

EVALUACIÓN Y MEJORAMIENTO DEL PROCESO DE RECUPERACIÓN DE
SOLVENTE EN LA PRODUCCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA

OSCAR DARÍO ARENAS VALENCIA
JUAN ESTEBAN ARROYAVE MADRID

UNIVERSIDAD EAFIT
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE PROCESOS
MEDELLÍN
2006

EVALUACIÓN Y MEJORAMIENTO DEL PROCESO DE RECUPERACIÓN DE
SOLVENTE EN LA PRODUCCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA

OSCAR DARÍO ARENAS VALENCIA
JUAN ESTEBAN ARROYAVE MADRID

Trabajo de Grado presentado como requisito
parcial para optar al título de
Ingeniero de Procesos

ASESOR:
Nicolás Fernando Hernández
Ingeniero Químico

UNIVERSIDAD EAFIT
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE PROCESOS
MEDELLÍN
2006

Nota de aceptación:

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Medellín, 12 de Octubre de 2006

DEDICATORIA

A todos los que me han apoyado en
éste camino y en éste sueño,
en especial a mis padres y
a mis hermanas.

Oscar Darío Arenas Valencia.

A mi familia y amigos que
siempre me han apoyado.

Juan Esteban Arroyave Madrid.

AGRADECIMIENTOS

Debido al gran apoyo que estos nos brindaron en el transcurso de este proyecto, les queremos dar infinitamente las gracias por dicha colaboración para el desarrollo y culminación del mismo:

Nicolás F. Hernández: Ingeniero químico de la Universidad de Antioquia, colaborador en el área de producción en Química AMTEX S.A., por su perdurable apoyo durante el proyecto y su gran dedicación con nosotros.

Álvaro Arango: Ingeniero electrónico de la Universidad Pontificia Bolivariana, gerente de planta Química AMTEX S.A., por su colaboración y confianza depositada en nosotros.

Marcela Mora: Ingeniera química de la Universidad Industrial de Santander, docente en el departamento de Ingeniería de Procesos – Universidad EAFIT, por la orientación en esta investigación.

Edgar Arbeláez: Tecnólogo químico de la Universidad de Antioquia, encargado del laboratorio de Ingeniería de Procesos en la Universidad EAFIT, por su gran colaboración en los análisis de laboratorio durante el proyecto.

Química AMTEX S.A.: Por su ayuda en el suministro de información necesaria para el desarrollo del proyecto y por darnos la oportunidad de realizarlo.

Departamento de Ingeniería de Procesos – Universidad EAFIT: Por su apoyo en el suministro de materiales, información e instalaciones para llevar a cabo esta investigación.

Laboratorio Catálisis Ambiental; Sede de Investigación Universitaria, SIU. Universidad de Antioquia: Gracias a que nos facilitó el uso del software ASPEN Plus para la realización de la simulación de la torre de destilación.

CONTENIDO

1.	RESUMEN	1
2.	INTRODUCCION	2
3.	OBJETIVOS	4
3.1.	OBJETIVO GENERAL.....	4
3.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
4.	MARCO TEORICO Y REFERENCIAL	5
4.1.	RESUMEN FASE 1	5
4.2.	GENERALIDADES DE LA CMC.....	7
4.2.1.	Composición química	7
4.2.2.	Aplicaciones	8
4.2.3.	Granulometría y tamaño de partícula	9
4.2.4.	Viscosidad	9
4.3.	PROCESO PRODUCTIVO.....	10
4.3.1.	Molienda de celulosa.....	12
4.3.2.	Reacción	12
4.3.3.	Lavado.....	12
4.3.4.	Destilación	13
4.3.5.	Recuperación del solvente (CGT)	13
4.3.6.	Secado	13
4.3.7.	Molienda.....	14
4.3.8.	Homogenización y empaque	14
5.	ANÁLISIS DEL PROCESO	15
5.1.	ETAPA DE RECUPERACIÓN DE SOLVENTE	15
5.2.	ETAPA DE PURIFICACIÓN DE SOLVENTE	17
5.2.1.	Descripción general de la torre de destilación # 1	17
5.2.2.	Sistema de destilación de solvente	17
6.	MATERIALES Y METODOS	19

6.1.	ETAPA DE RECUPERACIÓN DE SOLVENTE (CGT)	20
6.1.1.	Diseño de experimentos.....	20
6.1.1.1.	Selección de variables	20
6.1.1.2.	Elección del diseño de experimentos	22
6.1.2.	Toma de muestras.....	23
6.1.3.	Metodología de análisis de las muestras.....	24
6.1.3.1.	Condiciones de operación del Cromatógrafo de Gases	25
6.1.3.2.	Determinación del tiempo de aparición del pico	25
6.1.3.3.	Curva de calibración.....	26
6.1.3.4.	Calculo de concentración de porcentaje en peso real del solvente en cada muestra de CMC	29
6.1.4.	Preparación y análisis de las muestras de CMC húmeda de la entrada y salida del CGT.....	29
6.2.	ETAPA DE PURIFICACION DEL SOLVENTE (Torre destilación)	31
6.2.1.	Metodología de la toma de muestras de las corrientes de la torre ...	32
6.2.1.1.	Destilación en el laboratorio de muestras de alimento y fondo	32
6.2.1.2.	Análisis cromatográfico	33
6.2.1.3.	Muestra estándar	33
6.2.2.	Descripción metodología de la simulación en Aspen Plus	35
7.	ANALISIS Y RESULTADOS	37
7.1.	ETAPA DE RECUPERACIÓN (EQUIPO CGT)	37
7.1.1.	Diseño de experimentos.....	37
7.1.1.1.	Producto de alta Viscosidad.....	38
7.1.1.2.	Producto de baja viscosidad.....	42
7.2.	ETAPA DE PURIFICACION DE SOLVENTE (Torre destilación)	47
7.2.1.	Resultados de la simulación.....	48
7.2.1.1.	Algoritmo DSTWU (caso base)	49
7.2.1.2.	Algoritmo Radfrac (caso base).....	51
7.2.1.3.	Algoritmo Radfrac (casos de estudio)	53

7.2.2. Comparación de las simulaciones del caso base respecto al caso objetivo	57
7.2.3. Análisis del reflujo.....	58
7.3. COMPARACIÓN DE RESULTADOS CON LA FASE 1 DEL PROYECTO.. ..	59
7.4. BALANCE DE MASA EQUIPO CGT	64
8. CONCLUSIONES	66
9. RECOMENDACIONES	69
10. BIBLIOGRAFIA	70
11. ANEXOS	71

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Clasificación de la CMC según la viscosidad de la celulosa.....	9
Tabla 2 Dependencia de las variables del equipo CGT.....	21
Tabla 3 Fijación de valores constantes de las restantes variables del CGT	22
Tabla 4 Factores y niveles escogidos para productos de alta viscosidad.....	23
Tabla 5 Factores y niveles escogidos para productos de baja viscosidad.....	23
Tabla 6 Combinaciones para tomar las muestras en el equipo CGT	24
Tabla 7 Preparación de soluciones para elaboración de la curva estándar.....	27
Tabla 8 Porcentajes en peso de las muestras para la elaboración de la curva estándar..	29
Tabla 9 Elaboración de la muestra estándar para muestras de torre de destilación.....	34
Tabla 10 Análisis cromatográfico para muestras estándar de la torre de destilación.	34
Tabla 11 Resultados de los ensayos en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.	38
Tabla 12 Análisis de varianza o ANOVA para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de alta viscosidad.....	39
Tabla 13 Respuesta óptima para los parámetros de operación del CGT para productos de alta viscosidad.	42
Tabla 14 Resultados de los ensayos en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.	43
Tabla 15 Análisis de varianza o ANOVA para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de baja viscosidad.....	44
Tabla 16 Respuesta óptima para los parámetros de operación del CGT para productos de baja viscosidad.	46
Tabla 17 Porcentaje en peso a partir del área cromatográfica obtenida y la comparación con las muestras estándar.....	47
Tabla 18 Cálculo de los porcentajes en peso de los diferentes componentes, a partir de los datos obtenidos en el análisis cromatográfico	47
Tabla 19 Valores constantes para todas las simulaciones.....	49
Tabla 20 Resultados simulación con el paquete DSTWU para caso base.	50
Tabla 21 Resultados simulación con el paquete Radfrac para caso base.....	51

Tabla 22 Porcentajes de recuperación por componente en las corrientes de salida de la torre.....	52
Tabla 23 Datos generales para los diferentes equipos presentes en el sistema de destilación.....	53
Tabla 24 Casos de estudio en algoritmo Radfrac a diferentes valores de reflujo.	54
Tabla 25 Comparación de temperaturas y porcentajes en peso en fondos de alcoholes para todas las simulaciones a diferente relación de reflujo.	54
Tabla 26 Comparación de los Duty (cargas energéticas) para el Reboiler y el condensador final entre las diferentes relaciones de reflujo.	55
Tabla 27 Comparación de los Duty (cargas energéticas) para el precalentador y el condensador de la torre entre las diferentes relaciones de reflujo.	56
Tabla 28 Comparación de los resultados para el caso base y el caso objetivo.	57
Tabla 29 Muestras con sus respectivos factores y niveles tomados por la Fase 1.....	60
Tabla 30 Muestras con sus respectivos factores y niveles tomados por el actual proyecto.	61
Tabla 31 Resultados de los análisis de la Fase 1 en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.....	61
Tabla 32 Resultados de los análisis de la Fase 1 en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.....	62
Tabla 33 Resultados de los análisis del actual proyecto en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.	62
Tabla 34 Resultados de los análisis del actual proyecto en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.	63
Tabla 35 Balance de masa para el equipo CGT.	65

LISTA DE FIGURAS

Figura # 1 Estructura molecular de la celulosa y la CMC	7
Figura # 2 Proceso productivo de la elaboración de CMC.....	11
Figura # 3 Metodología para la elaboración curva de calibración.....	28
Figura # 4 Metodología para la preparación y análisis de las muestras de CMC. .	30
Figura # 5 Diagrama de la simulación de la torre de destilación en el software ASPEN Plus.....	48
Figura # 6 Diagrama general del equipo recuperador de solvente CGT.....	65

LISTA DE GRAFICAS

Gráfica # 1 Diagrama de Pareto para productos de alta viscosidad.	40
Gráfica # 2 Efectos principales para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de alta viscosidad.	41
Gráfica # 3 Diagrama de Pareto para productos de baja viscosidad.	45
Gráfica # 4 Efectos principales para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de baja viscosidad.	45

LISTA DE ANEXOS

Anexo A: Diagrama de proceso de equipo recuperador de solvente CGT.....	72
Anexo B: Diagrama de proceso torre destilación número 1.....	73
Anexo C: Curva de calibración para cada solvente y tipo de producto.....	74
Anexo D: Cálculo de los porcentajes de vaporización del CGT para productos de alta viscosidad.....	78
Anexo E: Cálculo de los porcentajes de vaporización del CGT para productos de baja viscosidad.....	79
Anexo F: Resultados adicionales de simulación con el algoritmo DSTWU (caso base).....	80
Anexo G: Cálculos preliminares para hallar las cargas energéticas en Kg vapor/h y Kg agua/h.....	81
Anexo H: Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h a diferentes relaciones de reflujo.....	82
Anexo I: Resultados adicionales para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0.35.....	89

1. RESUMEN

El proyecto “Evaluación y mejoramiento del proceso de recuperación de solvente en la producción de carboximetilcelulosa”, pretende analizar el estado actual de las etapas de recuperación de solvente (equipo recuperador CGT) y purificación de solvente (torre de destilación) en la empresa Química AMTEX S.A., y plantear posibles mejoras para el funcionamiento de estos equipos.

Para el logro de este objetivo se realiza un diseño de experimentos de carácter factorial en el equipo CGT, seleccionando tres variables controlables en el proceso y variando sus respectivos niveles, en un estudio por separado para los productos de alta viscosidad y baja viscosidad. Se toman muestras a la entrada y a la salida del CGT para cada una de las combinaciones del diseño de experimentos, y posteriormente se mide el porcentaje en peso de los alcoholes presentes, por medio de la cromatografía de gases, comparándolos con una curva estándar elaborada previamente.

