvulas de suministro de agua de enfriamiento.
12. Cerrar la válvula de descarga del destilado al tanque receptor; dejar la carga final del residuo en la olla para que se enfríe; descargar la mezcla en frío a menos que se indique lo contrario.

## 5.4 CURVA DE CALIBRACIÓN

El proceso de destilación se monitorea con la concentración de la mezcla dentro del reactor y de condensado respecto al tiempo, para poder tener una medida cuantitativa y fácil de dichas concentraciones se utiliza el índice de refracción (IR). Es necesario aclarar que la mezcla residual se va a considerar como una mezcla binaria compuesta de DEG y agua, sin embargo, algunos resultados muestran que es posible encontrar Propileno Glicol (PG) y DEG en el agua residual.

Es necesario obtener una curva que relacione las concentraciones dentro del reactor con el índice de refracción. Para obtenerla es necesario realizar una serie de diluciones y mezclas de DEG-Agua y PG-Agua. A continuación se explica cómo se obtuvieron dichas curvas relacionando índice de refracción con la concentración.

El índice de refracción muestra una medida indirecta de la concentración ya que se tiene un valor determinado para una sustancia pura, por ejemplo, para el agua destilada, el índice de refracción es de 1.33299 a 20 °C. La temperatura es un parámetro de influencia en las mediciones de índice de refracción, ya que en la mayoría de los líquidos éste disminuye aproximadamente 0.00045 al aumentar 1 °C, mientras que en los sólidos disminuye únicamente 0.00001 por cada 1 °C; el agua disminuye 0.00010 por cada 1 °C.

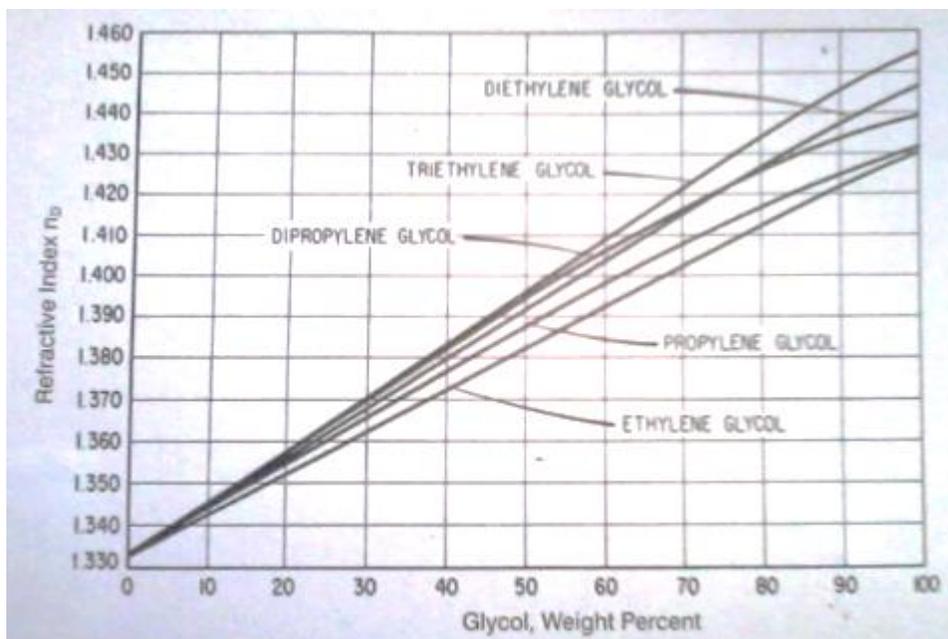
En general la disminución del índice de refracción con el aumento de temperatura se debe a la disminución de la densidad y constante dieléctrica del medio.

En primer lugar se realizaron diluciones a una muestra de agua residual con agua destilada de acuerdo a la tabla No. 7 para tener una idea de las posibles composiciones que se pueden presentar.

**Tabla 7.** Resultados de las diferentes diluciones hechas a la mezcla residual con agua destilada

<b>Composición en peso de agua Residual (%)</b>	<b>IR</b>
100	1.3412
90	1.34062
80	1.33984
70	1.3389
60	1.33806
50	1.33726
40	1.33646
30	1.33554
20	1.33472
10	1.33384
0	1.33332

Como se puede apreciar en la tabla No. 7, el índice de refracción del agua residual generada en el proceso industrial es de 1.3412, sin embargo para una mezcla DEG-Agua este índice refracción corresponde a una concentración menor al 15% en masa de DEG según la gráfica de la Figura 8.



**Figura 8.** Curvas de calibración de varios glicoles en por ciento peso. (AOC Mexicana de Resinas SA de CV. Introducción al Proceso PURs Parte 3. México 2000)

En base a lo anterior se construyó la curva de calibración IR vs Composición para el sistema DEG-Agua tomando como concentración más alta de 15 % en peso de DEG, se tomó muestra de DEG puro y se hicieron las siguientes diluciones presentadas en la Tabla 8

**Tabla 8.** Resultados experimentales mezcla DEG-Agua

Composición en peso de DEG (%)	IR
0	1.3333
2	1.335275
4	1.3375
6	1.34
8	1.3421
10	1.344625
13	1.347025
15	1.3502

Al igual que con la mezcla DEG-Agua, en la Tabla 9 se muestran las diluciones hasta un 15 % en peso de PG en una mezcla PG-Agua.

**Tabla 9.** Resultados experimentales mezcla PG-Agua.

<b>Composición en peso de PG (%)</b>	<b>IR</b>
0	1.3333
5	1.339
10	1.3448
15	1.3496
20	1.3554

Se obtuvo la ecuación por regresión lineal de los datos % en peso de DEG ya que presentan un comportamiento lineal, sin embargo, se ha mencionado que las concentraciones de DEG en la destilación se estiman en un rango de 0 a 15 %, este es el rango donde la ecuación obtenida es válida.

$$\% \text{ en peso de DEG} = \frac{IR - 1.3332}{0.0011}$$

Asimismo, se obtuvo la ecuación por regresión lineal de los datos % en peso de PG dando como resultado la siguiente ecuación:

$$\% \text{ en peso de PG} = \frac{IR - 1.3335}{0.0011}$$

Observando la ecuaciones podríamos decir que en un intervalo de 0 a 15 % el comportamiento es el mismo para ambas mezclas debido a que las concentraciones en glicol son bajas, a medida que se va concentrando la mezcla en glicol se puede observar diferencias más marcadas. Por lo anterior y teniendo en cuenta que el DEG es usado en mayor cantidad que el PG como materia prima y es más probable que este en la mezcla residual se admite que la mezcla residual es una mezcla binaria de DEG-Agua.

Se usará la ecuación % en DEG para determinar la concentración de DEG en el agua en cada inicio y final de las experimentaciones, es por eso que frecuentemente se harán referencias a ella.

## 6. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

Como se ha venido mencionando, la parte experimental se realizó en cuatro etapas:

- La primera etapa corresponde a los experimentos realizados en la empresa AOC Mexicana
- La segunda etapa corresponden a los experimentos realizados en laboratorios de orgánica de la Facultad de Química de la UNAM
- La Tercera etapa corresponde a los experimentos realizados en el reactor polivalente a escala piloto del LIQ de la UNAM
- La Cuarta etapa corresponden a los experimentos realizados en la olla vaporizadora del módulo de destilación Brighton Cooper del LIQ de la UNAM.

Cabe señalar una vez más que la mezcla residual se considera para estos y otros experimentos posteriores, como una mezcla de dos componentes, agua y DEG, sin embargo, se sabe que la mezcla residual consta de en su mayoría DEG y agua, además de Monoetilenglicol (MEG), Propilenglicol (PG) y ácidos orgánicos como el ácido maléico.

Los resultados se presentan en un formato establecido, en primer lugar se tiene los datos correspondientes al seguimiento del proceso que son datos y observaciones recabadas en el momento de la experimentación; después se presentan los resultados del Índice de refracción (IR) con su correspondiente porcentaje calculado a partir de la ecuación experimental, así mismo se presenta un balance total y como complemento de los datos se presentan graficas relacionadas con los resultados; finalmente en cada sección se presentan imágenes representativas de la experimentación.

Para la primera, tercera y cuarta etapa se presentan valores promedios dada la cantidad de experimentaciones realizadas, los resultados individuales son presentados en el Anexo 1.

## 6.1 PRIMERA ETAPA. EXPERIMENOS EN LA EMPRESA AOC MEXICANA

A continuación se presentan los resultados experimentales promedio de la primera etapa, esta etapa consta de dos experimentaciones, los datos relevantes se presentan en la Tabla 10.

**Tabla 10.** Resultados experimentales promedio de la primera etapa de la experimentación.

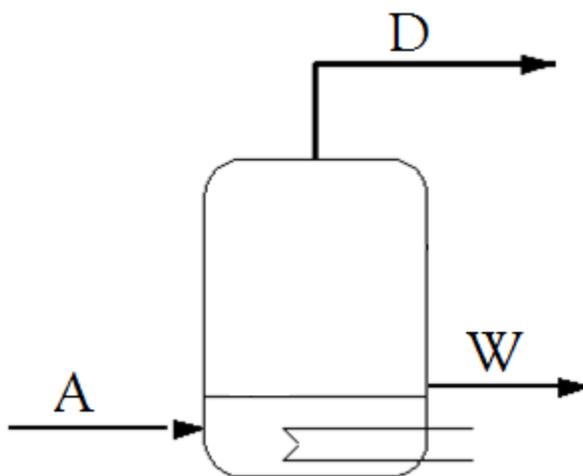
TIEMPO (min)	TEMPERATURA DEL REACTOR (°C)	TEMPERATURA DE LA COLUMNA (°C)
0	21	19.5
30	79	20.5
90	94	57
95	94	92.5
120	93.5	93
160	93.5	93
190	93.5	93.25
230	98.5	94

Los resultados de la Tabla 10 muestran claramente la temperatura de ebullición de la mezcla se encuentra entre 94 y 93.5 °C, se mantiene constante aproximadamente dos horas antes de que la temperatura del reactor aumente. En cuanto a la temperatura de la columna, esta alcanza los 93 °C en promedio, temperatura cercana al punto de ebullición del agua. Prácticamente se logra mantener la temperatura del reactor constante indicando cambio de fase del compuesto más volátil.

En el segundo experimento de la primera etapa se monitoreo la temperatura del condensado obteniendo una temperatura promedio de 28.18°C, con un flujo másico de 6.1 g/min teniendo un mínimo al término del experimento.

Dada la naturaleza y objetivos del experimento hasta este punto no era posible recabar más información, sin embargo se presenta a continuación el balance general de materia.

- Balance global



$$A = D + W$$

Donde

A= Cantidad de agua residual inicial

D= Cantidad de agua Destilada

W= Cantidad de agua residual al final de la destilación

Nota: Este balance se aplica a cada experimento presentado.

A= Agua residual inicial	1778.6 gr
D= Agua Destilada	1514.6 gr
W= Agua residual Final (Residuos Reactor)	181.01 gr
Pérdidas	82.97 gr

Retomando la ecuación para la composición de DEG:

$$\% \text{ en peso de DEG} = \frac{IR - 1.3332}{0.0011}$$

La Tabla 11 muestra los resultados promedio de composición obtenidos experimentalmente al inicio y al final del experimento, así también, muestra propiedades físicas obtenidas

Tabla 11. Resultados de las composiciones promedio de la primera etapa de la experimentación.

Muestra	IR @20°C	Composición DEG (%)	pH	Densidad (g/mL)
Agua Residual Inicial	1.34465	10.4	0-1	-----
Agua del Destilado	1.33395	0.6818	6	1.0034
Agua Residual Final	1.4252	83.6	0-1	1.09

En la Tabla 11 podemos observar una buena remoción del componente orgánico en el agua destilada su IR es muy cercano al del agua pura al igual que la densidad, además, la composición de DEG en el residuo aumenta del 10.4 % al 83.6 % en peso, esto se debe en gran medida a que se destila en promedio el 84.87% de la carga inicial.

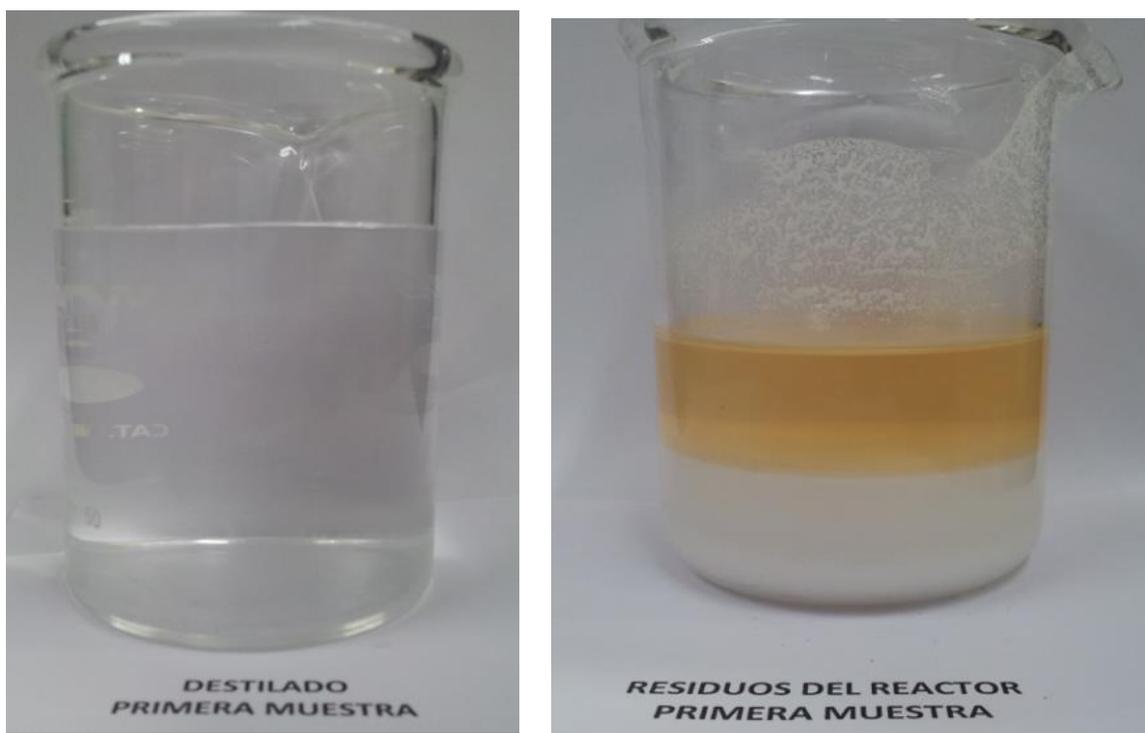
En cuanto al destilado, este se obtiene con un 99.28 % en peso de agua por lo que la composición de DEG es mínima. En la Tabla 12 se muestra el balance de materia por componente al principio y al final de la experimentación.

**Tabla 12.** Resultados promedios del balance de masa por componente de la primera etapa de la experimentación.

Componente	Carga Inicial		Destilado		Residuos	
	Fracción masa	Masa Total (gr)	Fracción masa	Masa Total (gr)	Fracción masa	Masa Total (gr)
DEG	0.1041	181.805	0.00685	10.245	0.83635	149.575
Agua	0.8959	1596.81	0.99315	1504.38	0.16365	31.44
Total	1	1778.615	1	1514.625	1	181.015

Para este par de experimentos que conforman la primera etapa, hay una diferencia de 82.97 gr respecto a la cantidad cargada con la cantidad de agua obtenida, a esto se le es considerado como “agua perdida” ya sea en las conexiones en forma de vapor o durante la operación entre otras.

En la Figura 9 se presentan fotografías de las muestras obtenidas al final de la experimentación, la fotografía de la izquierda corresponde al agua destilada por lo que se ve un líquido claro libre de materia en suspensión, por otra parte, en la fotografía de la izquierda se muestra un líquido amarillento el cual corresponde al componente orgánico (DEG) con un color amarillo desarrollado por las altas temperaturas a la que se somete, además de partículas sólidas precipitadas correspondientes a los posibles ácidos orgánicos, esta mezcla es la que se pretende usar de nuevo como materia prima de recuperación para nuevos productos.



**Figura 9.** Fotografías realizadas a las muestras finales de la mezcla destilada

## 6.2 SEGUNDA ETAPA. EXPERIMENTO REALIZADO EN EL LABORATORIO DE ORGÁNICA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA

La segunda etapa de este trabajo consta del tercer experimento realizado a presión reducida. Durante este experimento no fue posible medir la temperatura del reactor por la capacidad del equipo y por el objetivo principal del mismo, el cual fue de observar el comportamiento de la destilación si se reduce la presión del sistema, los resultados experimentales se presentan en la Tabla 13.

Tabla 13. Resultados experimentales del tercer experimento.

<b>Tiempo (min)</b>	<b>Temperatura de la columna (°C)</b>
<b>0</b>	18
<b>5</b>	18
<b>6</b>	49
<b>13</b>	49
<b>24</b>	50
<b>27</b>	51
<b>39</b>	51
<b>51</b>	51
<b>77</b>	51
<b>93</b>	49
<b>95</b>	46
<b>96</b>	45

La Tabla 13 muestra la temperatura de ebullición de la mezcla a 51 °C aproximadamente lo que indica un abatimiento de la temperatura de ebullición respecto a los experimentos anteriores, relacionado a esto, el tiempo de destilación es menor, sin embargo, la cantidad cargada es menor, como se indica en el balance general y en la Tabla 15.

Los resultados obtenidos en esta experimentación fueron fundamentales para programar las siguientes corridas. El resultado mas importante es la obtención de una “cabeza” en la destilación esto es un volumen de mezcla con una composición determinada y diferente a la destilación esperada. Este fenómeno no se presentó en los experimentos anteriores, una posibilidad es que este fenómeno pase al principio de la destilación sin que podamos distinguirla del cuerpo de la misma.

El volumen generado como “cabeza” presenta una composición de DEG relativamente elevada de 1.55 % en DEG aproximadamente como se indica en la Tabla 14, esta parte de la destilación es posible regresarla al reactor o bien separarla del demás destilado. El volumen de la llamada “cabeza de la destilación” es aproximadamente de 2 mL, esto es el 4.87 % del destilado total del experimento.

**Tabla 14.** Propiedades obtenidas en el tercer experimento.

Muestra	IR @20°C	Composición DEG (%)	pH	Densidad (g/mL)
Agua Residual Inicial	1.3418	7.82	1 a 2	1.0083
Cabeza de la Destilación	1.3349	1.55	6	-----
Agua Destilada	1.3333	0.09	6 a 7	1.0013
Agua Residual Final	1.4021	62.64	0 a 1	1.011

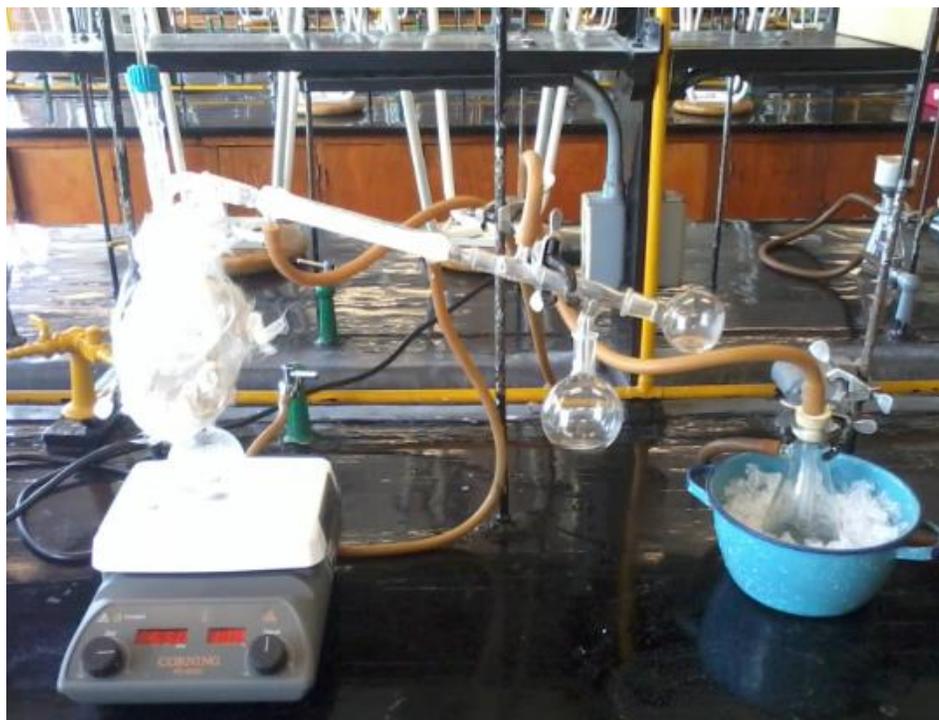
En este experimento se pretendió usar unidades volumétricas excepto en el balance de materia como se muestra en la Tabla 15; la variación entre las cantidades de agua perdida es debida al cambio de unidades, no fue posible comprobar el balance de materia tanto para el volumen de la cabeza de la destilación como para las pérdidas.

**Tabla 15.** Balance de materia por componente del tercer experimento.

Componente	Carga Inicial		Destilado		Residuos	
	Fracción masa	Masa Total (gr)	Fracción masa	Masa Total (gr)	Fracción masa	Masa Total (gr)
DEG	0.0782	4.10	0.0009	0.04	0.6264	3.86
Agua	0.9218	48.33	0.9991	41.10	0.3736	2.30
Total	1.00	52.43	1.00	41.14	1.00	6.17

Los resultados obtenidos fueron los esperados, sin embargo no se preveía la formación de una “cabeza de destilación” dada la naturaleza de la mezcla residual. Por lo anterior, los experimentos en la unidad a escala piloto en el reactor polivalente se realizan a presión atmosférica y a presión reducida para definir un procedimiento (o serie de procesos) con el cual es posible destilar agua con una calidad suficiente para ser reutilizada y además confirmar si los resultados son repetitivos, no se pone énfasis a utilizar relación de reflujo ya que el destilado se prevé prácticamente agua con alta pureza desde el inicio de la destilación.

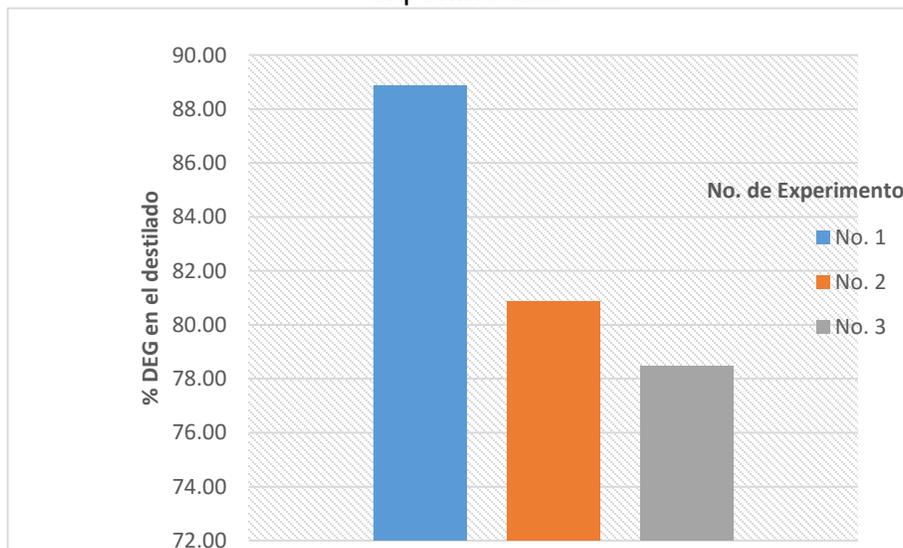
En la Figura 10 se muestra la fotografía tomada al equipo utilizado en este tercer experimento.