Por otro lado, para el estudio de la torre de destilación, se desarrolla una serie de simulaciones utilizando el software ASPEN Plus, en las cuales, a partir de datos proporcionados por la empresa y mediciones hechas en planta, se evalúa el comportamiento del equipo bajo diferentes parámetros de operación.

Como resultado del proyecto se encuentran los valores óptimos de operación para el equipo CGT, según el análisis del software STATGRAPHICS, para cada tipo de producto, proponiendo así una mejora substancial en la recuperación de alcohol en éste equipo.

En el caso de la simulación de la torre de destilación, se analiza la influencia de una variable paramétrica, como lo es la relación de reflujo, en el funcionamiento y requerimientos energéticos del equipo. Encontrando un valor específico que proporcione unas condiciones de operación en las que se obtengan las composiciones deseadas en los productos y se requiera la mínima carga energética posible.

2. INTRODUCCION

La empresa Química AMTEX S.A. produce Carboximetilcelulosa de Sodio (CMC), un polímero aniónico utilizado en diferentes industrias para uso farmacéutico, textil, en fabricación de detergentes, perforación de lodos y aditivos para alimentos, entre otras.

Durante el proceso de elaboración de CMC se presenta una etapa de recuperación del solvente de lavado. En una investigación realizada por Araque y Maldonado, (*"Análisis y evaluación del proceso de recuperación de solvente en Química AMTEX S.A."*; Liliana Araque y Catalina Maldonado) realizaron un análisis del proceso de recuperación de solvente en la empresa Química AMTEX S.A., en el cual se concluyó que es en esta fase donde se obtiene la mayor pérdida de solvente. A esta investigación inicial se hará referencia como Fase 1.

La empresa Química AMTEX S.A., luego de hacer un cambio en el tipo de solvente utilizado y de realizar algunas modificaciones en el proceso de lavado, pretende identificar nuevamente cuáles son las cantidades que se están perdiendo de dicho solvente, cuáles son las variables que contribuyen en mayor medida en las pérdidas totales del solvente no recuperado, teniendo en cuenta que solo se evaluará la etapa de recuperación del solvente en el Equipo CGT.

Con el presente trabajo se pretende evaluar la incidencia de los cambios que ha tenido el proceso después de las modificaciones hechas en la Fase 1.

Esta empresa ha considerado realizar una mejora en sus procesos de producción a través del Proyecto de Grado que se plantea a continuación. Anteriormente se había realizado una evaluación en cuanto a los parámetros de proceso los cuales no se encontraban bien especificados por la empresa. Con base en los resultados obtenidos y de las mejoras llevadas a cabo, la empresa ha decidido realizar una

nueva evaluación para valorar los cambios realizados en los equipos y los productos utilizados en el proceso de fabricación de carboximetilcelulosa CMC. Esto con el fin de lograr nuevas mejoras en el proceso, y un mejor control del mismo.

El impacto generado por los resultados obtenidos en el estudio propuesto se centra en la satisfacción de las inquietudes de la empresa acerca de la magnitud de las pérdidas de solvente y en un aporte muy sustancial al desarrollo y progreso de este sector de la economía en cuanto a mejora de procesos. Durante su implementación será posible obtener diagnósticos actuales del comportamiento del proceso en la empresa, posibles proyecciones y aproximaciones en condiciones simuladas para lograr mejoras potenciales, según las variaciones propuestas.

3. OBJETIVOS

3.1. OBJETIVO GENERAL:

Mejorar las condiciones de operación del recuperador CGT y la torre de destilación, mediante la evaluación de las pérdidas de solvente en el CGT utilizando la metodología de diseño de experimentos y una simulación para la torre de destilación.

3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Definir el estado del proceso en las etapas de recuperación de solvente, comparando los resultados de la cuantificación de solvente alimentado, recuperado y perdido en éstas etapas con los obtenidos en la Fase 1, mediante un análisis instrumental.
- Seleccionar las variables que influyen en mayor grado en las pérdidas en el proceso de recuperación de solvente apoyados en referencias bibliográficas, experiencia heurística y resultados de la Fase 1 del proyecto, con el fin de formular un diseño de experimentos que interrelacione las variables de interés.
- Proponer los parámetros que mejoren la operación de los equipos de recuperación, mediante un diseño de experimentos para el equipo CGT, modificando las variables del proceso y midiendo la cantidad de solvente perdido.
- Predecir el desempeño del proceso de destilación ante posibles cambios paramétricos y/o topológicos mediante una simulación en estado estable.

4. MARCO TEORICO Y REFERENCIAL

4.1. RESUMEN FASE 1

Se presenta el resumen hecho por Araque y Maldonado, tomado del trabajo escrito de la Fase 1.

“Este trabajo tiene como finalidad evaluar el proceso de recuperación y purificación del solvente usado en la etapa de lavado de la CMC (Carboximetilcelulosa) en Química AMTEX S.A. con el fin de establecer los parámetros que permitan predecir las pérdidas de dicho solvente en el proceso.

En la etapa de purificación, se purifica el solvente proveniente de la etapa de lavado el cual contiene sales de Glicolato de Sodio y Cloruro de Sodio. En la etapa de recuperación, el solvente remanente en la CMC es recuperado por medio de un sistema de vacío e inyección de vapor en un equipo llamado CGT.

El nombre del solvente a analizar se mantiene en reserva por petición de la empresa Química AMTEX S.A. La metodología para abordar el problema consiste en la toma de muestras de alimentación, fondo y destilado de las torres de destilación (etapa de purificación) para su posterior análisis y determinación de la concentración real de solvente presente en las mismas, determinando así la composición real de cada una de las corrientes.

Para la determinación de la concentración real de solvente se realizan destilaciones a las muestras de alimentación y fondo en el laboratorio, con el fin de retirar el Glicolato de Sodio y Cloruro de Sodio presentes en dichas

muestras, los cuales son subproductos generados por reacciones de esterificación. Luego se procede a la medición de densidades para el caso de las muestras de alimentación y destilado.

En las muestras de fondo, la concentración de solvente presente se determina por medio de cromatografía de gases, ya que las cantidades de solvente presentes en esta corriente son mínimas.

Una vez conocidas las composiciones reales de cada corriente se procede a diseñar una hoja de cálculo en donde se predicen los flujos de las torres de destilación de acuerdo con la variación de la alimentación, a través de balances de materia.

Para el análisis de la etapa de recuperación se realiza un diseño de experimentos que ayuda a determinar las pérdidas de solvente y los parámetros de operación que hacen que éstas disminuyan. Así, primero se estudian las variables que se controlan en esta etapa y se eligen las de mayor influencia, siendo estas el flujo de alcohol, la presión de vapor y la viscosidad, para su análisis.

Se mide la concentración de solvente presente en muestras de CMC húmeda tomadas a la entrada y salida del equipo de recuperación de solvente (CGT). La determinación de la concentración de solvente se realiza por cromatografía de gases. Como las muestras se encuentran en estado sólido se realizan diluciones preliminares.

Conociendo las concentraciones de solvente en cada corriente del CGT se elabora una hoja de cálculo en donde se presentan los flujos y composiciones de entrada, salida y recuperación de solvente”.

4.2. GENERALIDADES DE LA CMC

4.2.1. Composición química

La CMC (carboximetilcelulosa de sodio) es un polímero aniónico soluble en agua. Es un éter celulósico que se produce haciendo reaccionar celulosa con hidróxido de sodio para producir el álcali-celulosa, el cual a su vez reacciona con el cloroacetato de sodio bajo estrictas condiciones de proceso. En la reacción se obtienen como subproductos cloruro de sodio y glicolato de sodio, la estructura de la molécula de celulosa se presenta en la *Figura 1* en la parte izquierda y la de la CMC también en la *Figura # 1* en la parte derecha. Se obtiene sustituyendo algunos de los hidrógenos de estos hidróxilos por grupos carboximetílicos.

Figura # 1 Estructura molecular de la celulosa y la CMC (“Química AMTEX S..A”)

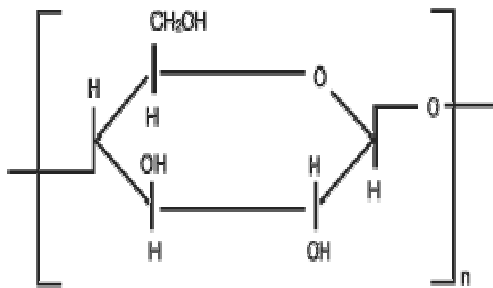


Figura 1. Estructura de la celulosa

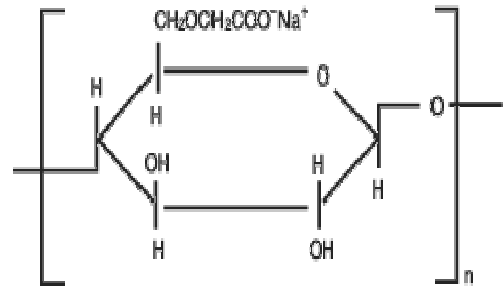
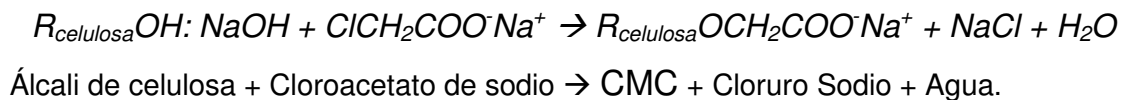
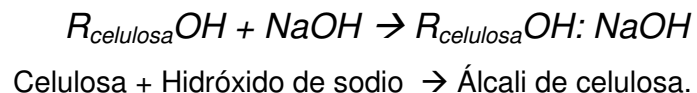


Figura 2. Estructura de la CMC, D.S. = 1.0

La CMC se elabora mediante una reacción de eterificación. La principal materia prima es la celulosa; Se adiciona etanol, álcali, agentes eterificantes, cloroacetato de sodio, agentes oxidantes y sales. La representación completa se muestra a continuación:



Como reacción secundaria (no deseada):



Cloroacetato de sodio + Hidróxido de Sodio → Glicolato de Sodio + Cloruro de sodio.

Estas sales (Glicolato de Sodio y Cloruro de sodio) son posteriormente removidas obteniéndose la Carboximetilcelulosa de Sodio altamente purificada.

4.2.2. Aplicaciones

La CMC posee múltiples aplicaciones en los diferentes sectores de la industria alimenticia, y gracias a todas estas características, se presentan unas de las múltiples funciones y propiedades útiles para los diferentes sectores.

- Es fisiológicamente inerte.
- Se disuelve fácilmente en agua fría o caliente.
- Es un agente Retenedor de agua.
- Puede actuar como agente filmógeno resistente a grasas y solventes orgánicos y también como ligante y coloide protector.

Debido a sus propiedades hacen que sea posible utilizarla en un amplio rango de sectores industriales como en la peletización de minerales, industrias farmacéuticas, pasta dental, cosméticos, papel, detergentes, textil, lodos de perforación, pinturas, adhesivos, sector alimenticio, cerámicas, flotación, industria del cuero, etc.

4.2.3. Granulometría y tamaño de partícula

El programa de producción incluye tres tipos diferentes de tamaño de partículas:

- **Granulometría estándar:** para aquellos productos que presentan una retención sobre la malla 40 del 10% máximo y sobre la malla 80 del 50% máximo.
- **Granulometría fina:** Aquellos productos que presentan una Retención sobre la malla 80 del 10% máximo y sobre la malla 200 del 50% máximo.
- **Granulometría ultra fina:** aquellos productos que presentan una Retención sobre la malla 60 del 1% máximo y sobre la malla 200 del 20% máximo.

4.2.4. Viscosidad

Química AMTEX S.A. produce la CMC en los tres grados de pureza y sustitución, pero además puede ofrecer en cada uno de estos tipos de CMC una amplia y variada gama de viscosidades. La Tabla 1 presenta la clasificación de la CMC según la viscosidad de la celulosa en decilitros por gramo. .

Tabla 1 Clasificación de la CMC según la viscosidad de la celulosa. (“Manual de procesos de Química AMTEX S.A.”)

Tipo	Viscosidad de la celulosa (dl/gr)
CMC LV (Baja Viscosidad)	3.0 - 5.0
CMC MV (Media Viscosidad)	5.0 – 1.2
CMC HV(Alta Viscosidad)	Min. 12.0 – 20.0

Debido que la viscosidad depende de la velocidad de corte, la CMC es un fluido no newtoniano, por otro lado este producto es un fluido pseudoplástico, es decir, disminuye su viscosidad cuando se incrementa su tasa de corte.