**Figura 10. Muestras del Equipo utilizado durante el experimento**

Un comparativo entre la cantidad destilada a presión atmosférica y a presión reducida se muestra en la Grafica 1. Sin embargo, aunque el experimento número 3 no presente un alto porcentaje de destilado, este presenta una mayor calidad de agua con el 99.91 % en peso (de Agua) respecto a un 99.3 % que presenta en promedio los dos primeros experimentos.

**Gráfica 1 Comparativo del porcentaje destilado para los tres primeros experimentos**



### 6.3 TERCERA ETAPA. EXPERIMENTOS REALIZADOS EN EL REACTOR POLIVALENTE DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA

Dado los resultados obtenidos a nivel laboratorio, se define realizar la operación en una mayor escala, la tercera parte de la experimentación consistió básicamente en la realización de pruebas en una unidad de mayor capacidad como se describe en el apartado 5.2.1.

Las Tabla 16 presenta los resultados promedio de seis experimentos (experimento No. 4 al experimento No. 9) a presión atmosférica, se tomaron valores de temperatura, tiempo y una serie de observaciones que se consideran pertinentes para la secuencia del mismo experimento.

**Tabla 16.** Resultados experimentales promedio a presión atmosférica de la tercera etapa de la experimentación.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite de calentamiento (°C)
0	20.9	20.8	16
5	21.3	20.5	50
25	31.9	21.0	50
50	56.3	21.7	70
70	74.1	22.2	70
80	82.7	22.1	84
90	88.2	22.2	82
100	91.6	84.1	98
105	92.75	90.4	99
110	93.4	91.0	124
120	93.7	91.1	122
130	93.9	91.6	124
140	93.9	91.9	124
160	94.3	92.4	124
190	95.8	92.5	124
200	98.1	92.2	124
210	99.6	92.5	124

<b>220</b>	103.7	92.5	124
<b>240</b>	106.1	92.5	125
<b>250</b>	109.8	92.6	125
<b>260</b>	107.6	92.6	124
<b>280</b>	104.4	92.6	125

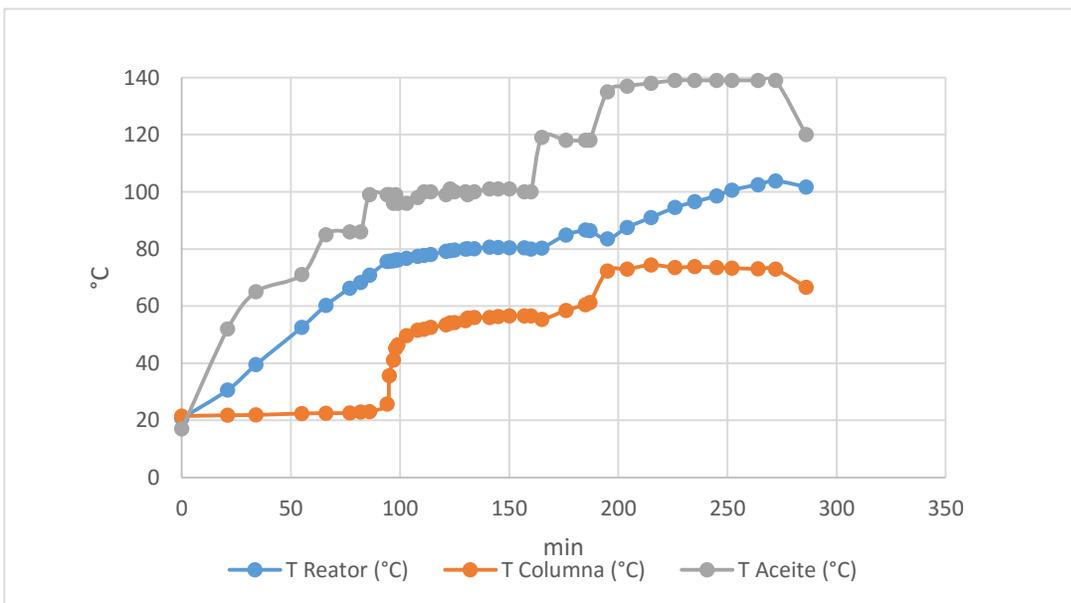
El comportamiento de los seis experimentos es muy similar, las diferencias que se notaron fueron durante el calentamiento, el experimento es confiable y reproducible a escala piloto.

Durante las experimentaciones de esta etapa se obtuvo una “cabeza” de destilación, este fenómeno no se esperaba a menos que el sistema se colocara a presión reducida, sin embargo el destilado inicial se presentaba turbio, lecturas posteriores de IR muestran un alto contenido en componente orgánico. Para intentar reducir este efecto, se colocaba la columna a reflujo total en promedio 20 minutos.

Se determinó realizar dos experimentaciones (experimento No. 10 y 11) a presión reducida ya que los tiempos de operación a presión atmosférica son altos e impide enriquecer más la mezcla en componente orgánico.

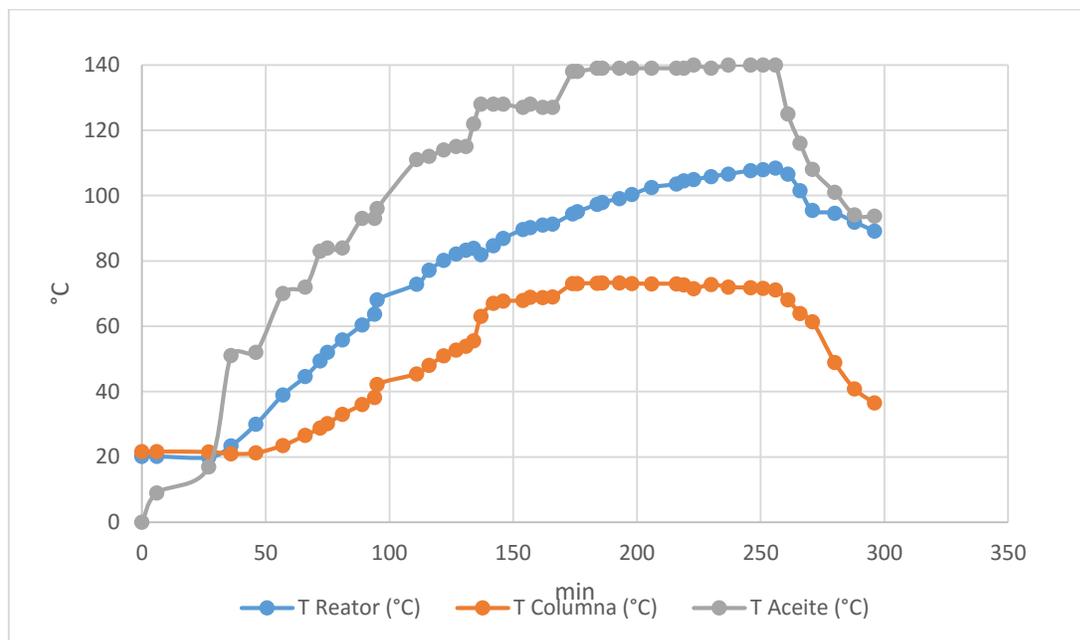
La Grafica 2 muestra el perfil de temperaturas obtenido en el experimento No. 10, el vacío fue generado a los 76 °C (a los 94 min del inicio del experimento). En este experimento aunque la temperatura de ebullición de la mezcla disminuye, y aumenta al llegar a la temperatura de ebullición de la mezcla indicada en los experimentos anteriores

**Grafica 2. Perfiles de Temperatura experimento No. 10 a presión reducida.**



La Gráfica 3 muestra el perfil de temperaturas obtenido en el experimento No. 11, el vacío fue generado en el sistema desde el principio del experimento.

**Grafica 3. Perfiles de Temperatura experimento No. 11 a presión reducida.**



En la Tabla 17 se muestra el balance de materia total para cada experimento de esta tercera etapa de experimentación. En la mayoría de las experimentaciones se carga el reactor a un 50 % de su capacidad, como se puede apreciar en la tabla 52, el promedio cargado de mezcla residual fue de 5255 gr a una capacidad máxima de 10 Kg. El porcentaje promedio destilado de los 5255 gr de mezcla inicial fue del 43.8 %, teniendo un máximo porcentaje de destilado en el experimento No.10 y un mínimo de destilado en el experimento No. 5

**Tabla 17.** Resultados experimentales de la tercera etapa de la experimentación.

	Carga Inicial (gr)	Destilado Total (gr)	Residuos (gr)	Perdidas (gr)	% Destilado
<b>Experimento No. 4</b>	6509.9	2902.0	3542.8	62.0	44.6
<b>Experimento No. 5</b>	5528.7	1958.5	3199.9	370.3	35.4
<b>Experimento No. 6</b>	5147.4	2253.6	2190.9	702.9	43.8
<b>Experimento No. 7</b>	4983.0	2252.2	2327.8	402.9	45.2
<b>Experimento No. 8</b>	5179.4	2302.3	2687.1	189.9	44.5
<b>Experimento No. 9</b>	5143.4	2251.3	2754.1	138.0	43.8
<b>Experimento No. 10</b>	4712.3	2254.7	2447.3	10.4	47.8
<b>Experimento No. 11</b>	4832.26	2202.6	2391.6	237.9	45.6
<b>Promedio</b>	5254.6	2297.2	2692.7	264.3	43.8

En la Tabla 17 muestra hasta cierto punto, un alto nivel de pérdidas, teniendo la mayor pérdida de material en el experimento No. 6 y la menor en el No. 10, las pérdidas pueden ser atribuidas en su mayoría al equipo, ya que en algunos experimento se observaba fugas de vapor y condensado en el domo de la columna, aunado a pérdidas por material incrustado en las paredes del reactor y pérdidas al cargar-descargar material del reactor.

Al poner a presión reducida la unidad las fugas presentes de vapor son disminuidas considerablemente, es por eso que en el experimento No. 10 se observa una pérdida casi nula de mezcla, sin embargo, el experimento No. 11 presenta pérdidas altas aún con vacío en la unidad.

La concentración inicial promedio durante esta etapa es de 8.95 % peso en DEG la cual al final de la destilación se incrementa a un promedio de 13.74 % en peso de DEG lo que nos sugiere que la mezcla residual se va concentrando se retira agua de la mezcla. En el experimento No. 9 se logra concentrar la mezcla inicial desde un 11.33 % hasta un 18.21 % con un 0.48 % de DEG en el destilado. Aunque el experimento No. 8 fue realizado con relación de reflujo, el único experimento que se realizó con este tipo de variante, el flujo de destilado y la cantidad final destilada no fueron altos.

En los experimentos No. 10 y 11 que fueron hechos a presión reducida la concentración inicial coincide en un mismo porcentaje, lo cual nos permite ver la variación de composición de DEG en dos diferentes condiciones de operación. En el experimento No. 10 se obtiene el porcentaje alto respecto al experimento No. 11 debido a que es más rápida la obtención de la “cabeza” del destilado ya que el vacío se genera repentinamente; mientras que en el experimento No. 11 se obtiene la “cabeza” de manera gradual lo que provoca una etapa lenta de destilación hasta que llega a la temperatura de destilación del agua, además se tiene un tiempo determinado de experimentación por lo que hasta cierto punto la destilación con presión reducida desde el inicio se hace más lenta que las normales.

Lo anterior es un poco contradictorio ya que la presión reducida ayuda a que la destilación sea favorecida a menores temperaturas por disminución de la presión de ebullición de la mezcla, dicho efecto no se logró dado la baja presión de vacío generada en la unidad.