La viscosidad es una propiedad física que se puede modificar debido a acciones físicas como la presión, la temperatura y las respectivas condiciones de cada proceso. Es decir, cuando se habla del término viscosidad, se debe tener en cuenta que las siguientes variables deben estar fijas:

- Temperatura.
- Concentración de sólidos.
- Base seca; no se considera el agua que tiene la CMC.
- Tipo de viscosímetro (aguja, rpm).

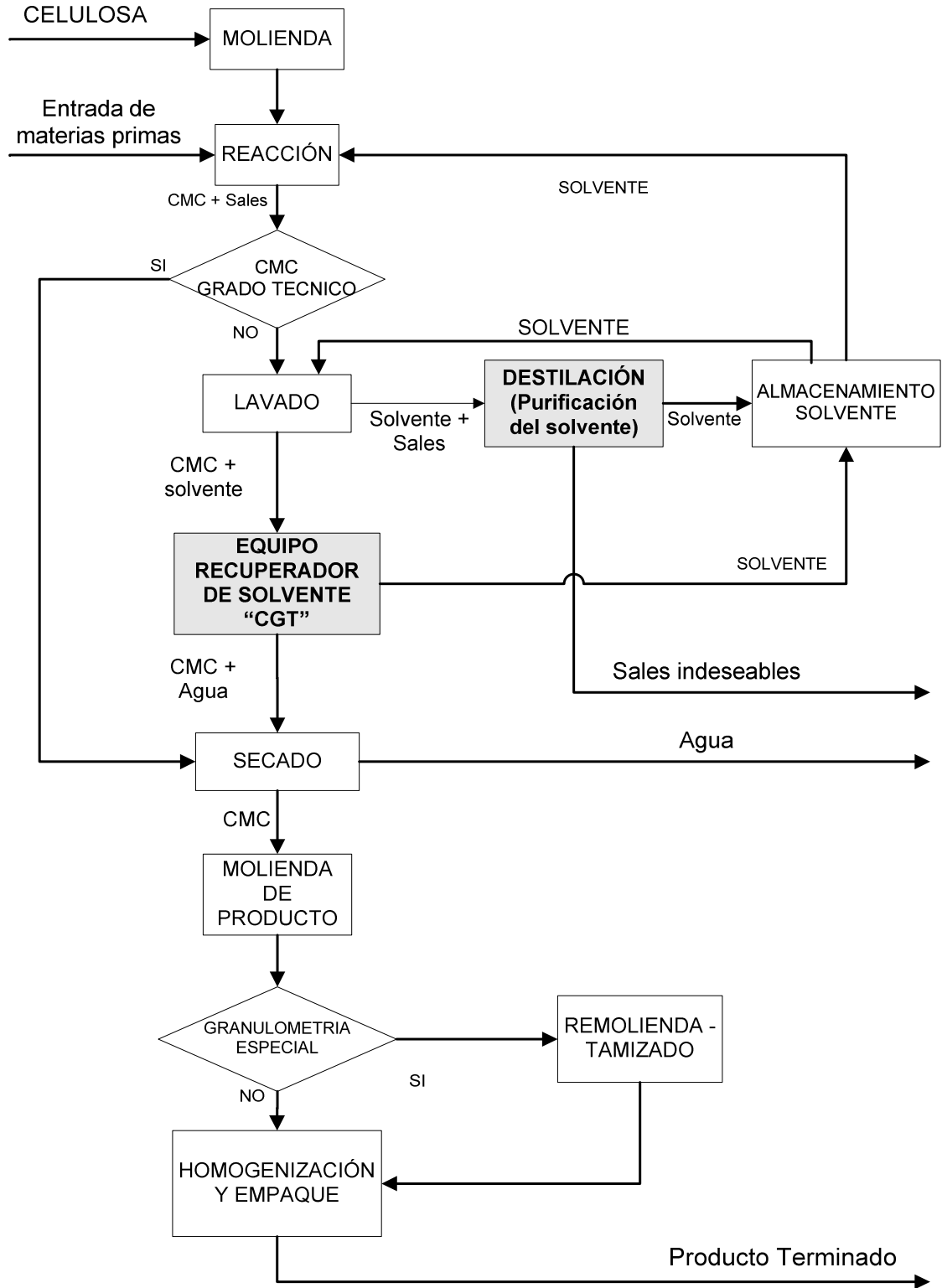
4.3. PROCESO PRODUCTIVO

El proceso de producción de Carboximetilcelulosa más conocida como CMC y del polímero aniónico celulósico llamado "PAC" es similar para ambos, su diferencia se debe al grado de purificación y en algunas materias primas utilizadas.

Respecto a la CMC, esta se puede clasificar de acuerdo a su grado de pureza, igualmente sucede para el caso del PAC que adicionalmente puede dividirse por su viscosidad, las cuales son: PAC LV (baja viscosidad), PAC HV (alta viscosidad).

Según el tipo de producto que se desea producir, las etapas del proceso cambian sensiblemente para cada uno, tal como se describe en la Figura # 2 y a continuación se explica más detalladamente el proceso productivo de la elaboración de CMC (*"Manual del Proceso de Producción de CMC de Química AMTEX S.A."*).

Figura # 2 Esquema del proceso productivo de la elaboración de CMC.



4.3.1. Molienda de celulosa

La celulosa entra como materia prima para este proceso y llega en forma de hojas o rollos, es alimentada a unos molinos de cuchilla, que depende del grado de trituración que se necesite según el tipo de CMC que se quiera producir, ya que se debe moler hasta determinados tamaños de partícula.

Luego de la molienda la celulosa es llevada por medio de un sistema de transporte neumático hacia unos silos de almacenamiento, para luego ser descargada por medio de un tornillo sinfín a los reactores.

4.3.2. Reacción

Del silo se descarga la Celulosa triturada hacia el reactor, al cual se le adiciona etanol y demás materias primas tales como: álcali, sales agentes tanto oxidantes como eterificantes, recordando que la adición o no de éstas, y sus cantidades, depende del tipo de CMC que se requiera producir.

Dentro del proceso de reacción, internamente en el reactor se presenta gran cantidad de reacciones: alcalinización, neutralización, eterificación y otras reacciones paralelas que hacen que se generen subproductos tales como sales (Cloruro de Sodio y Glicolato de Sodio).

Como en todo proceso, en este se debe tener muy controlados los tiempos de proceso, la presión de vacío, temperatura, etc.; hasta lograr el grado de eterificación requerido.

4.3.3. Lavado

Este proceso se lleva a cabo debido a las reacciones químicas que ocurrieron en el proceso de reacción que produjeron las sales (Cloruro de Sodio y Glicolato de Sodio) que son indeseables en el proceso de la producción de CMC de alta pureza.

La CMC generalmente sale del reactor con una pureza entre el 64 y 74 %, las impurezas son las sales anteriormente mencionadas que deben ser retiradas para obtener mayor grado de purificación, sea del 92% como mínimo para el grado “extra” de CMC o del 99,5% como mínimo para los denominados grados “FG”.

4.3.4. Destilación

El solvente usado en la etapa de lavado (solución hidroalcohólica) para lograr retirar las sales de la CMC llega a los tanques de almacenamiento a una concentración aproximadamente entre 60 – 70% en Volumen (°GL)..

El proceso de destilación cuenta con 2 torres de destilación para rectificar dicho solvente, con el fin de retirarle las sales y además de aumentar su concentración entre 90 – 95% en Volumen (°GL)., para poder reutilizarla en el proceso.

4.3.5. Recuperación del solvente (CGT)

La CMC luego de salir de la etapa de lavado contiene entre un 50 – 55% de humedad entre solvente y agua, después es llevada al equipo recuperador llamado “CGT”, el cual consta de un sistema de inyección de vapor directo y de un sistema de calentamiento en la camisas llamado “Loop”, teniendo en cuenta también su tiempo de residencia, para de esta forma por procesos de transferencia de calor y masa evaporar el solvente y extraerlo por la alta volatilidad que presenta este componente respecto a los demás compuestos, luego se condensa y se almacena para reutilizarlo.

4.3.6. Secado

La CMC luego de la etapa de recuperación del solvente (CGT) sale con una humedad del 35 – 40% mucho mas rico en agua y esta es enviada a una secadora de lecho fluidizado para liberar la humedad (agua + Solvente) presente en la CMC

y de esta forma obtener un porcentaje de humedad en la CMC alrededor del 5 – 8% en peso.

El proceso de secado se realiza con aire, calentado mediante serpentines de vapor, y este pasa a través del producto retirando la humedad residual.

4.3.7. Molienda

Este proceso es muy variable respecto a cada producto, en cual depende del tamaño de partícula al que se pretenda obtener teniendo en cuenta la malla utilizada en los molinos, que son básicamente las que controlan esta etapa para la producción de un determinado tipo de CMC.

4.3.8. Homogenización y empaque

En esta última etapa del proceso, se debe tener en cuenta la calidad del producto en todos sus parámetros fisicoquímicos (Humedad, Pureza, Grado de Sustitución, pH, tamaño de partícula entre otras) para luego ser mezclado y finalmente descargado y empacado para su distribución.

5. ANÁLISIS DEL PROCESO

En la producción de carboximetilcelulosa se encuentran dos etapas importantes, en las cuales se ha detectado la pérdida del solvente usado para su proceso, y debido a estas razones se desarrolla este proyecto en las etapas de recuperación del solvente (Equipo CGT) y la etapa de purificación del mismo (Torre de destilación).

5.1. ETAPA DE RECUPERACIÓN DE SOLVENTE

La CMC luego de pasar por la etapa de lavado, llega al equipo recuperador de solvente (CGT) con una humedad que oscila entre un 50 y 55%, de los cuales aproximadamente son 70% de solvente y los restantes 30% de agua; y en esta etapa del proceso el solvente es recuperado por medio de un sistema de vacío e inyección de vapor, con el fin de recuperar la mayor cantidad posible.

Descripción general del CGT

El CGT es un equipo en forma de cilindro, posee una capacidad de 3.500 litros, una altura de 2.18 m (incluyendo un domo), una longitud de 7.4 m (incluyendo un motoreductor), a condiciones normales de operación tiene una temperatura máxima permisible de 158°C y una presión máxima permisible de 5 bares.

Consta de un motor principal junto con un reductor unido a un acople mecánico, y además a un eje principal que gira alrededor de 35 rpm en baja y de 70 rpm en alta (Anexo A).

Presenta dos válvulas rotatorias a la entrada y salida del equipo, las cuales reciben la CMC, en esta parte de la entrada del producto trabaja con un detector de metales.

En la parte interna tiene un eje con aletas el cual mueve el producto hasta la descarga a lo largo del equipo, la inyección de vapor consta de 5 inyectores con vapor directo y cinco "Choppers" para triturar o esparcir el producto.

En la descarga del producto del CGT tiene 2 compuertas, las cuales son manipuladas para darle mayor residencia al producto en el equipo En la parte inferior hay un manhole o un ducto conectado a una banda transportadora que alimenta la secadora.

En el domo principal que esta conectado al sistema de recuperación, esta ubicado un ducto por medio del cual pasa el solvente a un ciclón (separador de residuos sólidos), después a un condensador y luego a un tanque donde llega el solvente recuperado.

La unidad de vacío que extrae el solvente del interior del CGT, consta de dos condensadores suministrados con agua a 5 °C, una bomba adicional que recircula una mezcla de agua-Solvente a través de un condensador que alimenta la bomba principal de vacío, haciendo que esta se mantenga refrigerada y constantemente inundada de líquido, también se cuenta con un condensador que sirve para condensar los posibles gases de solvente que estén presentes en el tanque de recuperación.

La bomba de Vacío del equipo CGT es la que succiona el solvente que se va recuperando. El retorno del solvente recuperado es accionado por un dispositivo automático.

El CGT tiene un sistema de doble camisa y esta conectado a un circuito cerrado o loop por donde recircula agua caliente. También posee un inyector de vapor ligado a una válvula neumática y a un tanque de expansión con nivel, además de las trampas de vapor, las cuales son útiles para aliviar los condensados que circulan por estas líneas y de un intercambiador para enfriar esta agua.

(Manual de Operación del Equipo de Recuperación de Solvente CGT de Química AMTEX S.A.)

5.2. ETAPA DE PURIFICACIÓN DE SOLVENTE

En la etapa de purificación del solvente, se trata de mejorar las condiciones de estos alcoholes para lograr ser reutilizados, estos provienen de la solución hidroalcohólica usado en la etapa de lavado. Para esta purificación, Química AMTEX S.A., cuenta con dos torres de destilación, pero el alcance de este proyecto solo plantea la simulación de la torre # 1.

5.2.1. Descripción general de la torre de destilación # 1

Fue diseñada por la empresa italiana Fratelli Gianaza con una capacidad teórica de 6000 l/h de alimentación, con un diámetro de 1.7 m, una altura de 10 m y 23 platos reales.

Posee un precalentador de mezcla de fajas tubulares verticales con separación interna para la circulación de vapores con un área de transferencia de 45 m². Tiene un condensador principal acuatubular de fajas verticales con directores de flujo con una superficie de 103 m² con reflujo a la torre. Además cuenta con un enfriador final para el destilado tipo espiral, y posee un condensador de gases tipo espiral al enfriador final. Posee un rehervidor horizontal para calentar el agua de la base de la torre y tres bombas.

5.2.2. Sistema de destilación de solvente

El solvente denominado "Sucio", el cual es recuperado a través del proceso, es almacenado en tres tanques, de allí este se bombea a un tanque auxiliar, el cual esta ubicado en la parte superior y este baja por gravedad al primer condensador (HE-101) de la torre (precalentamiento del solvente antes de ingresar al equipo y el primer enfriamiento del destilado a una temperatura aproximada de 70°C saliente de la torre). Este proceso se presenta mas detallado por medio del diagrama de proceso en el Anexo B.

El solvente luego del precalentamiento, ingresa a la torre (T-101) en el plato número 15 a una temperatura cerca de 60°C, y a una concentración aproximada entre 60 - 70% en volumen (°GL) de solvente y la composición restante está compuesto por agua y sales (cloruro de sodio y glicolato de sodio).

Adicionalmente en el plato de alimentación también entra agua de dilución con un flujo equivalente al 10% del flujo de alimentación y a una temperatura de 40°C, esta alimentación de agua se realiza con el fin de arrastrar las sales que se quedan retenidas en los platos a través de toda la torre, para que estas salgan por los fondos que es lo que desea.

El destilado que sale por la cima de la torre cerca de 70°C, el cual es enfriado por medio del primer condensador (HE-101), es condensado parcialmente, ya que una parte de este se condensa totalmente y sale como líquido a 55°C, el cual es enviado a la torre de nuevo como reflujo, mientras que el porcentaje de vapor que no se condensa pasa al segundo intercambiador (HE-102), el cual igualmente es parcial y el porcentaje de líquido regresa a la torre como reflujo también a 48°C y el resto de vapor es llevado a un último condensador total (HE-103) en el cual el solvente es enfriado por medio de agua a 30°C y este servicio luego de enfriar el destilado, entra luego al HE-102 para enfriar asimismo esta corriente, obteniéndose un producto de destilado a 40°C, 95°GL y un porcentaje en peso de alcoholes de 93%.

El flujo de destilado es de aproximadamente el 60% del flujo de alimentación.

El agua de la base de la torre es calentada por medio de un rehervidor (reboiler), el cual opera con vapor directo proveniente del sistema de calderas, una vez calentada el agua retorna a la torre y el vapor condensado resultante del sistema retorna a las calderas.

(“Manual de Operación de las Torres de Destilación de Química AMTEX S.A. 1995”)

6. MATERIALES Y METODOS

Como inicialmente se planteó en el objetivo general y en los objetivos específicos del anteproyecto para este trabajo de grado, se debía desarrollar un diseño de experimentos tanto para el equipo CGT, como para las torres de destilación. Sin embargo, luego de discutir varios aspectos técnicos y económicos con el grupo de ingenieros de planta de la empresa Química AMTEX S.A., se concluyó que para el presente proyecto no es necesario realizar un diseño de experimentos para las torres de destilación. Los motivos por los cuales se decidió esto, se presentan a continuación:

- Teniendo en cuenta el análisis y las conclusiones de la anterior investigación realizada en este proceso, (*“Análisis y evaluación del proceso de recuperación de solvente en Química AMTEX S.A.”*; Liliana Araque y Catalina Maldonado); se observó gran diferencia entre las cantidades de solvente perdidas en el CGT y en las torres de destilación.
 - En las torres de destilación se pierden, suponiendo condiciones continuas de operación, máximo 5.000 l/mes de solvente
 - En el CGT se pierden, en condiciones continuas de operación, mínimo 120.000 l/mes de solvente.
 - La comparación de estos resultados muestra que la cantidad de solvente que se pierde en las torres alcanzaría un valor máximo entre 4% y 5% sobre las pérdidas reportadas por el CGT.

Según este aspecto, es poco relevante realizar de nuevo una comparación entre las pérdidas de los dos equipos, conociendo además que no se han

realizado cambios lo suficientemente representativos en el proceso de destilación.

- La empresa Química AMTEX S.A. considera según sus prioridades, realizar solo para el equipo CGT el diseño de experimentos planteado; y para la torre de destilación solo la simulación, utilizando un software especializado para ello.

6.1. ETAPA DE RECUPERACIÓN DE SOLVENTE (CGT)

Para el análisis de esta etapa del proceso con el fin de encontrar buenos resultados se decide realizar un diseño de experimentos para encontrar los mejores parámetros de operación de este equipo con el objetivo de maximizar el porcentaje de evaporación y obtener menores pérdidas del solvente.

6.1.1. Diseño de experimentos

En el desarrollo de este, se debe tener en cuenta todas las posibles variables que afectan de algún modo el porcentaje de alcohol a la salida del equipo y mirarlas detalladamente para decidir cuales se cree que son las mas influyentes, para así escoger las variables que se van a usar en el diseño de experimentos.

6.1.1.1. Selección de variables

En el CGT se pueden controlar 9 variables que de alguna manera influyen en éste, y se describen a continuación.

- Flujo de slurry: Determina el rendimiento en Kg/h del proceso de lavado de la CMC (dada en l/seg).
- Flujo de alcohol de deshidratación: Es el flujo de alcohol que se usa en la última etapa de lavado de la CMC, con el fin de retirarle el agua a ésta.(l/min)

- Porcentaje de humedad total a la entrada del CGT: Es la cantidad de humedad que posee la CMC después de la etapa de lavado contenida de solvente y agua antes de entrar al equipo recuperador CGT (%).
- Temperatura del loop: Temperatura del agua de calentamiento indirecto de la CMC dentro del CGT (°C).
- Presión de vapor directo: Cantidad de vapor directo que se le suministra a la CMC en el CGT con el fin de evaporar el solvente presente en la misma (Bar).
- Alcohol de lavado: Cantidad de solvente que se le agrega a la CMC en un lavado anterior al CGT para lograr la pureza deseada (l/min).
- Temperatura de la CMC: Temperatura del producto dentro del equipo recuperador (°C).
- Abertura de las compuertas: Permite la salida de mayor o menor cantidad de CMC a través del CGT. Determina el tiempo de residencia (%).
- Velocidad del CGT: Velocidad a la cual se transporta la CMC a través del CGT. También determina el tiempo de residencia.

Tabla 2 Dependencia de las variables del equipo CGT.

Variable	Dependencia
Flujo de slurry.	Independiente.
Porcentaje de humedad total a la entrada del CGT.	Flujo de slurry, alcohol de lavado, alcohol de deshidratación, sistema de vacío, limpieza de la Cinta.
Temperatura del loop.	Independiente.
Presión de vapor directo.	Independiente.
Alcohol de lavado.	Independiente.
Temperatura de la CMC.	Presión de vapor directo y temperatura del loop.
Abertura de las compuertas.	Independiente.
Velocidad del CGT.	Independiente.

Luego de discutir con los ingenieros de la empresa sobre la escogencia de las variables para la elaboración del diseño de experimentos, ellos recomiendan como las más convenientes: Presión de vapor, Flujo de alcohol de deshidratación y abertura de la compuerta, debido a que cumplen con el requisito de su independencia y además se ajustan al programa de producción de la empresa. Con el fin de obtener los mejores resultados en estos ensayos, se presenta a continuación las restantes variables y éstas se fijan en valores constantes para la toma de las muestras para que así no exista ninguna diferencia entre cada una de ellas.

Tabla 3 Fijación de valores constantes de las restantes variables del CGT.

Variable	Valor	Unidades
Flujo de slurry	1.8	l/seg
Flujo de alcohol de lavado	25	l/min
Temperatura del loop	130	°C
Velocidad del CGT	Baja	---

6.1.1.2. Elección del diseño de experimentos

Luego de analizar las variables y los niveles de cada una, se procede a desarrollar un diseño factorial completo 2^k con una réplica para cada muestra. Este tipo de diseño es empleado generalmente en experimentos en los cuales intervienen múltiples factores y se desea conocer el comportamiento de todos estos en conjunto, sobre la variable de respuesta.

El diseño de experimentos a utilizar es 2^3 esto es, tres factores A, B y C, es decir las 3 variables que se escogieron anteriormente que eran las mas representativas para este equipo y cada uno con sus dos niveles (Montgomery)

En resumen los tres factores de interés son:

- Presión de vapor.
- Flujo de alcohol de deshidratación.
- Abertura de compuerta.

A continuación se presentan los factores con sus respectivos niveles por separado para los productos de CMC de alta y baja viscosidad. Los niveles también fueron sugeridos por los ingenieros de la empresa.

Tabla 4 Factores y niveles escogidos para productos de alta viscosidad.

ALTA VISCOSIDAD	Unidades	Nivel Inferior	Nivel Superior
VARIABLE			
Presión de vapor directo	Bar	2	2,5
Flujo de deshidratación	l/min	20	30
Abertura de compuerta	%	50	60

Tabla 5 Factores y niveles escogidos para productos de baja viscosidad.

BAJA VISCOSIDAD	Unidades	Nivel Inferior	Nivel Superior
VARIABLE			
Presión de vapor directo	Bar	1	1,5
Flujo de deshidratación	l/min	20	30
Abertura de compuerta	%	50	60

Se procede a desarrollar las combinaciones entre abertura de compuerta, presión de vapor directo y flujo de alcohol de deshidratación mediante la herramienta de diseño de experimentos del software STATGRAPHICS.

Como se menciona anteriormente se van a evaluar por separado los productos de alta y baja viscosidad, se tomaran muestras a la entrada y a la salida del CGT para cada combinación, teniendo en cuenta que se toma una replica para cada muestra, contabilizando en total 64 análisis entre los dos tipos de producto.

Se obtiene 16 combinaciones que se presentan en la Tabla # 6.

6.1.2. Toma de muestras

Las muestras para cada combinación se toman a la entrada y a la salida para cada combinación con su respectiva réplica, teniendo en cuenta que el tiempo entre la toma de entrada con la de salida es aproximadamente entre 20 o 25

minutos, lo equivalente al tiempo de residencia de la CMC en el equipo recuperador CGT.

Hay que tener muy presente la manipulación de las muestras para no perder solvente debido a su alta volatilidad, estas se almacenan inmediatamente en una nevera con hielo para mantenerlas a bajas temperaturas y en recipientes muy bien sellados.

Tabla 6 Combinaciones para tomar las muestras en el equipo CGT.

Combinación	Viscosidad	Abertura compuerta	Presión vapor directo	Flujo alcohol de deshidratación
		%	bar	l/min
1	Alta	50	2	30
2	Alta	50	2	20
3	Alta	50	2,5	30
4	Alta	50	2,5	20
5	Alta	60	2	30
6	Alta	60	2	20
7	Alta	60	2,5	30
8	Alta	60	2,5	20
9	Baja	50	1	30
10	Baja	50	1	20
11	Baja	50	1,5	30
12	Baja	50	1,5	20
13	Baja	60	1	30
14	Baja	60	1	20
15	Baja	60	1,5	30
16	Baja	60	1,5	20

6.1.3. Metodología de análisis de las muestras

Los análisis se realizan en un cromatógrafo de gases del laboratorio de química instrumental de la universidad EAFIT, con el fin de determinar la concentración del solvente presente en cada muestra.