La turbiedad en agua se debe a la presencia de partículas suspendidas y disueltas. La transparencia del agua es muy importante cuando se destina a consumo humano, productos destinados al mismo y a otros procesos de manufactura que requieren agua con características específicas, razón por la cual, la determinación de la turbiedad es muy útil como indicador de la calidad del agua, y juega un papel importante en el desempeño de las plantas de tratamiento de agua.

La norma mexicana establece un intervalo de trabajo de 0.01 a 40 UNT en muestras de agua residual, residual tratada y natural. La unidad de medida adoptada por el

estándar ISO es el FTU (Unidad de Turbidez de la Formazina) que es idéntica al UNT (Unidad Nefelométrica de Turbidez).

Dado que la turbidez está relacionado con los sólidos suspendidos en las muestras de agua, se determinó para cada experimento el valor de la turbidez, sin embargo los valores solo dan una idea sobre la calidad del agua inicial y obtenida, aunque no se obtienen valores similares se puede observar una tendencia general: el destilado se obtiene una menor turbidez, en la mayoría de los casos menor a una unidad UNT.

**Tabla 18.** Resultados experimentales de Turbidez para cada experimento de la tercera etapa

<b>Turbidez (UNT)</b>				
	Carga Inicial	Destilado "Cabeza"	Destilado Total	Residuos
<b>Experimento No. 4</b>	ND	ND	ND	ND
<b>Experimento No. 5</b>	1.62	4.70	0.80	8.80
<b>Experimento No. 6</b>	19.92	3.85	1.01	ND
<b>Experimento No. 7</b>	32.41	6.08	0.65	*ND
<b>Experimento No. 8</b>	15.32	4.65	0.09	15.7
<b>Experimento No. 9</b>	10.80	35.00	0.13	11.9
<b>Experimento No. 10</b>	26.45	4.91	0.76	9.32
<b>Experimento No. 11</b>	14.65	5.23	0.53	11.39

Como se aprecia en la Tabla 18 los valores de la carga inicial no varían mucho comparados con los residuos, de hecho en el experimento No. 9 se observa una mayor turbidez en la “cabeza” que en la mezcla inicial; la explicación a estas variaciones es debida a la presencia de residuos flotantes y materia fina en la mezcla los cuales sedimentan rápidamente debido al cambio de temperatura, a mayor temperatura de la mezcla los sólidos presentes se disuelven, temperaturas bajas sedimentan los sólidos orgánicos dando como resultado lecturas bajas en el turbidímetro. Pequeñas burbujas de aire pueden afectar el resultado de manera positiva, sin embargo, se tomaron medidas para la disminución de errores humanos en las lecturas de turbiedad.

**Tabla 19.** Resumen de parámetros de operación experimentales para cada experimento de la tercera etapa

	Temperatura de Ebullición de la mezcla (°C)	Temperatura de Ebullición del agua (más volátil)(°C)	Duración Total del Experimento (hrs)	Duración de Reflujo Total (min)	Tiempo en llegar los 100°C (hrs)	Temperatura máxima del Aceite	Tiempo en llegar a Temperatura máxima (hrs)
<b>Experimento No. 4</b>	92.9-93.8	92.72	4.65	16	2.03	156	2.63
<b>Experimento No. 5</b>	92.8-93.7	92.56	4.53	16	2.17	149	3.98
<b>Experimento No. 6</b>	93.3-93.8	92.51	4.95	20	2.35	158	4.58
<b>Experimento No. 7</b>	93.4-93.6	92.54	5.6	5	1.52	159	4.88
<b>Experimento No. 8</b>	93.4-93.6	93.20	4.97	NA	1.48	159	3.58
<b>Experimento No. 9</b>	93.1-93.9	92.51	4.10	12	3.2	162	3.67
<b>Promedio</b>	<b>92.78 a 93.8</b>	<b>92.67</b>	<b>4.80</b>	<b>13.80</b>	<b>2.13</b>	<b>157</b>	<b>3.89</b>
<b>Experimento No. 10</b>	76-87	73.29	4.77	31	2.55	139	3.77
<b>Experimento No. 11</b>	52 a 108	72.68	4.35	20	1.82	140	3.95

Como se aprecia en la Tabla 19 y 20, la duración total promedio de las experimentaciones en el reactor piloto sin presión reducida fue de 4.8 horas, de las cuales 3.89 horas fue destilación y la otra parte del tiempo se ocupó entre calentamiento y enfriamiento del reactor. En la mayoría de los experimentos se coloca la columna en reflujo total con el objeto de estabilizar el equipo, al colocar la columna en trasiego se observa un aumento de temperatura en el domo de la misma hasta alcanzar la temperatura promedio de 92.67 °C.

Como se ha mencionado, al principio de la destilación se produce una “cabeza”, es decir, una mezcla con componentes más volátiles que difieren en composición deseada, esta “cabeza” es un destilado turbio que en promedio representa un 9.98 % del total del destilado, el 22.69 % promedio del tiempo del total de la destilación y el 9.98 % promedio del volumen total de destilado; sin embargo cabe aclarar que el tiempo total de la destilación fue en función del tiempo disponible en la unidad, si se hubiese dispuesto de más tiempo, el porcentaje de destilado turbio se vería disminuido.

**Tabla 20.** Resumen de parámetros de operación experimentales para cada experimento de la tercera etapa

	<b>Duración Total del Experimento (hrs)</b>	<b>Tiempo antes de la Destilación (hrs)</b>	<b>Duración Total de Destilación (hrs)</b>	<b>Duración de Reflujo Total (min)</b>	<b>Tiempo de destilado turbio (min)</b>	<b>Volumen de Destilado turbio (mL)</b>	<b>%Destilado Turbio</b>
<b>Experimento No. 4</b>	4.65	1.48	2.90	16	NA	NA	NA
<b>Experimento No. 5</b>	4.53	1.82	2.72	16	14	100	5.11
<b>Experimento No. 6</b>	4.95	1.83	2.72	20	51	225	9.98
<b>Experimento No. 7</b>	5.6	2.18	3.0	5	54	320	14.21
<b>Experimento No. 8</b>	4.97	1.87	2.05	NA	45	250	10.86
<b>Experimento No. 9</b>	4.10	1.8	2.3	12	14	230	10.22
<b>Promedio</b>	<b>4.80</b>	<b>1.83</b>	<b>2.61</b>	<b>13.80</b>	<b>35.60</b>	<b>225.00</b>	<b>9.98</b>
<b>Experimento No. 10</b>	4.77	1.63	3.12	31	NA	70	3.18
<b>Experimento No. 11</b>	4.35	1.48	3.68	20	NA	NA	NA

Dado los resultados aceptables, se decidió probar un equipo de mayor capacidad y de mejor eficiencia de calentamiento, se optó por usar la olla vaporizadora del módulo de destilación Brighton Cooper.

#### 6.4 CUARTA ETAPA. EXPERIMENTACIÓN EN LA OLLA VAPORIZADORA DEL MÓDULO DE DESTILACIÓN BRIGHON COOPER DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA

La última etapa de las experimentaciones corresponden al equipo de mayor capacidad por lo que se pretendía tener un mayor desempeño en la operación del equipo ya que se habían tenido resultados similares en los equipos anteriores, los resultados se muestran en la Tabla 21.

**Tabla 21.** Resultados experimentales correspondientes al doceavo experimento, seguimiento del proceso.

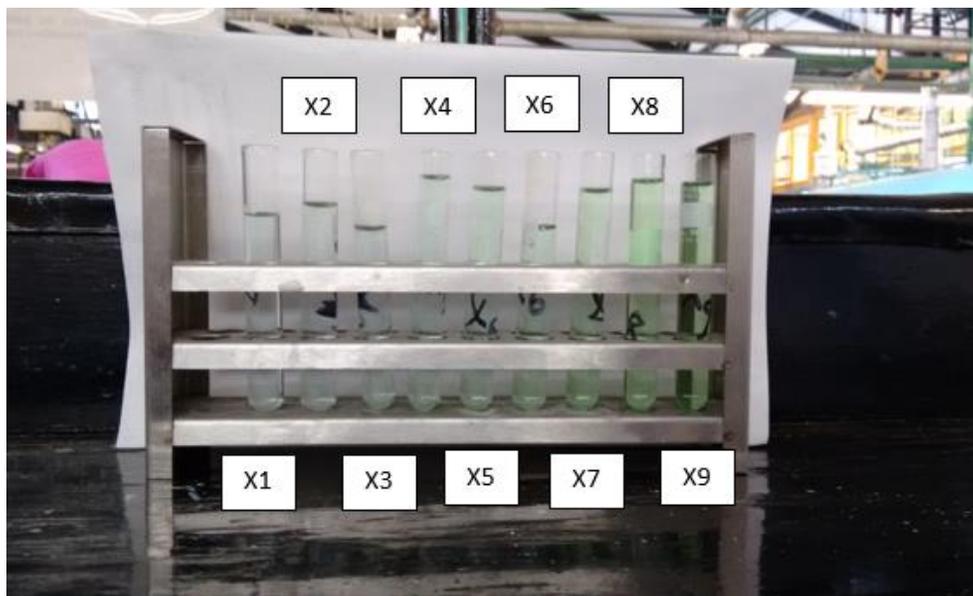
Tiempo (min)	Volumen de la Olla (L)	Presión del Vapor (kg/cm <sup>2</sup> )	Flujo de Destilado (L/min)	Flujo de Condensados de Vapor (L/min)
0	120	0.6	S.D.	0.38
15	116	0.6	0.40	0.43
30	110	0.5	0.28	0.41
45	109	0.4	0.25	0.28
60	104	0.55	0.41	0.55
75	97	0.75	0.55	0.49
90	93	0.6	0.43	0.48
105	88	0.5	0.41	0.45
120	84	0.5	0.44	0.39
135	78	0.5	0.52	0.54
150	73	0.5	0.47	0.51

El proceso de experimentación fue relativamente rápido, un total de 3.2 horas de experimentación, la temperatura de ebullición de la mezcla fue de 93.3 °C aproximadamente; valor no alejado de las anteriores experimentaciones. La Tabla 22 muestra la composición inicial y final de la experimentación.

**Tabla 22.** Composición inicial y final respecto al índice de refracción.

	Carga en Kg	IR	Composición de DEG aproximada (%)	Composición de Agua aproximada (%)
<b>Carga Inicial</b>	153.79	1.345	10.7273	89.2727
<b>Destilado</b>	73.08	1.333	0.1818	99.8182
<b>Residuos</b>	78.16	1.355	19.8182	80.1818

A continuación en las Figuras 11 y 12 se muestran las imágenes de las muestras tomadas en la experimentación, cabe mencionar que la coloración verde que se torna en la mezcla dentro de la olla se ve concentrando con forme aumenta el componente menos volátil. El tono verde que adquiere el agua es una contaminación con el material del que está constituida la olla vaporizadora.



**Figura 11.** Muestras correspondientes a la olla vaporizadora durante el experimento.



**Figura 12.** Muestras correspondientes al destilado durante el experimento.

Las experimentaciones dentro de este equipo no se tenían contempladas inicialmente, ya que se creía bastarían los resultados del reactor polivalente, sin embargo hay varias razones por las cuales se optó por el uso de este equipo, las cuales se resumen en los siguientes rubros:

- a. Experimentación previa con mezcla similar.

Anteriormente se trabajó con este equipo con una mezcla MEG-Agua, igualmente para trabajo de tesis, trabajando con una concentración inicial del 45% en peso de MEG a más del 70% en MEG. Dadas las posibles similitudes entre en MEG y el DEG y concentración muy baja del DEG en la mezcla posibilitaron el uso del módulo de destilación

- b. Confirmar repetividad de datos obtenidos en el reactor polivalente.

Para tener una repetitividad aun en escala mayor, uno de los puntos a observar en este rubro es la carga térmica, ya que para los experimentos en el reactor polivalente se tuvieron tiempos de calentamiento mayores a una hora y media para una carga mínima de agua residual. Además el módulo de destilación nos da la opción de tomar muestras de la olla vaporizadora durante el experimento y así tener un dato real sobre las composiciones durante el tiempo de experimentación, lo cual no fue posible en el reactor polivalente por la ubicación de la descarga del reactor.

- c. Equipo similar a un vaporizador de simple efecto.

Una de las opciones que durante el desarrollo de las experimentaciones fue optar por un evaporador dada la supuesta naturaleza del agua residual.

Los experimentos dentro de este equipo se resumen en la Tabla 23:

**Tabla 23.** Perfiles de concentración para la cuarta parte, calculados a partir de la ecuación de calibración DEG- Agua.

Tiempo (min)	Muestra	Fondos		Destilado	
		Composición DEG Ecu.	Composición Agua	Composición DEG Ecu.	Composición Agua
0	1	0.11	0.89	0.021	0.979
30	2	0.12	0.88	0.012	0.988
45	3	0.12	0.88	0.008	0.992
60	4	0.13	0.87	0.006	0.994
75	5	0.13	0.87	0.005	0.995
90	6	0.14	0.86	0.003	0.997
105	7	0.15	0.85	0.002	0.998
135	8	0.17	0.83	0.002	0.998
150	9	0.20	0.80	0.002	0.998

Como se aprecian en la Tabla 23, la concentración del DEG en el destilado fue decreciendo, mientras que en la olla vaporizadora fue en aumento, se vuelve a repetir la tendencia que se ha venido obtenido anteriormente, sin embargo, durante la experimentación se nota un olor fuerte en el destilado que nos delata la presencia de compuestos orgánicos en el agua destilada, cabe aclarar que el destilado obtenido en los demás equipos se presentaba dicha olor sin embargo era mínimo.

Aunque el índice de refracción revela que en su mayoría la mezcla destilada está compuesta de agua, el olor percibido indica la presencia aun de compuestos orgánicos, la cual no es apta para disponerla en el drenaje, no sin antes realizar un tratamiento posterior. Aunado al tratamiento posterior es necesario que el sistema de destilación cuente con sistema de rectificación, el usar un sistema de evaporación no es recomendable.

En cuanto a la operación se nota una reducción considerable en el tiempo de calentamiento de la mezcla, se tiene que para estos dos experimentos la mezcla empezó a destilar aproximadamente entre 35 minutos a 40 minutos, comparados con las dos horas que se presenta en el reactor polivalente lo que impacta en el tiempo de experimentación. Las diferencias en tiempo son debidas al tipo de calentamiento que se usa, en el reactor polivalente se usa aceite térmico, más eficiente en mantener la temperatura constante pero menos eficiente en al aumento de temperatura comparado con el sistema de vapor usado en la olla vaporizadora.

Se cuidó que la presión de vapor no pasara a más de  $1.5 \text{ Kg/cm}^2$  ya que se tenía experiencias previas que mostraban que el incremento de la presión de vapor en el sistema hacia un calentamiento brusco y la mezcla era proyectada hacia el destilado arruinando el experimento en curso.

A pesar de las observaciones logradas en este equipo, durante las experimentaciones se presentó una contaminación fuerte, la mezcla residual al ser calentada en la olla vaporizadora reaccionó con el cobre tomando el destilado y la mezcla residual de verde, es por esto que solo se realizaron dos experimentaciones en este equipo, las muestras no se analizaron ya que carecía de sentido.

## 7. CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA TRATADA POR DESTILACIÓN

El agua destilada obtenida en las experimentaciones fue mandada para análisis, a un laboratorio especializado y certificado, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 24.

**Tabla 24.** Parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos del agua residual tratada por destilación.

Parámetro	Norma o Método de Referencia	Resultado	Unidades
<b>DBO<sub>5</sub></b>	NMX-AA-028-SCFI-2001	20.52	mg/L
<b>DQO</b>	NMX-AA-030/1-SCFI-2012	5055.03	mg/L
<b>Alcalinidad Total.</b>	NX-AA-036-SCFI-2001	<12.59	mg/L
<b>pH</b>		6-7	S. U.
<b>Solidos Totales</b>		0.46	%

Como es posible apreciar en la Tabla 24 hay una disminución considerable en los valores de los parámetros analizados del antes y después someter al agua residual a una destilación. La Tabla 25 hace un comparativo entre los parámetros del agua residual cruda con el agua residual tratada por destilación.

**Tabla 25.** Parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos del agua residual y el agua tratada por destilación.

Parámetro	Resultado inicial	Resultado final	Disminución %	Unidades
<b>DBO<sub>5</sub></b>	70.06	20.52	70.71%	mg/L
<b>DQO</b>	95075.40	5055.03	94.68%	mg/L
<b>Alcalinidad Total</b>	<12.49	<12.59	NA	mg/L

La destilación del agua residual reduce en gran cantidad los valores de DQO y de DBO<sub>5</sub> en su mayoría, sin embargo los parámetros siguen siendo altos para poder disponerlos en el drenaje público.

Los resultados muestran que es necesario un tratamiento posterior para poder usarlos en los fines propuestos. Dado que el pH, solidos totales y la alcalinidad total cumplen con los límites permisibles tanto para poder disponerla como para poder reutilizarla, el método faltante será entonces enfocado para disminuir la carga orgánica presente en el agua destilada.

Dada la naturaleza del agua destilada que contiene contaminantes orgánicos disueltos. El tratamiento de eliminación va a depender de la naturaleza, concentración y caudal de los contaminantes (además de ser un proceso medioambiental aceptable y con un coste económico razonable). En función de todos estos parámetros se fijará una u otra técnica.

Dado que en la planta donde se genera el agua residual se cuenta con un sistema de tratamiento de agua de enfriamiento a base de osmosis inversa, se recomendaría de primera instancia este método, sin embargo es necesario conocer el impacto en costos que implicaría en tratar el agua destilada por dicho tratamiento.

## 8. CONCLUSIONES

Primera etapa. Experimentos en la empresa AOC Mexicana

- A través de una destilación es posible separar el agua de la fracción orgánica que se encuentra presente en la mezcla residual.
- Se realizó la curva de calibración de 0 al 15 % en DEG ya que un análisis previo a la mezcla residual indica que solo el 12 % en peso de la mezcla corresponde a DEG.

Segunda etapa. Experimentos en los laboratorios de la Facultad de Química

- Se realizaron pruebas experimentales en los laboratorios de química orgánica de la Facultad de química de la UNAM donde se observó que:
  - Se obtiene una fracción de destilado diferente a la composición deseada (cabeza de destilación)
  - La temperatura de ebullición es aproximadamente 93°C
  - El destilado presenta un ligero olor a compuestos orgánicos
  - El destilado es rico en componente volátil, prácticamente agua. El residuo aumenta en compuestos orgánicos
  - En el destilado se nota presencia de olor a compuestos orgánicos.
  - El carbón activado reduce notablemente el olor presente en el destilado
- Con los resultados obtenidos se decide proceder a las experimentaciones en el Laboratorio de Ing. Química de la UNAM teniendo en cuenta que la mezcla no presenta problemas de inestabilidad.

Tercera etapa. Experimentos en el Reactor Polivalente del Laboratorio de Ingeniería Química

- Se realizaron una serie de destilaciones de una mezcla residual proveniente de producción de resina poliéster obteniéndose en el reactor una concentración final promedio del 13.74 % con una concentración de hasta el 18% en DEG a partir de una concentración inicial promedio del 8.05%.
- El experimento es reproducible, es decir, las experimentaciones presentan un comportamiento similar en este y en anteriores equipos utilizados.
- Se logra disminuir la D.B.O.<sub>5</sub> en un 70.71 % y la D.Q.O. en un 94.78 % respecto a los datos reportados en un inicio.

- A pesar de la gran remoción de componentes orgánicos, el destilado no es apto para desecharse al drenaje público ni para ser usado como agua de proceso, es necesario un tratamiento posterior.
- El residuo del reactor no es posible utilizarlo a la composición a la cual se finaliza el experimento, se debe continuar la destilación para concentrar la mezcla en compuestos orgánicos, lo cual no fue posible por el tiempo limitado del uso del equipo.

Cuarta etapa. Experimentos en la Olla Vaporizadora del Módulo de Destilación Brighthon Cooper el Laboratorio e Ingeniería Química

- Este equipo fue donde se logró una mayor eficiencia, tanto en el calentamiento y el flujo de destilado haciéndose notar en tiempos más cortos de experimentación.
- Se nota una mayor presencia de olor de compuestos orgánicos en el destilado, asociado a la falta de un sistema de rectificación.
- Se presenta contaminación de la mezcla tanto del destilado como en la olla vaporizadora posiblemente con el material de cobre. Esto motiva a suspender las experimentaciones en este equipo, sin embargo se confirma lo que se había trabajado en cuanto a condiciones de operación.

## **8.1 CONDICIONES DE OPERACIÓN PROPUESTAS PARA EL TRATAMIENTO POR DESTILACIÓN DE UNA MEZCLA RESIDUAL PROVENIENTE DE LA PRODUCCIÓN DE RESINA POLIÉSTER.**

De las experimentaciones se tienen las siguientes condiciones de operación:

- En la primera parte de la destilación se obtiene una fracción de destilado diferente a la composición deseada (cabeza de destilación), aproximadamente es el 9.98 % del destilado total obtenido. Es necesario separar dicho destilado en un contenedor para no contaminar el destilado posterior, después se puede volver a cargar en un nuevo lote. Es posible reducir el tiempo de este destilado aumentando el tiempo de reflujo total.
- La temperatura de ebullición de la mezcla residual esta entre 92.67°C a 93.5 °C aproximadamente, conforme avance el tiempo y la mezcla residual se concentre en componentes orgánicos esta temperatura aumentará. Una vez que la temperatura del reactor aumente hay que monitorear la temperatura de la columna (temperatura del componente más volátil) para evitar que se incremente de manera súbita causando una contaminación al destilado.
- El destilado presenta un ligero olor a compuestos orgánicos, de mayor presencia en pruebas donde no se usa rectificación, por lo cual se recomienda uso de un sistema de rectificación.
- El destilado es rico en componente volátil, prácticamente agua. El residuo aumenta en compuestos orgánicos. El destilado presenta en promedio el 99.52 % en peso de agua. El destilado se debe almacenar para un tratamiento posterior.
- La cantidad de destilado total de la mezcla residual va a depender del tiempo establecido de operación.
- Comenzar la destilación de la mezcla residual a la temperatura a la que es generada reduciría tiempos de operación en la destilación y disminuirá gastos energéticos.

## 9. BIBLIOGRAFÍA

- Billmeyer, Fred W. Ciencia de los Polímeros. España 2004. Editorial Reverté
- AOC Mexicana de Resinas SA de CV. Introducción al Proceso PURs Parte 1. México 2000
- AOC Mexicana de Resinas SA de CV. Introducción al Proceso PURs Parte 2. México 2000
- Balderas, Antonio Valiente. Destilación. Facultad de Química, UNAM, C.U. México 2010
- POLIOLES SA de CV. Dietilenglicol, Hoja de dato de Seguridad. México 2011
- POLIOLES SA de CV. Monoetilenglicol, Hoja de dato de Seguridad. México 2011
- POLIOLES SA de CV. Monopropilenglicol, Hoja de dato de Seguridad. México 2011
- POLIOLES SA de CV. Trietilenglicol, Hoja de dato de Seguridad. México 2011
- Arellano, Javier. Introducción a la Ingeniería Ambiental. México 2002. Editorial Alfaomega

# ANEXO

## ANEXO I. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En este anexo se encontraran los resultados experimentales que fueron usados en el análisis de la sección de este trabajo.

### A.1 PRIMERA ETAPA

Las Tablas 26 y 27 muestran los resultados experimentales recabados durante la primera etapa de este trabajo.