Algo muy importante ha tener en cuenta, es que el mismo día que se toman las muestras se debe preparar las diluciones e inmediatamente realizar las mediciones en el cromatógrafo, para evitar perdidas por volatilidad del solvente presente en las muestras y además este con el paso del tiempo puede presentar degradación biológica.

6.1.3.1. Condiciones de operación del Cromatógrafo de Gases

Los análisis se llevan a cabo en un Cromatógrafo de Gases marca Perkin Elmer modelo Autosystem XL, en el cual se inyecta 1 microlitro de la muestra en el puerto de inyección. El puerto de inyección se encuentra a una temperatura 250°C para que la muestra pase a fase gaseosa. Estos vapores se arrastran por el gas acarreador, en este caso Nitrógeno a una presión de 4 psi, a través de la columna capilar cuyas especificaciones son: columna tipo PE 17 de 30 metros de largo, 0.32 mm ID (diámetro interno) y 0.5 µm df (tamaño de la fase estacionaria).

La columna capilar se encuentra en un compartimiento llamado horno, el cual se encuentra a una temperatura de 50°C, allí los componentes se separan según su adsorción en la fase estacionaria de la columna capilar y esto es leído por el detector. Para este caso el detector es tipo FID (Detector de Ionización de Llama), el cual trabaja con gases especiales: Hidrógeno y Aire, éste se encuentra a una temperatura de 300°C, allí se quema la muestra generando una ionización de la misma la cual se mide en potencial de ionización (mv), generándose un cromatograma donde se relaciona el potencial de ionización (mv) versus el tiempo de retención (min.)

6.1.3.2. Determinación del tiempo de aparición del pico

Una vez ya identificados los parámetros de operación del cromatógrafo de gases en el cual se realizarán las mediciones, se procede a identificar el

tiempo de aparición del pico, que en el caso de nuestra muestra es el solvente.

Para lograrlo, se diluye el solvente en agua destilada en proporciones 10% y 90% respectivamente para conocer en que tiempo aparece el pico en el cromatógrafo de la muestra a analizar bajo las condiciones de operación establecidas.

6.1.3.3. Curva de calibración

Inicialmente se debe construir una curva estándar (curva de calibración) para poder analizar las muestras de CMC húmedas que son tomadas a la entrada y a la salida del CGT, y de esta forma medir las concentraciones reales de alcohol de cada muestra. En el Anexo C se presentan todas las curvas de calibración para los diferentes solventes (metanol y etanol) y para los dos tipos de productos (alta y baja viscosidad). Esta gráfica consiste en relacionar las concentraciones de alcohol de cada muestra de CMC con su respectiva área determinada por el cromatógrafo de gases.

Para elaboración de esta curva se tomaron muestras de CMC seca (producto terminado), para garantizar la no presencia del solvente en ella, estas se diluyen para hacer su respectivo análisis cromatográfico y su desarrollo se explica a continuación.

Preparación de las muestras de referencia para la elaboración de la curva de calibración (curva estándar):

Teniendo en cuenta que la Empresa Química AMTEX S.A. trabaja con dos solventes (alcoholes) en su proceso productivo, y que además se plantea un diseño de experimentos para dos productos diferentes; se deben elaborar cuatro curvas estándar, dos para productos de alta viscosidad, tanto para metanol como para etanol; y las otras dos curvas para productos de baja viscosidad para los mismos dos alcoholes.

Para la elaboración de cada una de las curvas estándar, se prepara un número determinado de muestras, en este caso cuatro, en las cuales se diluyen la misma cantidad de agua destilada (a baja temperatura) y de CMC seca, variando únicamente la cantidad de solvente a agregar.

Para productos de baja viscosidad se debe tomar 0.40 gr de CMC seca para cada muestra y 0.20 gr de CMC seca para productos de alta viscosidad.

En la tabla que se presenta a continuación se ilustra la preparación de las soluciones de CMC con cantidades conocidas de solvente para conocer su respectiva área cromatográfica para la elaboración de la curva de calibración.

Tabla 7 Preparación de soluciones para la elaboración de la curva estándar.

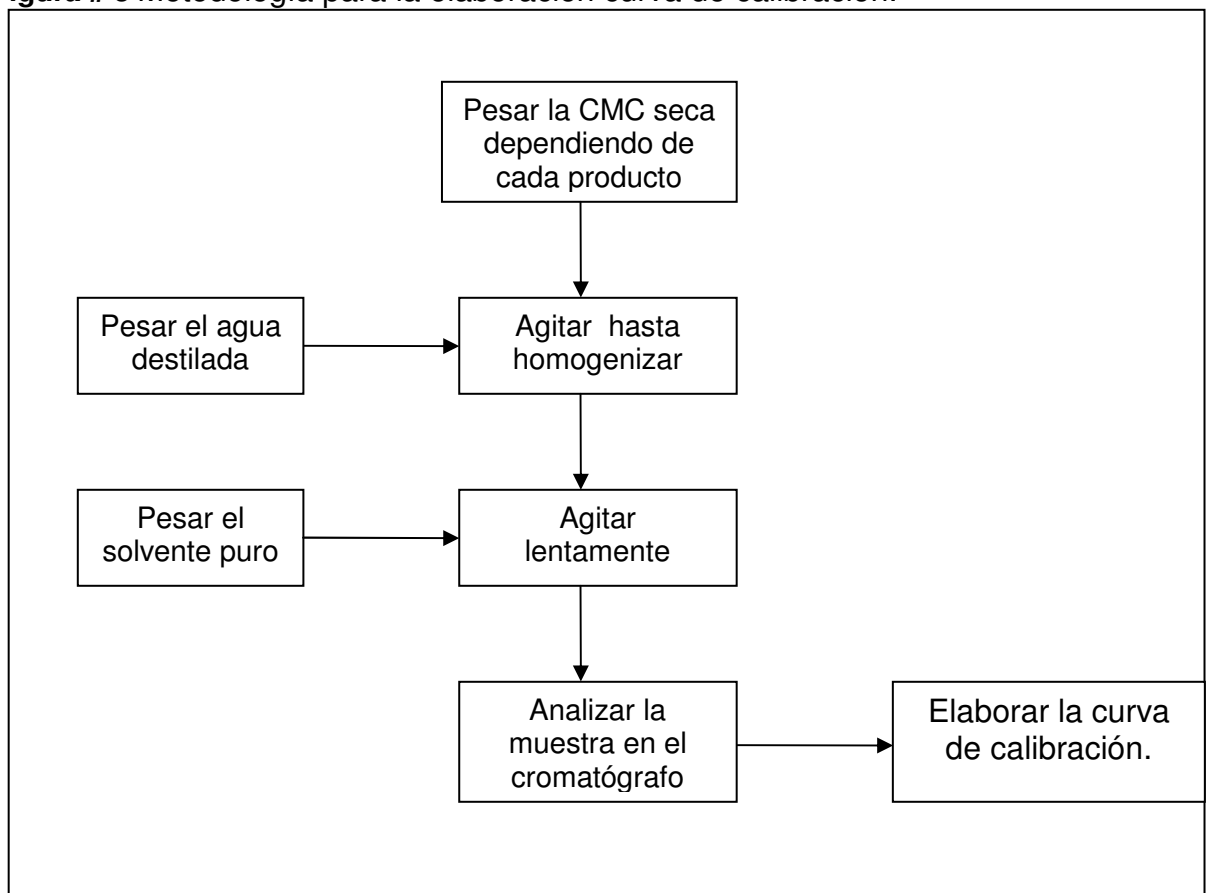
Muestra	Solvente gr	Agua gr	CMC gr
Blanco	0	100	0,20 - 0.40
A	0,01	100	0,20 - 0.40
B	0,09	100	0,20 - 0.40
C	0,17	100	0,20 - 0.40

La metodología que se usa para la elaboración de esta tabla es la siguiente, y se ilustra en la Figura #3:

- El agua que se usa es destilada y se mantiene en la nevera para evitar pérdidas del solvente, debido a la volatilidad de éste.
- Como se explicó anteriormente la cantidad de CMC seca es igual para todas las muestras de una misma curva.
- La dilución se prepara en un cuarto con aire acondicionado y con un tiempo de agitación corto para evitar pérdidas de solvente. La solución debe quedar homogénea para su medición.

- En resumen se toma la cantidad en gramos de CMC seca (según el producto) y se diluyen en 100 gr de agua destilada hasta llegar a una mezcla homogénea. A cada muestra se le agrega la cantidad de solvente requerida, se agita brevemente e inmediatamente se realiza la medición en el cromatógrafo para evitar pérdidas de solvente.

Figura # 3 Metodología para la elaboración curva de calibración.



6.1.3.4. Cálculo de concentración de porcentaje en peso real del solvente en cada muestra de CMC

El contenido real de solvente en % p/p presente en las muestras de CMC se calcula de la siguiente manera:

Teniendo la solución A como referencia para productos de alta viscosidad:

$$\%P/P = \frac{\text{gr solvente}}{(\text{gr solvente} + \text{gr CMC})}$$
$$\%P/P = \frac{0.01\text{gr}}{(0.01\text{gr} + 0.2\text{gr})} * 100\% = 4.76\%$$

Tabla 8 Porcentajes en peso de las muestras para la elaboración de la curva estándar.

Muestra	Solvente gr	CMC gr	%p/p Solvente
Blanco	0	0,2	0%
A	0,01	0,2	4,76%
B	0,09	0,2	31,03%
C	0,17	0,2	45,95%

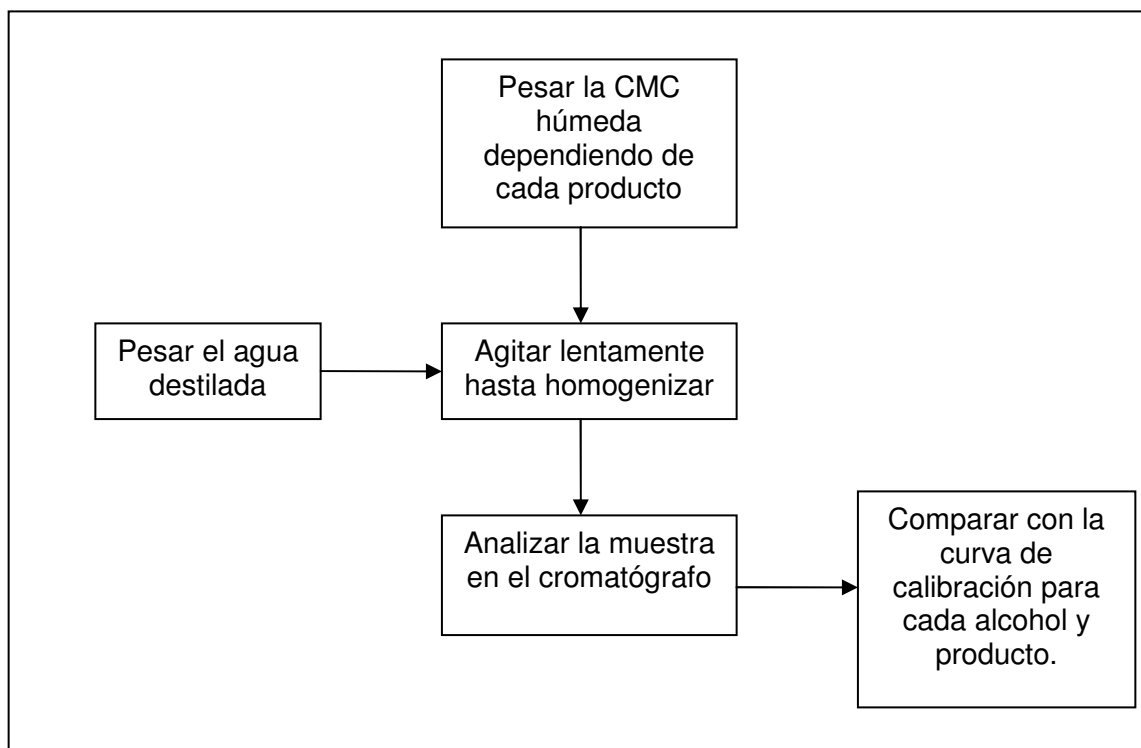
6.1.4. Preparación y análisis de las muestras de CMC húmeda de la entrada y salida del CGT

El análisis para las muestras de CMC húmeda tomadas a la entrada y a la salida del equipo recuperador (CGT) se presenta en la Figura # 4 y se explica a continuación:

- El mismo día en que se toma las muestras en el CGT se debe hacer la solución e inmediatamente la medición en el cromatógrafo.
- Se pesa la CMC húmeda, recordando que son 0.20 gr para productos de alta viscosidad y 0.40 gr para productos de baja viscosidad, realizando una adecuada manipulación para evitar pérdidas de solvente.