- Experimento No. 1

**Tabla 26.** Resultados del primer experimento de la primera etapa.

HORA (min)	TEMPERATURA REACTOR (°C)	TEMPERATURA COLUMNA (°C)	OBSERVACIONES
0	24	23	Se inicia calentamiento
90	94	24	Calentando
91	94	92	Comienza a destilar
97	94	93	Destilando
128	94	93	Destilando
152	94	93	Destilando
183	94	93	Destilando
256	94	93	Destilando
290	94	93	Destilando
325	94	93	Destilando
349	94	93	Destilando
368	142	95	Aumento de Temperatura de la columna. Se suspende calentamiento. Fin del experimento

- Experimento No. 2

**Tabla 27.** Resultados del segundo experimento de la primera etapa.

TIEMPO (min)	TEMPERATURA REACTOR (°C)	TEMPERATURA COLUMNA(°C)	TEMPERATURA CONDENSADO (°C)	FLUJO MASICO (g/min)	OBSERVACIONES
0	18	16	-----	-----	Se inicia calentamiento
20	68	18	-----	-----	Calentando
31	93	90	-----	-----	Calentando
33	93	93	25	6.1899	Comienza a destilar
49	94	93	30	6.95	Destilando
71	94	93	30.5	7.03	Destilando
94	94	93.5	30.5	6.93	Destilando
118	94	93	29	5.85	Destilando
123	93	93	29	6.97	Destilando
170	93	93	28	7.25	Destilando
194	93	93.5	27	6.65	Destilando
221	93	93	28	6	Destilando
227	97	93	28	4.93	Destilando
230	103	93	25	2.39	Se suspende calentamiento. Fin del experimento.

## A. 2 SEGUNDA ETAPA

- Experimento No. 3

**Tabla 27.** Resultados experimentales del tercer experimento.

Tiempo (min)	Temperatura de la columna (°C)	Observaciones
0	18	Carga, e inicio de calentamiento
5	18	Se observa ebullición en el matraz
6	49	Ebullición
13	49	Comienza a destilar
24	50	Cambio de Colector
27	51	Inicio Destilado (No Cabezas)

39	51	Destilando
51	51	Destilando
77	51	Destilando
93	49	Termina Destilado, disminuyendo Temperatura de la columna
95	46	Termina Destilado, disminuyendo Temperatura de la columna
96	45	Se suspende Calentamiento, Fin del Experimento

### A.3 TERCERA ETAPA. EXPERIMENTOS REALIZADOS EN EL REACTOR POLIVALENTE DEL LIQ

A continuación se presentan los resultados obtenidos en la tercera etapa de este trabajo, las Tablas 28 a 34 engloban las seis experimentaciones analizadas en la sección, de estas se obtuvieron los datos promedios presentados en la Tabla 16.

- Experimento No. 4

**Tabla 28.** Resultados experimentales del cuarto experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
0	22.1	22	38	Encendido del equipo, inicia experimento
9	24.4	22.2	41	Cambio de SP a 50°C de la temperatura del aceite
16	28.4	22.4	52	Calentando
18	29.7	22.3	51	Cambio de SP a 80°C de la temperatura del aceite
24	34.5	22.5	75	Calentando
43	52.6	22.9	77	Cambio de SP a 100°C de la temperatura del aceite
56	66.8	23.2	99	Calentando
61	71.3	23.3	99	Cambio de SP a 140°C de la temperatura del aceite
74	89.8	23.6	136	Calentando
77	92.7	23.6	135	Comienza a formarse vapor en la base de la columna
80	93	23.6	135	Comienza a formarse vapor en la columna

<b>82</b>	92.9	23.7	135	Comienza a subir la Temperatura de la Columna
<b>83</b>	93	29.8	135	Calentando
<b>85</b>	93.5	86.7	135	Calentando
<b>89</b>	93.8	92.7	136	Comienza a Destilar
<b>99</b>	93.8	88.8	136	Reflujo total
<b>105</b>	93.8	92.7	136	Cambio a Trasiego
<b>107</b>	93.9	92.7	136	Destilando
<b>145</b>	93.7	92.7	146	Destilando, Cambio de SP a 160°C temperatura del aceite
<b>158</b>	93.7	92.7	156	Flujo de destilado 29.48 mL/min
<b>196</b>	94	92.8	156	Flujo de destilado 24.43 mL/min; agua de enfriamiento 225 L/h
<b>207</b>	94.9	92.7	155	
<b>211</b>	101.9	92.9	155	Bajando Temperatura del aceite
<b>234</b>	106.8	92.7	126	Poco flujo de destilado 8.29 mL/min
<b>248</b>	104.5	92.6	125	Se suspende experimentación, bajando temperatura de calentamiento SP a 70°C
<b>279</b>	92.6	54.5	90	Bajando Temperatura del aceite, no hay destilación. Fin del experimento

- Experimento No. 5

**Tabla 29.** Resultados experimentales del quinto experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
<b>0</b>	20.8	20.8	0	Se inicia agitación
<b>8</b>	20.6	20.6	18	Inicia calentamiento, SP de aceite a 56°C
<b>19</b>	26.6	21.9	55	Calentando
<b>24</b>	30.1	21.1	56	Calentando, cambio de SP del aceite a 70°C
<b>36</b>	40	21.1	70	Calentando, cambio de SP del aceite a 90°C
<b>55</b>	60	21.6	89	Calentando, cambio de SP del aceite a 100°C
<b>65</b>	69.2	21.8	91	Calentando
<b>73</b>	75.3	21.5	98	Calentando, cambio de SP del aceite a 120°C

<b>85</b>	85.9	21.8	115	Calentando
<b>93</b>	91.7	22	122	Calentando
<b>95</b>	92.7	22.2	118	Calentando, presencia de vapor en la base de la columna
<b>99</b>	93.1	22.2	119	Calentando, presencia de vapor en la base de la columna
<b>105</b>	93.5	22.4	120	Vapor en la columna, sin condensar
<b>106</b>	93.7	29.5	116	Incremento de temperatura en el Domo
<b>107</b>	93.7	42.2	116	Vapor en el Domo
<b>108</b>	93.7	64.9	115	Vapor en el Domo
<b>109</b>	93.7	79.8	116	Comienza a condensar, reflujo total
<b>110</b>	93.8	88.1	119	Destilando
<b>111</b>	93.8	89.7	119	Cambio a Trasiego para toma de muestra
<b>115</b>	93.9	91.8	118	Cambio a reflujo total, Destilando
<b>120</b>	93.9	91.2	119	Reflujo total, Destilando
<b>125</b>	94	90.6	120	Cambio a Trasiego; al cambiar a trasiego la temperatura de la columna sube
<b>126</b>	94	92.4	119	Destilando
<b>131</b>	94.1	92.4	119	Destilando, toma de muestra
<b>145</b>	94	92.4	118	Destilando
<b>155</b>	94.1	92.5	120	Destilando
<b>166</b>	94.1	92.5	119	Destilando, aumenta SP a 140
<b>183</b>	94.2	92.3	138	Destilando
<b>191</b>	94.3	92.5	138	Destilando, se observa un aumento de T del reactor
<b>206</b>	95	92.6	139	Destilando
<b>215</b>	95.2	92.6	139	Destilando, aumenta SP a 150
<b>223</b>	97.1	92.6	148	Destilando
<b>236</b>	99.9	92.7	148	Destilando, tubo 9
<b>239</b>	101.6	92.6	149	Turbidez de 0.03 UNT
<b>247</b>	105.1	92.6	142	Turbidez de 0.15, 0.02, 0.02 UNT
<b>252</b>	107	92.7	149	Poco destilado
<b>254</b>	109.1	92.7		
<b>257</b>	110.5	92.7		Inicia enfriamiento del reactor
<b>260</b>	111.2	92.7		Enfriando el reactor
<b>263</b>	110.8	92.6		Enfriando el reactor

<b>268</b>	107.2	91.4		Enfriando el reactor
<b>272</b>	104.3	81.8		Enfriando el reactor, sin destilar. Fin del experimento

- Experimento No. 6

**Tabla 30.** Resultados experimentales del sexto experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
<b>0</b>	22	20	0	Se inicia calentamiento para disolver ácidos y tomar muestra inicial
<b>1</b>	22.1	20	17	Se inicia calentamiento SP del aceite a 50°C
<b>10</b>	25.3	20.1	57	Calentando
<b>22</b>	33.2	20.2	57	Calentando, cambio de SP del aceite a 70°C
<b>32</b>	40	20.5	69	Calentando
<b>44</b>	47.4	20.8	69	Calentando, purgando 100mL para tomar muestra inicial
<b>48</b>	48.8	20.8	79	Toma muestra de 10mL, 90 mL se regresan al reactor. Cambio de SP del aceite a 90°C
<b>59</b>	58.2	21.1	90	Cambio de SP del aceite a 100°C
<b>62</b>	61.2	21.2	97	Calentando
<b>67</b>	66.1	21.2	95	Calentando cambio de SP del aceite a 120°C
<b>72</b>	71.3	21.4	112	Calentando
<b>81</b>	82.4	21.5	116	Calentando
<b>82</b>	90.1	21.7	117	Calentando
<b>96</b>	92.6	22	117	Calentando, condensado en la base de la columna
<b>102</b>	93.3	22	117	Calentando, vapor subiendo por la columna
<b>105</b>	93.6	22.3	117	Calentando, vapor subiendo por la columna
<b>107</b>	93.6	26	118	Calentando, subiendo temperatura de la columna

<b>108</b>	93.6	39.1	118	Calentando, subiendo temperatura de la columna
<b>109</b>	93.6	61.1	118	Calentando, subiendo temperatura de la columna
<b>110</b>	93.8	78.2	118	Destilando a reflujo total
<b>111</b>	93.8	83.7	118	Destilando a reflujo total
<b>112</b>	93.8	87.5	118	Destilando a reflujo total
<b>122</b>	94	88.8	118	Destilando a reflujo total
<b>130</b>	94.1	87.4	118	Cambio a Trasiego, destilado turbio
<b>131</b>	94.1	91.3	119	Aumenta temperatura de la columna
<b>133</b>	94.1	92.4	119	Destilando
<b>135</b>	94.1	92.5	119	Destilando liquido turbio
<b>142</b>	93.7	92.4	119	Destilando liquido turbio, se regresa a la columna por la base
<b>144</b>	93.8	91.1	119	Destilando
<b>149</b>	94	92.4	119	Destilado turbio, se retira del decantador
<b>150</b>	94	92.5	119	Se cierra el paso al tanque de almacenamiento y se acumula en el decantador
<b>155</b>	94.1	92.6	119	Se descarga al tanque izquierdo para que se acumule con el anterior, se cierra el paso al tanque de almacenamiento y se acumula en el decantador
<b>163</b>	94.1	91.5	119	Se acumula en tanque de almacenamiento y se cierra el paso del mismo
<b>170</b>	94.5	92.5	119	Destilado ligeramente turbio, se manda al tanque derecho y se cierra el paso al mismo
<b>175</b>	94.3	92.6	119	Se descarga al tanque derecho por ser ligeramente turbio y se cierra la válvula. Aumenta el SP del aceite a 140
<b>181</b>	93.8	92.7	134	Se destila agua "limpia", el remanente del decantador se desecha al tanque. Se establece un flujo de 200 a 280 l/hr de agua de enfriamiento
<b>191</b>	94	92.7	136	Destilando
<b>201</b>	94.9	92.7	136	Destilando

<b>211</b>	95.2	92.6	139	Destilando
<b>221</b>	96	92.6	140	Destilando
<b>232</b>	97.4	92.7	139	Destilando
<b>242</b>	99.4	92.7	140	Destilando
<b>251</b>	101.1	92.6	140	Destilando
<b>261</b>	101.6	92.7	140	Destilando
<b>265</b>	104.7	92.6	140	Cambiando el SP del aceite a 160
<b>273</b>	106.8	92.7	156	Destilando
<b>275</b>	110.9	92.6	158	Inicia enfriamiento del reactor, cambiando SP del aceite a 100°C
<b>279</b>	112.5	92.8	151	Enfriando reactor, destilando poco
<b>280</b>	113.4	92.6	142	Enfriando reactor, destilando poco
<b>284</b>	113.5	92.7	121	Enfriando reactor, destilando poco
<b>288</b>	108.6	87.9	106	Enfriando reactor, sin destilar
<b>293</b>	101.6	65.6	100	Cambio SP del aceite a 80
<b>297</b>	78.6	37.4	76	Fin del experimento

- Experimento No. 7

**Tabla 30.** Resultados experimentales del séptimo experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura Aceite (°C)	Observaciones
<b>0</b>	19.9	19.8	0	Se inicia encendido del equipo sin calentar
<b>3</b>	20	19.8	16	Inicia calentamiento del equipo, SP a 50°C
<b>21</b>	30.4	20.1	53	Cambio del SP del aceite a 60°C
<b>29</b>	35	20.3	61	Cambio del SP del aceite a 70°C
<b>41</b>	44.9	20.7	73	Calentando, se saca muestra inicial del reactor
<b>50</b>	50.1	20.6	72	Cambio del SP del aceite a 85 °C
<b>61</b>	59.1	21.1	84	Calentando, cambio SP del aceite a 95 °C
<b>71</b>	65.4	21.2	93	Calentando

<b>80</b>	71.7	21.5	93	Cambio de SP del aceite a 105°C
<b>84</b>	74.4	21.4	105	Cambio de SP del aceite a 120°C
<b>91</b>	81.3	21.9	115	Calentando
<b>101</b>	89.6	21.9	118	Calentando, presencia de calor en la base de la columna
<b>111</b>	92.7	22.2	118	Calentando
<b>115</b>	93.4	22	118	Calentando, presencia de vapor en la columna
<b>119</b>	93.6	26.5	118	Calentando, Subiendo temperatura de la columna
<b>120</b>	93.6	32.8	118	Calentando
<b>121</b>	93.6	54.2	119	Calentando, presencia de condensado en el domo
<b>122</b>	93.6	66.7	118	Calentando, Flujo de agua a 180 L/h
<b>126</b>	93.7	81.9	119	Calentando
<b>131</b>	93.9	91.7	118	Calentando, reflujo total
<b>133</b>	94	92	119	Calentando, reflujo total
<b>136</b>	94	92.3	118	Cambio a Trasiego por fuga
<b>141</b>	94	92.4	118	Destilando
<b>144</b>	94	92.5	118	Destilando, Cambio a 280 L/h flujo de agua de enfriamiento
<b>151</b>	93.9	92.2	120	Destilando
<b>161</b>	94.1	92.5	119	Destilando turbio, cambio SP del aceite a 140 °C
<b>171</b>	94.4	92.4	120	Destilando agua ligeramente turbia
<b>182</b>	93.7	92.6	137	Ligera turbidez en agua
<b>190</b>	94.3	92.6	136	Ligera turbidez en agua, se supone agua limpia
<b>201</b>	95.9	92.6	139	Destilando, 14:41 min/250 mL
<b>212</b>	97.3	92.6	139	Destilando
<b>222</b>	100.3	92.6	140	Destilando
<b>228</b>	100.1	92.7	140	Destilando, 15:51 min /250 mL
<b>241</b>	104.8	92.6	140	Destilando
<b>245</b>	106.9	92.7	142	Destilando, 16:37 min/250 mL; cambio SP del aceite a 150°C
<b>249</b>	105	92.7	151	Destilando, toma de muestra de cabeza (320mL)
<b>255</b>	108.4	92.8	149	Cambio de contenedor al izquierdo; aumento de temperatura del reactor
<b>263</b>	111.6	92.6	149	Destilando
<b>271</b>	113	92.6	149	Destilando
<b>284</b>	116.2	92.5	150	Destilando, 15:04 /250 mL; cambio SP del aceite a 160°C

<b>293</b>	119.8	92.7	159	Destilando, 12:36 /250 mL
<b>304</b>	120.9	92.8	159	Destilando, Cambio SP de aceite a 130°C. Enfriando Reactor
<b>311</b>	122.2	92.7	137	Enfriando, destilando poco
<b>320</b>	110	93.2	115	Enfriando, sin destilar
<b>329</b>	110.7	77.8	111	Enfriando, sin destilar
<b>336</b>	98.1	60.5	102	Enfriando, sin destilar. Fin del experimento

- Experimento No. 8

**Tabla 31.** Resultados experimentales del octavo experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
<b>0</b>	21.9	20.8	0	Se inicia encendido del equipo sin calentar
<b>5</b>	21.8	20.9	17	Inicia calentamiento del equipo, SP a 51°C
<b>27</b>	33.1	21.3	53	Cambio del SP del aceite a 60°C
<b>36</b>	39.7	21.6	63	Cambio del SP del aceite a 70°C
<b>59</b>	52.5	21.9	70	Cambio del SP del aceite a 85 °C
<b>71</b>	60.7	22.1	83	Calentando, cambio SP del aceite a 100 °C
<b>86</b>	74.2	22.4	97	Calentando, cambio SP del aceite a 120 °C
<b>94</b>	81.3	22.4	116	Calentando
<b>100</b>	87.5	22.6	117	Calentando, cambio SP del aceite a 140 °C
<b>107</b>	92.8	22.8	134	Calentando
<b>110</b>	93.2	45.7	136	Calentando, presencia de vapor en la columna, aumento de temperatura de la columna
<b>111</b>	93.4	86.3	136	Flujo de Agua de condensado a 200L/hr
<b>112</b>	93.5	92.3	136	Trasiego, destilado, turbio
<b>117</b>	94.1	92.2	137	Reflujo total

<b>122</b>	93.9	91.3	137	Destilando
<b>130</b>	93.8	90.5	138	Destilando
<b>148</b>	94	91.5	135	Cambio a relación de reflujo 1:1
<b>150</b>	94	92.6	138	Cambio a relación de reflujo 1.5:2
<b>157</b>	94.1	92.6	140	Se toma el destilado como cuerpo de la destilación
<b>159</b>	94.2	92.5	140	reflujo total
<b>161</b>	94	92.4	140	Cambio a relación de reflujo 1:2 (60/120)
<b>166</b>	94.5	92.6	140	Cambio a relación de reflujo 0.5:2 (30/120); cambio SP del aceite a 160
<b>182</b>	96.3	92.8	157	Destilando; 10:23/250 mL
<b>194</b>	98.5	92.6	158	Destilando 11:14/ 250 mL
<b>201</b>	100.1	92.7	158	Destilando
<b>204</b>	100.2	92.7	158	Destilando; 10:39/250 mL
<b>215</b>	100.3	92.8	159	Destilando 10:49/250 mL
<b>227</b>	109	92.7	155	Destilando 11:41/250 mL
<b>235</b>	112	92.6	155	Destilando 12:31/250 mL; Comienza enfriamiento del reactor, se cambia a reflujo total. Cambio de SP a 120°C. Continua destilando
<b>246</b>	112.8	92.7	138	Poco destilado
<b>252</b>	108.4	92.6	131	Poco destilado, cambio SP a 100 °C
<b>257</b>	106.3	92.7	123	Poco Destilado
<b>265</b>	103.4	91.5	110	Sin destilado
<b>267</b>	102.2	88.1	107	Enfriando
<b>280</b>	95.8	51.2	96	Enfriando
<b>298</b>	90.1	38.5	-----	Enfriando. Fin del experimento

- Experimento No. 9

**Tabla 32.** Resultados experimentales del noveno experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
0	19.2	20.7	0	Inicio. Encendido del equipo, sin calentamiento
4	19	20.8	16	Cambio del SP del aceite a 30 °C ya que el reactor se encuentra frio
9	20.4	20.9	34	Cambio del SP del aceite a 51 °C
15	23.9	21	50	Calentando
24	30.6	21.1	50	Cambio del SP del aceite a 70 °C
30	34.5	21.3	70	Calentando
45	47.6	21.5	70	Cambio del SP del aceite a 70 °C
49	50.2	21.6	84	Calentando
60	58	21.6	82	Cambio del SP del aceite a 70 °C
65	63	21.9	98	Calentando
77	74.1	22	99	Cambio del SP del aceite a 70 °C
84	81.3	22.2	124	Calentando
89	88.5	22.3	122	Presencia de vapor en la base de la columna
98	92.1	21.6	124	Presencia de vapor en la base de la columna
100	92.7	34.4	124	Vapor en el domo de la columna, subiendo temperatura de la columna
101	92.7	44.9	124	Vapor en el domo de la columna, subiendo temperatura de la columna
102	92.9	63.6	124	Vapor en el domo de la columna. Flujo de agua al condensador de 200 L/hr
104	93	72.9	124	Presencia de vapor en el domo de la columna
105	93	83.4	124	Presencia de vapor en el domo de la columna
108	93.1	84.2	124	Destilando, reflujo total
120	93.5	81.9	125	Cambio a Trasiego

<b>121</b>	93.5	80.6	125	Subiendo temperatura de la columna
<b>123</b>	93.6	91.3	124	Destilado turbio
<b>134</b>	93.9	92.4	125	Se descarga destilado turbio, se inicia almacenaje nuevo
<b>141</b>	94	92.3	124	Destilado no turbio
<b>152</b>	94.5	92.3	126	Destilando
<b>155</b>	94.7	92.3	124	Cambio SP del aceite a 150°C, destilando
<b>169</b>	95.3	92.5	148	14:27 min por 250 mL de destilado
<b>183</b>	99.5	92.5	149	Destilando
<b>192</b>	100	92.5	149	22.46 min por 500 mL de destilado; Cambio SP del aceite a 165°C, destilando
<b>192</b>	105.1	92.6	161	9:35 min por 250 mL de destilado
<b>207</b>	107.8	92.6	160	destilando
<b>211</b>	110.7	92.5	161	8:38 min por 250 mL de destilado
<b>220</b>	116.2	92.7	162	9:03 min por 250 mL de destilado
<b>227</b>	113.4	92.7	162	Se enfría el reactor; cambio SP del aceite a 130 °C
<b>235</b>	112.1	92.7	141	Enfriando, poco destilado
<b>242</b>	111.4	92.6	140	Enfriando, cambio SP del aceite a 100°C
<b>246</b>	109.8	92.4	131	Se suspende calentamiento. Fin del experimento

- Experimento No. 10

**Tabla 33.** Resultados experimentales del décimo experimento.

Tiempo (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
<b>0</b>	20.7	21.5	17	Inicia experimento, 320 L/hr de agua de enfriamiento; SP de aceite a 50°C
<b>21</b>	30.6	21.8	52	SP de aceite a 60°C
<b>34</b>	39.5	21.9	65	SP de aceite a 70°C
<b>55</b>	52.6	22.4	71	SP de aceite a 85°C
<b>66</b>	60.2	22.5	85	Calentando
<b>77</b>	66.3	22.6	86	Calentando
<b>82</b>	68.3	22.9	86	SP de aceite a 100°C
<b>86</b>	70.8	23	99	Calentando