- Pesar 100 gr de agua destilada (desmineralizada).
- Mezclar el agua destilada y la CMC húmeda y agitar lentamente hasta homogenizar la solución, se debe tener pendiente evitar las pérdidas del solvente para obtener mejores resultados.
- Inyectar la muestra en el cromatógrafo de gases bajo las condiciones de operación determinadas.

Figura # 4 Metodología para la preparación y análisis de las muestras de CMC.



6.2. ETAPA DE PURIFICACION DEL SOLVENTE (Torre de destilación)

Para la consecución de esta parte del proyecto se desarrolla una simulación de la torre de destilación en estado estable utilizando la herramienta ASPEN Plus.

La empresa cuenta con dos torres de destilación. Para este caso se estudia la Torre de destilación #1, cuyo funcionamiento y especificaciones se describen en capítulos anteriores.

Ésta torre cuenta con una corriente de alimentación con un flujo promedio de 7.500 l/hr, la cual contiene principalmente Etanol, Metanol, Agua, Glicolato de Sodio y Cloruro de Sodio. El objetivo de ésta torre es purificar la corriente de entrada, aumentando la concentración de alcoholes en la corriente de destilado con el fin de reutilizar estos solventes en el proceso productivo. Por otro lado la corriente de fondos debe contener la mayor parte del agua alimentada, así como casi la totalidad de las sales.

La idea del uso del paquete de simulación es encontrar parámetros de operación para la torre de destilación, que permitan que ésta trabaje según las condiciones planteadas por los proveedores, destilando una corriente de alimentación de 12.000 l/hr. Sin embargo, el objetivo inicial para este proyecto, según lo acordado con la empresa, es destilar por lo menos 10.000 l/hr.

Para este proceso de simulación fue necesario contar con varios datos; algunos suministrados por los ingenieros de la empresa o los manuales de fabricación de la torre, otros medidos directamente de los equipos o de sus corrientes.

6.2.1. Metodología de la toma de muestras de las corrientes de la torre

Aunque la empresa ya tiene los datos aproximados de las corrientes de entrada y de salida de la torre, se hace necesario corroborarlos, tomando las muestras directamente de la torre y realizarles el análisis correspondiente en el laboratorio de la Universidad EAFIT.

Las muestras son tomadas muy cuidadosamente, purgando varias veces el recipiente donde estas se almacenen, además se deben guardar inmediatamente en una nevera con hielos. El análisis se debe realizar por cromatografía de gases (es el mismo procedimiento que se realiza para las muestras tomadas del CGT) el mismo día en que se toma la muestra.

Para las muestras de alimento y de fondo, se debe realizar una destilación a nivel de laboratorio, con el fin de retirarle las sales y poder hacer una real medición de los solventes presentes en estas corrientes y de la cuantificación en porcentaje en peso de las sales, mientras que para la muestra de destilado se realiza únicamente el análisis cromatográfico

6.2.1.1. Destilación en el laboratorio de muestras de alimento y fondo

Este procedimiento se realiza tanto para la muestra de alimento como para la de fondos.

Se toma una muestra anotando su peso (peso inicial) en el recipiente 1, el cual contiene las sales (cloruro de sodio y glicolato de sodio), agua, metanol y etanol, este se somete a calentamiento hasta que se evapore completamente el agua, el metanol y el etanol presentes, los cuales se condensan y se recuperan en el recipiente 2, tomando su peso (peso destilado), quedando únicamente en el recipiente 1 las sales, anotando así su peso (peso sales).

Para conocer los porcentajes en peso de cada uno de ellos (destilado y sales) se realiza el siguiente cálculo:

$$\% \text{ peso de Sales} = \frac{\text{peso sales}}{\text{peso inicial}} * 100$$

$$\% \text{ peso de destilado} = \frac{\text{peso destilado}}{\text{peso inicial}} * 100$$

Con estas formulas se puede calcular el porcentaje en peso de las sales, las cuales incluye el glicolato de sodio y el cloruro de sodio, y también para el destilado, el cual consta de agua, metanol y etanol; este último es analizado cromatográficamente para detectar los porcentajes de cada componente que hay presentes en él.

6.2.1.2. Análisis cromatográfico

Para lograr realizar las mediciones, es necesario elaborar una muestra estándar, tanto para metanol como para etanol, es decir, obtener una muestra de concentración conocida de estos y conseguir su área cromatográfica para de esta forma confrontarla con las muestras tomadas de la torre de destilación.

Este procedimiento es útil tanto para las muestras de alimento y fondo que se destilaran a nivel de laboratorio, como para la muestra del producto destilado de la torre.

6.2.1.3. Muestra estándar

En la elaboración de estas muestras se toma 0,5 ml de cada solvente y se lleva hasta 25 ml con agua destilada (desmineralizada) y se agita hasta llegar a una completa homogenización.

A continuación se presenta en esta tabla la preparación de las muestras estándar con su respectiva área cromatográfica.

Tabla 9 Elaboración de la muestra estándar para muestras de torre de destilación.

Solvente	Volumen solvente ml	Pureza del solvente	Volumen real Solvente ml	Volumen Agua destilada ml
Metanol	0,5	99%	0,495	24,505
Etanol	0,5	99%	0,495	24,505

A continuación se presenta el modelo de cálculo del porcentaje en peso para el solvente en las muestras estándar.

$$\% \text{ peso del solvente} = \frac{\text{peso solvente}}{\text{peso total muestra}} * 100$$

Tabla 10 Análisis cromatográfico para muestras estándar de la torre de destilación.

Solvente	Densidad solvente gr/ml	Peso real solvente gr	Peso real Agua gr	Peso total muestra gr	Porcentaje peso solvente	Área en el cromatógrafo uV/seg
Metanol	0,791	0,39155	24,505	24,89655	1,5727%	30892,63
Etanol	0,794	0,39303	24,505	24,89803	1,5786%	27152,17

Como ya se tiene la muestra estándar con su respectiva área cromatográfica para cada solvente, se puede conocer la concentración en porcentaje en peso de metanol o etanol presentes en las muestras tomadas en la torre de destilación de la siguiente manera.

$$\% \text{ peso solvente} = \frac{\text{Área de concentración desconocida} * \% \text{ peso del solvente muestra estándar}}{\text{Área muestra estándar del solvente}}$$

Es decir, si se analiza una muestra en el cromatógrafo y arroja un área de 800.000 uV/seg, siendo esta de metanol, su concentración en porcentaje en peso se podría calcular como se muestra a continuación.

$$\% \text{ peso de Metanol en la muestra desconocida} = \frac{800.000 * 1,5727 \%}{30.892,63} = 40,726\%$$

De esta forma se pueden calcular las concentraciones en porcentaje en peso de cada uno de los solventes en todas las muestras tomadas en la torre de destilación, para así lograr empezar con la simulación de esta y tener un punto de partida.

6.2.2. Descripción metodología de la simulación en Aspen Plus

Para la realización de la simulación de la Torre de destilación 1 de la empresa Química AMTEX S.A. se utiliza la herramienta *ASPEN PLUS* Versión 2004.1 de la empresa *Aspen Technology, Inc.*

Debido a que no se tienen todos los datos referentes a la torre de destilación, es necesario comenzar la simulación con un algoritmo llamado *DSTWU*, el cual es menos riguroso que el que finalmente se va a utilizar. Además se selecciona el paquete *ELECTNRTL*, para el cálculo de las propiedades termodinámicas de todos los componentes ("*Carlson*"). Este paquete se elige por la presencia de electrolitos e iones como el sodio, el cloro y el glicolato, en las corrientes.

El algoritmo *DSTWU* permite encontrar parámetros aproximados para la relación de reflujo, plato de alimentación, número mínimo de platos, calores en el condensador y reboiler, entre otros; a partir del ingreso de valores reales de la corriente de entrada y de restricciones para el funcionamiento de la torre. En este caso se ingresan los datos de recuperación en cima para el liviano clave (Etanol: 99.99% en peso) y para el pesado clave (Agua: 10% en peso). Los resultados se presentan en el capítulo de análisis y resultados.

Seguidamente, después de la obtención de los parámetros necesarios, se simula de una manera más rigurosa la torre de destilación, utilizando el algoritmo “*Radfrac*”, el cual se basa en las ecuaciones de “Edmister”. Para este caso también se utiliza el paquete termodinámico *ELECTNRTL*.

Dentro de ésta simulación se asume una caída de presión de 0.1 psi por plato y de 1.5 psi para los intercambiadores de calor (“*Turton*”).

En primera instancia se realiza un caso base, en el cual se encuentran los resultados para la torre trabajando con un flujo de entrada de 7.500 l/hr y el valor de reflujo que entrega la simulación con el algoritmo *DSTWU*.

Posteriormente se simula la torre con un flujo de entrada de 10.000 l/hr, puesto que es el objetivo de este proyecto. Para realizar el análisis pertinente, se plantean simulaciones a diferentes relaciones de reflujo.

Nota:

- La torre realmente trabaja con 23 platos, pero el programa ASPEN Plus siempre toma el condensador y el reboiler como dos etapas adicionales, por lo tanto, la torre cuenta con 25 etapas para todas las simulaciones.
- La palabra “*DUTY*” para estas simulaciones se interpreta como cargas calóricas o requerimientos energéticos.
- El proceso de condensación se realiza con varios intercambiadores de calor y además existe una integración energética entre la corriente de alimento y la de destilado, la cual se observa mejor en el diagrama de proceso de la torre, Anexo B, pero con el fin de facilitar esta simulación se reduce este diagrama (Figura #5) para obtener mejores resultados. Éste procedimiento fue acordado con la empresa.

7. ANALISIS Y RESULTADOS

7.1. ETAPA DE RECUPERACIÓN (EQUIPO CGT)

Al equipo CGT se le realizó un mantenimiento preventivo antes de comenzar a todas las muestras con el fin de generar confiabilidad en los resultados que se presentan más adelante.

7.1.1. Diseño de experimentos

En este proyecto se tomaron muestras a la entrada y a la salida del equipo recuperador de solvente CGT, teniendo como variables de respuesta el porcentaje en peso total de solvente presente en las muestras tanto a la salida como en la entrada, pero teniendo presente que para las muestras de entrada solo afecta una variable, el flujo de alcohol de deshidratación y para las muestras de salida, si se relacionan todas las tres variables, flujo de alcohol de deshidratación, la presión de vapor directo y la abertura de la compuerta.

Luego de varias discusiones se concluyó que la mejor opción para tener una completa relación de los resultados tanto de entrada como de salida y para los dos productos (alta y baja viscosidad), la mejor variable de respuesta para este diseño sería el porcentaje de vaporización, el cual es calculado de la siguiente manera:

El modelo de cálculo de los porcentajes de vaporización de alcohol de las muestras analizadas en el CGT se presenta en la siguiente ecuación, y la totalidad de los cálculos se muestran en el Anexo D.

$$\% \text{ Vaporización} = \frac{\% \text{ peso alcohol peso total Entrada} - \% \text{ peso alcohol peso total Salida}}{\% \text{ peso alcohol peso total Entrada}} * 100$$

7.1.1.1. Producto de alta Viscosidad

A continuación se presentan en la Tabla # 11 los resultados de los ensayos que se realizaron en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.

Tabla 11 Resultados de los ensayos en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.

Combinación	Abertura	Presión vapor	Flujo Alcohol	Porcentaje de
	compuerta	directo	deshidratación	Vaporización
	%	Bar	l/min	%
1	50	2	30	89,14%
1	50	2	30	89,09%
2	50	2	20	71,32%
2	50	2	20	71,01%
3	50	2,5	30	89,35%
3	50	2,5	30	89,77%
4	50	2,5	20	89,65%
4	50	2,5	20	89,69%
5	60	2	30	71,50%
5	60	2	30	70,76%
6	60	2	20	67,66%
6	60	2	20	68,13%
7	60	2,5	30	91,69%
7	60	2,5	30	91,99%
8	60	2,5	20	88,09%
8	60	2,5	20	88,07%

Con el fin de encontrar resultados concretos a los arrojados por el análisis de variables de operación del proceso de recuperación de solvente en el CGT, se desarrolla el análisis del diseño de experimentos por medio del software STATGRAPHICS. Ésta gran herramienta permite detectar diferencias entre el efecto del flujo de alcohol de deshidratación, la presión de vapor directo y la abertura de la compuerta sobre la cantidad de solvente presente en las muestras. La tabla ANOVA parte la variabilidad del “Porcentaje de vaporización” en partes separadas para cada uno de los efectos. Ésta evalúa la significancia estadística de

cada uno de los efectos comparando la media cuadrada contra el estimativo del error experimental. En este caso, cinco efectos tienen *P-values* menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente menores de cero con un nivel de confianza de 95%.

El estadístico R cuadrado determina que el modelo explica un 94,2699% de la variación del “Porcentaje de vaporización”. El estadístico R cuadrado ajustado, el cual es más adecuado para la comparación de modelos con diferentes números de variables independientes, es de 90,4499%, lo cual indica un ajuste muy confiable para el análisis.

El error estándar estimado muestra que la desviación estándar de los residuales es 3,24372. La media del error absoluto (MAE) es 2,28624 y es el promedio de los residuales. La prueba estadística *Durbin - Watson* (DW) evalúa los residuales para determinar si existe alguna correlación en el orden de toma de los datos. Para este caso el valor de DW es de 3,22225 y como el valor DW es mayor que 1.4 no hay probabilidad seria de que exista alguna correlación.

En base a la grafica de *Pareto* reportada por el software STATGRAPHICS, se puede observar que la variable mas significativa para el CGT en las muestras de alta viscosidad es la presión de vapor directo, seguida del flujo de alcohol de deshidratación, sin embargo aunque la combinación entre estas dos variables es significativa, es decir *P-value* menor de 0.05, no es relevante respecto a la presión de vapor directo.

Tabla 12 Análisis de varianza o ANOVA para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de alta viscosidad.

Analysis of Variance for Porc evaporación

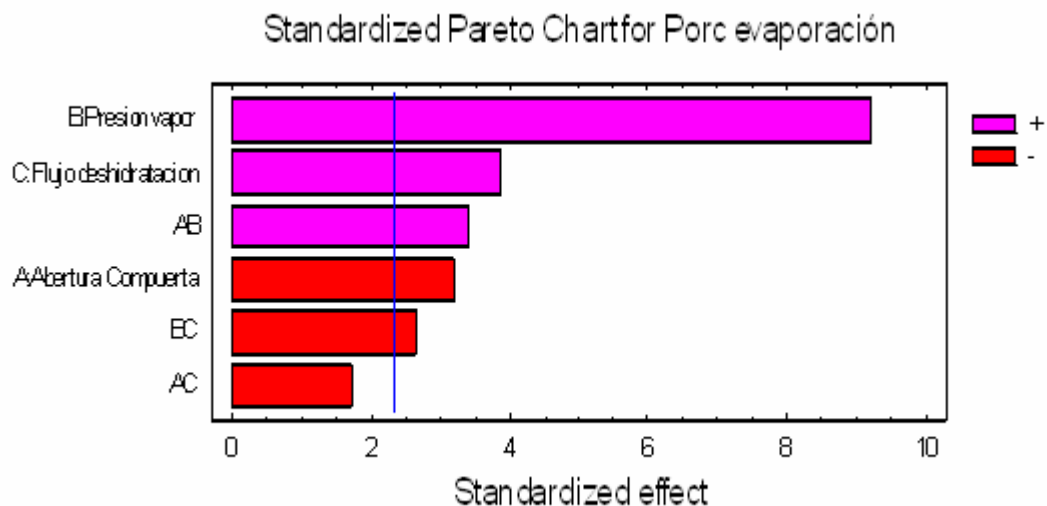
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Abertura Compuerta	105,718	1	105,718	10,05	0,0132
B:Presion vapor	895,386	1	895,386	85,10	0,0000
C:Flujo deshidrataci	157,991	1	157,991	15,02	0,0047
AB	120,481	1	120,481	11,45	0,0096
AC	30,9981	1	30,9981	2,95	0,1244
BC	74,2427	1	74,2427	7,06	0,0290
blocks	0,000728365	1	0,000728365	0,00	0,9936
Total error	84,174	8	10,5217		

Total (corr.)	1468,99	15			

R-squared = 94,2699 percent
R-squared (adjusted for d.f.) = 90,4499 percent
Standard Error of Est. = 3,24372
Mean absolute error = 2,28624
Durbin-Watson statistic = 3,22225 (P=0,0003)
Lag 1 residual autocorrelation = -0,674539

Este diagrama es una interpretación grafica de la tabla ANOVA para obtener una mejor perspectiva.

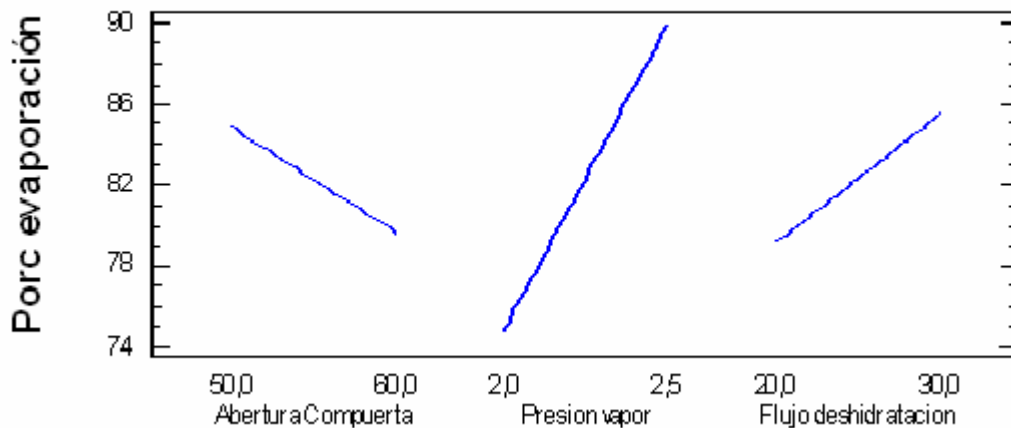
Gráfica # 1 Diagrama de Pareto para productos de alta viscosidad.



En el diagrama de *Pareto* se puede observar cada uno de los efectos estimados en orden de magnitudes decrecientes. La extensión de cada barra es proporcional al efecto estandarizado, el cual es el efecto estimado dividido entre su error estándar. La línea delgada vertical es usada para evaluar cual de los efectos es estadísticamente significativo. Cualquier barra que se atravesase la línea vertical, corresponde al efecto que es estadísticamente significativo con un nivel de confianza del 95%. Como se dijo anteriormente en el análisis de la tabla *ANOVA*, cinco efectos son significativos.

Gráfica # 2 Efectos principales para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de alta viscosidad.

Main Effects Plot for Porc evaporación



La Gráfica # 2 presenta la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” en función de cada factor experimental. En cada gráfica el factor de interés es variado desde su nivel mínimo hasta su nivel máximo, mientras los otros factores son fijados en sus valores promedios, es decir, para la grafica de la izquierda (grafica de Abertura de la compuerta) la cual varia entre 50 y 60%, se puede observar que tanto varia el porcentaje de vaporización debido a algún cambio en la Abertura de la compuerta que se realice.

De esta forma al interpretar la gráfica, se puede determinar que para la variable, abertura de compuerta, al disminuir de nivel se aumenta el porcentaje de vaporización, mientras que para los otros dos factores, presión de vapor directo y flujo de alcohol de deshidratación, al aumentar el nivel se aumenta también el porcentaje de vaporización, esto se ve reflejado en la tabla que se presenta a continuación, la cual muestra los valores óptimos para cada factor.

Para este caso, el objetivo es maximizar la recuperación de solvente en el CGT, representado por la variable “porcentaje de vaporización”.

Tabla 13 Respuesta óptima para los parámetros de operación del CGT para productos de alta viscosidad.

```

Optimize Response
-----
Goal: maximize Porc evaporación

Optimum value = 91,9937

Factor                Low                High                Optimum
-----
Abertura Compuerta   50,0                60,0                50,0
Presion vapor         2,0                 2,5                 2,5
Flujo deshidratacion 20,0                30,0                30,0
  
```

En esta tabla se observan las tres variables que se tomaron en cuenta para el diseño de experimentos en el CGT tanto para alta como para baja viscosidad, con sus respectivos niveles, y con su valor óptimo sugerido por el software STATGRAPHICS.

7.1.1.2. Producto de baja viscosidad

A continuación se presentan en la Tabla # 14 los resultados de los ensayos que se realizaron en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.

Tabla 14 Resultados de los ensayos en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.

Combinación	Abertura compuerta %	Presión vapor directo Bar	Flujo Alcohol deshidratación l/min	%Vaporización (IN-OUT)/IN %
9	50	1	30	74,65%
9	50	1	30	73,97%
10	50	1	20	64,16%
10	50	1	20	64,60%
11	50	1,5	30	58,47%
11	50	1,5	30	59,71%
12	50	1,5	20	69,88%
12	50	1,5	20	70,82%
13	60	1	30	60,78%
13	60	1	30	57,88%
14	60	1	20	78,08%
14	60	1	20	78,18%
15	60	1,5	30	56,27%
15	60	1,5	30	56,67%
16	60	1,5	20	77,46%
16	60	1,5	20	77,55%

De la misma forma en que se calculan los porcentajes de vaporización para los productos de alta viscosidad, se calculan también los de baja viscosidad y sus resultados se presentan en el Anexo E.

De igual forma como se analizaron las muestras para alta viscosidad se realiza para las de baja viscosidad, En este caso, tres efectos tienen *P-values* menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente menores de cero con un nivel de confianza de 95%. El estadístico R cuadrado determina que el modelo explica un 91,1278% de la variación del “Porcentaje de vaporización”. El estadístico R cuadrado ajustado, el cual es más adecuado para la comparación de modelos con diferentes números de variables independientes, es de 85,213%, lo cual indica un ajuste muy confiable para el análisis.

El error estándar estimado muestra que la desviación estándar de los residuales es 3,45926. La media del error absoluto (MAE) es 2,37046 y es el promedio de los residuales. La prueba estadística *Durbin - Watson* (DW) evalúa los residuales para determinar si existe alguna correlación en el orden de toma de los datos. Para este caso el valor de DW es de 1,48725 y como el valor DW es mayor que 1.4 no hay probabilidad seria de que exista alguna correlación.

Tabla 15 Análisis de varianza o ANOVA para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de baja viscosidad.