<b>94</b>	75.6	25.7	99	Se inicia puesta en Vacío la unidad
<b>95</b>	75.7	35.6	99	Incrementando la Temperatura de la columna
<b>97</b>	75.8	41.1	96	Incrementando la Temperatura de la columna
<b>98</b>	76.15	45.2	99	Presencia de condensado en el domo de la columna, Destilando a reflujo total
<b>99</b>	76.2	46.4	96	Destilando a reflujo total; 160 L/hr de agua de enfriamiento
<b>103</b>	76.7	49.7	96	Destilando a reflujo total
<b>108</b>	77.4	51.5	98	Destilando a reflujo total
<b>111</b>	77.7	51.9	100	Destilando a reflujo total
<b>114</b>	78.1	52.6	100	Destilando a reflujo total
<b>121</b>	79.2	53.4	99	Destilando a reflujo total
<b>123</b>	79.4	54.1	101	Destilando a reflujo total
<b>125</b>	79.6	54.2	100	Destilando a reflujo total
<b>130</b>	80	54.9	100	Se cambia a trasiego; incremento de Temperatura de la columna
<b>131</b>	80.1	55.8	99	Destilando, 260 L/hr
<b>134</b>	80.1	56	100	Destilando
<b>141</b>	80.6	56	101	Destilando
<b>145</b>	80.5	56.3	101	Destilando
<b>150</b>	80.4	56.6	101	Se toma muestra de la cabeza de destilación y se procede a obtener el "cuerpo"; destilado claro, 70 mL de cabeza
<b>157</b>	80.4	56.6	100	Destilando
<b>160</b>	79.9	56.6	100	SP del aceite a 120°C por bajo destilado
<b>165</b>	80.3	55.3	119	Destilando; 350 mL
<b>176</b>	84.9	58.5	118	Destilando
<b>185</b>	86.6	60.5	118	Destilando
<b>187</b>	86.4	61.2	118	SP de aceite a 140
<b>195</b>	83.5	72.3	135	Destilando
<b>204</b>	87.5	72.9	137	Destilando; 17.56 min / 250 mL
<b>215</b>	91	74.4	138	Destilando; 14:27 min/ 250 mL
<b>226</b>	94.5	73.5	139	Destilando
<b>235</b>	96.5	73.8	139	Destilando; 15.12 min/ 250 mL
<b>245</b>	98.6	73.5	139	Destilando
<b>252</b>	100.6	73.3	139	Destilando; 13.41 min/ 250 mL
<b>264</b>	102.5	73	139	Destilando

<b>272</b>	103.8	72.9	139	Se enfría el reactor, SP del aceite a 100°C
<b>286</b>	101.7	66.6	120	Enfriando, poco destilado
	94.9	62.6	111	Enfriando, SP del aceite a 71°C, se suspende el vacío. Fin del experimento.

- Experimento No.11

**Tabla 34.** Resultados experimentales del onceavo experimento.

Hora (min)	Temperatura del Reactor (°C)	Temperatura de la Columna (°C)	Temperatura del Aceite (°C)	Observaciones
<b>0</b>	20.2	21.6	0	Inicia encendido del equipo y agitación, agua de enfriamiento a 120 L/h
<b>6</b>	20.2	21.6	9	Se toma muestra inicial del reactor
<b>27</b>	19.9	21.5	17	Se inicia vacío del equipo, SP del aceite a 50°C
<b>36</b>	23.4	20.9	51	Calentando con vacío
<b>46</b>	30	21.2	52	Cambio de SP del aceite a 70°C
<b>57</b>	39	23.5	70	Calentando con vacío
<b>66</b>	44.6	26.6	72	Cambio de SP del aceite a 85°C
<b>72</b>	49.4	28.8	83	Calentando con vacío
<b>75</b>	52	30.2	84	Presencia de vapores en el domo de la columna, se observa ligero flujo de condensado; se supone inicio de reflujo total
<b>81</b>	55.8	33	84	Se observa condensado en el domo, agua de enfriamiento a 280 L/hr, reflujo total; cambio SP a 95°C
<b>89</b>	60.4	36	93	Destilando Reflujo total
<b>94</b>	63.7	38.2	93	Destilando Reflujo total; agua de enfriamiento 360 L/hr
<b>95</b>	68.1	42.2	96	Cambio a trasiego después de 30 min de reflujo total; cambio de SP a 115°C; agua de enfriamiento a 400 L/hr
<b>111</b>	72.9	45.4	111	Poco destilado
<b>116</b>	77.1	48	112	Poco destilado
<b>122</b>	80.2	50.9	114	Poco destilado

<b>127</b>	82.1	52.7	115	Poco destilado
<b>131</b>	83.3	53.9	115	Cambio SP a 130°C
<b>134</b>	83.9	55.5	122	Se descarga en el tanque derecho la cabeza de la destilación y se comienza a acumular en el tanque izquierdo, posible cuerpo de la destilación
<b>137</b>	81.9	63	128	Destilando
<b>142</b>	84.6	67	128	Destilando
<b>146</b>	86.9	67.7	128	Destilando
<b>154</b>	89.6	67.9	127	Destilando
<b>157</b>	90.2	68.9	128	Destilando
<b>162</b>	91	68.8	127	Destilando
<b>166</b>	91.3	69	127	Destilando; cambio SP a 140; 20:25 min/250 mL
<b>174</b>	94.4	73.1	138	Destilando
<b>176</b>	95.1	73.1	138	Destilando
<b>184</b>	97.3	73.2	139	Destilando
<b>186</b>	97.9	73.3	139	Destilando; 15:36 min/250 mL
<b>193</b>	99.1	73.3	139	Destilando
<b>198</b>	100.3	73.1	139	Destilando; 16:16 min/250 mL
<b>206</b>	102.5	73	139	Destilando
<b>216</b>	103.5	73	139	Destilando
<b>219</b>	104.5	72.7	139	Destilando; 13:09 min/250 mL; cambio de tanque de almacenamiento, se almacena en el tanque derecho después de 1 L en tanque izquierdo
<b>223</b>	104.9	71.5	140	Destilando
<b>230</b>	105.8	72.8	139	Destilando
<b>237</b>	106.6	72	140	Destilando; 17:58 min/250 mL
<b>246</b>	107.6	71.8	140	Destilando; 1:23:31 de destilación
<b>251</b>	107.9	71.6	140	Destilando
<b>256</b>	108.4	71.1	140	Destilando; 18:31 min/250 mL; se suspende calentamiento; cambio SP a 100°C
<b>261</b>	106.6	68.1	125	1:47 horas de destilación
<b>266</b>	101.5	63.9	116	Enfriando poco destilado
<b>271</b>	95.5	61.4	108	Enfriando sin destilado
<b>280</b>	94.6	48.9	101	Enfriando sin destilado
<b>288</b>	91.9	40.8	94.1	Enfriando sin destilado
<b>296</b>	89.1	36.5	93.7	Enfriando sin destilado. Fin del experimento.

#### A.4 CUARTA ETAPA. EXPERIMENTACION EN LA OLLA VAPORIZADORA DEL MÓDULO DE DESTILACIÓN BRIGHON COOPER

- Experimento No.12

**Tabla 35.** Resultados experimentales del doceavo experimento.

Tiempo (min)	Volumen de la Olla (L)	Temperatura de la Olla*** (°F)	Presión del Vapor (kg/cm <sup>2</sup> )	Flujo de Destilado (L/min)	Flujo de Condensados de Vapor (L/min)
0	120	198	0.6	S.D.	0.38
15	116	198	0.6	0.40	0.43
30	110	198	0.5	0.28	0.41
45	109	199	0.4	0.25	0.28
60	104	200	0.55	0.41	0.55
75	97	200	0.75	0.55	0.49
90	93	200	0.6	0.43	0.48
105	88	200	0.5	0.41	0.45
120	84	200	0.5	0.44	0.39
135	78	200	0.5	0.52	0.54
150	73	200	0.5	0.47	0.51

#### Balance de materia

Temperatura de Ebullición de la mezcla	93.3 °C
Duración Total del Experimento	3.2 hrs
Duración Total de Destilación	2.5 hrs
Duración de Reflujo Total	NA

**Tabla 36.** Índice de refracción de cada muestra tomada durante la experimentación.

Muestra	IR Fondos x	IR Destilado y
1	1.345	1.3355
2	1.3461	1.3345
3	1.3465	1.3341

<b>4</b>	1.3472	1.3339
<b>5</b>	1.3477	1.3338
<b>6</b>	1.349	1.3335
<b>7</b>	1.35	1.333
<b>8</b>	1.3522	1.333
<b>9</b>	1.355	1.333

La tabla No. 36 muestra el valor del índice de refracción para cada muestra tomada durante el experimento, el IR x corresponde la muestra en la olla vaporizadora y la muestra y corresponde a las muestras del destilado.

**Tabla 37.** Composición inicial y final respecto al índice de refracción.

	<b>Carga en Kg</b>	<b>IR</b>	<b>Composición de DEG aproximada (%)</b>	<b>Composición de Agua aproximada (%)</b>
<b>Carga Inicial</b>	153.79	1.345	10.7273	89.2727
<b>Destilado</b>	73.08	1.333	0.1818	99.8182
<b>Residuos</b>	78.16	1.355	19.8182	80.1818

**Tabla 38.** Resultados experimentales correspondientes al doceavo experimento, balance de materia por componente.

<b>Componente</b>	<b>Carga Inicial</b>		<b>Destilado</b>		<b>Residuos</b>	
	Fracción masa	Masa Total (Kg)	Fracción masa	Masa Total (gr)	Fracción masa	Masa Total (gr)
<b>DEG</b>	0.11	16.92	0.002	0.15	0.2	15.49
<b>Agua</b>	0.89	136.87	0.998	72.93	0.8	62.67
<b>Total</b>	1	153.79	1	73.08	1	78.16

- Experimento No.13

**Tabla 39.** Resultados experimentales del treceavo experimento.

Tiempo (min)	Volumen de la Olla (L)	Temperatura de la Olla*** (°F)	Presión del Vapor (kg/cm <sup>2</sup> )	Flujo de Destilado (L/min)	Flujo de Condensados de Vapor (L/min)
0	89	170	0.5	---	---
7	89	196	0.5	---	---
15	82	198	0.4	6.80	6.60
30	76	198	0.5	7.90	8.30
45	70	200	0.45	8.60	10.60
62	70	200	---	1.00	1.80

### Balance de materia

Temperatura de Ebullición de la mezcla	92.2 °C
Duración Total del Experimento	1.2 hrs
Duración Total de Destilación	0.78 hrs
Duración de Reflujo Total	NA

**Tabla 40.** Índice de refracción durante la experimentación.

Muestra	IR Fondos x	IR Destilados y
1	1.3441	1.336
2	1.3451	1.335
3	1.3462	1.334

A diferencia del experimento anterior, es esta prueba solo se recolectaron tres muestras como lo indica la Tabla 40 debido a que la mezcla presenta el mismo comportamiento que el anterior además de la presencia de contaminación de la misma.

**Tabla 41.** Composición inicial y final respecto al índice de refracción.

	<b>Carga en Kg</b>	<b>IR</b>	<b>Composición de DEG aproximada (%)</b>	<b>Composición de Agua aproximada (%)</b>
<b>Carga Inicial</b>	<b>99.99</b>	<b>1.3441</b>	<b>9.9091</b>	<b>90.0909</b>
<b>Destilado</b>	<b>24.33</b>	<b>1.334</b>	<b>0.7273</b>	<b>99.2727</b>
<b>Residuos</b>	<b>72.63</b>	<b>1.3462</b>	<b>11.8182</b>	<b>88.1818</b>

**Tabla 42.** Resultados experimentales correspondientes al doceavo experimento, balance de materia por componente.

<b>Componente</b>	<b>Carga Inicial</b>		<b>Destilado</b>		<b>Residuos</b>	
	<b>Fracción masa</b>	<b>Masa Total (Kg)</b>	<b>Fracción masa</b>	<b>Masa Total (Kg)</b>	<b>Fracción masa</b>	<b>Masa Total (Kg)</b>
<b>DEG</b>	<b>0.0991</b>	<b>9.9082</b>	<b>0.0073</b>	<b>0.1769</b>	<b>0.1182</b>	<b>8.5833</b>
<b>Agua</b>	<b>0.9009</b>	<b>90.0825</b>	<b>0.9927</b>	<b>24.1495</b>	<b>0.8818</b>	<b>64.0449</b>
<b>Total</b>	<b>1.0000</b>	<b>99.9906</b>	<b>1.0000</b>	<b>24.3264</b>	<b>1.0000</b>	<b>72.6283</b>