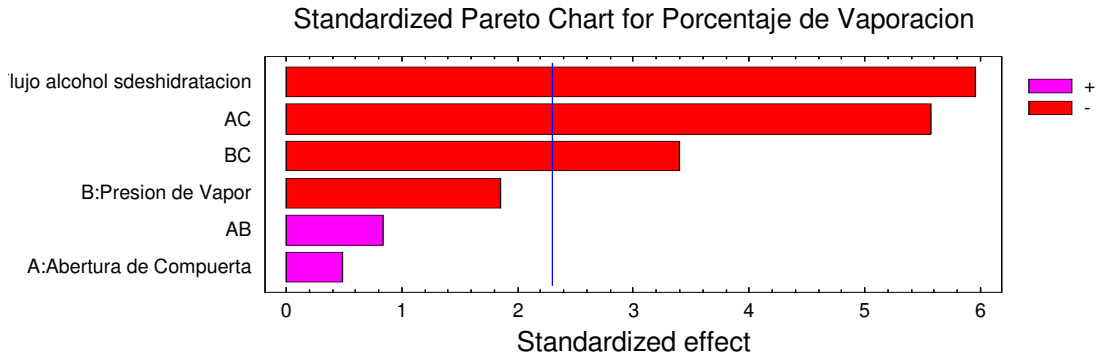
Analysis of Variance for Porcentaje de Vaporacion					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Abertura de Compue	2,72872	1	2,72872	0,23	0,6458
B:Presion de Vapor	40,5997	1	40,5997	3,39	0,1027
C:Flujo alcohol sdes	423,514	1	423,514	35,39	0,0003
AB	8,32604	1	8,32604	0,70	0,4284
AC	370,908	1	370,908	31,00	0,0005
BC	137,193	1	137,193	11,46	0,0096
blocks	0,00938773	1	0,00938773	0,00	0,9783
Total error	95,7319	8	11,9665		

Total (corr.)	1079,01	15			
R-squared = 91,1278 percent					
R-squared (adjusted for d.f.) = 85,213 percent					
Standard Error of Est. = 3,45926					
Mean absolute error = 2,37046					
Durbin-Watson statistic = 1,48725 (P=0,0788)					
Lag 1 residual autocorrelation = 0,224009					

En base a la grafica de *Pareto* reportada por el software STATGRAPHICS, se puede observar que la variable mas significativa para el CGT en las muestras de baja viscosidad es el flujo de alcohol de deshidratación, seguida de la combinación abertura de compuerta - flujo de alcohol de deshidratación y de la combinación presión de vapor directo - flujo de alcohol de deshidratación, sin embargo aunque esta ultima combinación entre estas dos variables es significativa, es decir *P-value* menor de 0.05, no es relevante respecto al flujo de alcohol de deshidratación.

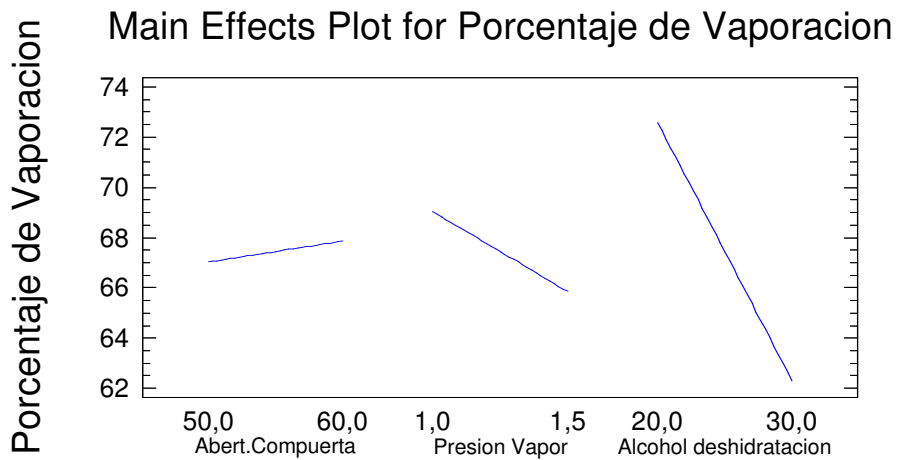
Este diagrama es una interpretación grafica de la tabla *ANOVA* para obtener una mejor perspectiva.

Gráfica # 3 Diagrama de *Pareto* para productos de baja viscosidad.



En el diagrama de *Pareto* se puede observar cada uno de los efectos estimados en orden de magnitudes decrecientes. La línea delgada vertical es usada para evaluar cual de los efectos es estadísticamente significativo. Cualquier barra que atravesase la línea vertical, corresponde al efecto que es estadísticamente significativo con un nivel de confianza del 95%. Como se dijo anteriormente en el análisis de la tabla *ANOVA*, tres efectos son significativos.

Gráfica # 4 Efectos principales para la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” para productos de baja viscosidad.



La gráfica # 4 presenta la variable de respuesta “Porcentaje de vaporización” en función de cada factor experimental. En cada gráfica el factor de interés es variado desde su nivel mínimo hasta su nivel máximo, mientras los otros factores son fijados en sus valores promedios.

De esta forma al interpretar la grafica, se puede determinar que para la variable, abertura de compuerta, al aumentar su nivel se aumenta el porcentaje de vaporización, mientras que para los otros dos factores, presión de vapor directo y flujo de alcohol de deshidratación, al disminuir el nivel se aumenta también el porcentaje de vaporización, esto se ve reflejado en la tabla que se presenta a continuación, la cual muestra los valores óptimos para cada factor.

Para este caso, el objetivo es maximizar la recuperación de solvente en el CGT, representado por la variable “porcentaje de vaporización”.

Tabla 16 Respuesta óptima para los parámetros de operación del CGT para productos de baja viscosidad.

```

Optimize Response
-----
Goal: maximize Porcentaje de Vaporacion

Optimum value = 79,8737

Factor                Low                High                Optimum
-----
Abertura de Compuert 50,0                60,0                60,0
Presion de Vapor      1,0                 1,5                 1,5
Flujo alcohol sdeshi 20,0                30,0                20,0
  
```

En esta tabla se observan las tres variables que se tomaron en cuenta para el diseño de experimentos en el CGT tanto para alta como para baja viscosidad, con sus respectivos niveles, y con su valor óptimo sugerido por el software STATGRAPHICS.

7.2. ETAPA DE PURIFICACION DE SOLVENTE (Torre de destilación)

Se debe tener en cuenta que cuando se habla de sales, estas incluyen cloruro de sodio y glicolato de sodio; y cuando se habla de destilado en las muestras destiladas a nivel de laboratorio de las tomadas en la torre, las cuales son alimentación y fondos, estas constan de agua, metanol y etanol.

Luego de la destilación a nivel de laboratorio de las muestras de alimentación y fondos tomadas en la torre y de los análisis cromatográficos de estos, además del de la muestra del producto destilado de la torre, se obtienen los siguientes resultados.

Tabla 17 Porcentaje en peso a partir del área cromatográfica obtenida y la comparación con las muestras estándar.

Muestra	METANOL		ETANOL	
	Área	% peso	Área	% peso
Estándar	30.892,63	1,5727	27.152,17	1,5786
Alimento (*)	1.156.420,74	58.845	133.073,74	7.739
Fondo (*)	365,53	0,0186	0	0
Destilado	1.522.652,81	77,482	137.455,93	7,993

(*) Son los análisis del producto de la destilación a nivel de laboratorio.

Tabla 18 Cálculo de los porcentajes en peso de los diferentes componentes, a partir de los datos obtenidos en el análisis cromatográfico (Tabla # 17)

Muestra	Peso inicial total gr	Peso Sales gr	Peso destilado gr	% peso Sales	% peso Metanol	% peso Etanol	% peso Agua
Alimento	68,95	3,64	65,31	5,28%	55,74%	7,33%	31,65%
Fondo	54,68	3,86	50,82	7,06%	0,017%	0%	92,92%
Destilado	N/A	N/A	N/A	0 %	77,48%	7,99%	14,53%

7.2.1. Resultados de la simulación

Para todas las simulaciones se usan los mismos valores de composiciones de los componentes para la alimentación de la torre, y estos se muestran en la Tabla #19. Del porcentaje total de sales (5,28%) se toma el 70% como cloruro de sodio y el 30% restante como glicolato de sodio. Ésta proporción es dada por los ingenieros de la empresa.

A continuación se presenta en la Figura #5 el diagrama del proceso de destilación para la simulación de la torre en *ASPEN Plus*, definiendo sus corrientes y equipos.

Figura # 5 Diagrama de la simulación de la torre de destilación en el software *ASPEN Plus*.

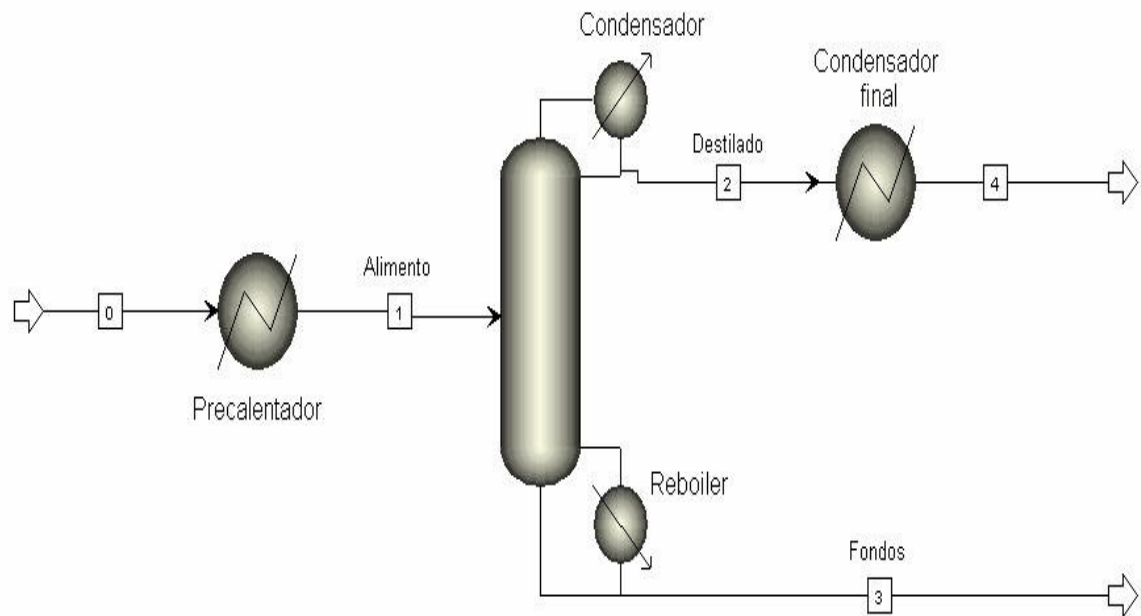


Tabla 19 Valores constantes para todas las simulaciones.

Composiciones de entrada a la torre (porcentaje en peso)	
• Metanol	55.73%
• Etanol	7.33%
• Agua	31.66%
• Na +	1.825%
• Cl -	2.242%
• Glicolato -	1.213%
Presiones	
• Corriente 0	16.3 psi
• Corriente 1	14.8 psi
• Corriente 2	13.9 psi
• Corriente 3	13.9 psi
• Corriente 4	12.4 psi
• Atmosférica	12.4 psi
Temperaturas	
• Corriente 0	30°C
• Corriente 1	60°C
• Corriente 4	41°C
Número de etapas	25

7.2.1.1. Algoritmo *DSTWU* (caso base)

Para este algoritmo se ingresan los valores presentados en la Tabla 19 además de las siguientes restricciones:

- Flujo de alimentación 7.500 l/hr
- Recuperación en la cima del clave liviano (Etanol): 99.99%
- Recuperación máxima en la cima del clave pesado (Agua): 10.0 %

Esta recuperación máxima del pesado clave (agua) por la cima, es debido a que la torre de destilación # 1 de la empresa Química AMTEX S.A. realmente destila con un valor aproximado a éste en planta, por lo que se hizo necesario esta restricción en la simulación, con el fin de que esta se asemeje lo mas posible a la realidad.

Los resultados entregados por la simulación con el algoritmo *DSTWU*, teniendo en cuenta que es el caso base, se presentan a continuación.

Tabla 20 Resultados simulación con el paquete *DSTWU* para el caso base.

Relación mínima de reflujo:	0,25109721	
Relación actual de reflujo:	0,30375784	
Mínimo número de etapas:	7,38561133	
Número actual de etapas:	25	
Etapas de alimentación:	8,3674107	
Número actual de etapas por encima de la alimentación:	7,3674107	
Calor requerido en el reboiler:	6524,37726	MJ/hr
Enfriamiento requerido en el condensador:	6174,54109	MJ/hr
Temperatura en el destilado:	63,2062471	C
Temperatura de la corriente de fondos:	103,18582	C
Flujo molar destilado / Flujo molar alimento:	0,54367931	

Datos como el plato de alimentación, la relación de los flujos molares entre el destilado y el alimento, y las temperaturas de destilado y fondos, se aproximan en gran medida a los valores reales tenidos en planta. Debido a que el caso base es una representación cercana a la realidad, se procede a realizar la simulación del caso base rigurosamente mediante el algoritmo *Radfrac*.

Una de las principales metas de esta simulación es encontrar la relación de reflujo en la torre, debido que la empresa no tiene cuantificado este valor, por lo que para las siguientes simulaciones en “*Radfrac*” se tomará este valor y el flujo molar del destilado / Flujo molar alimento, como parámetros fijos en dichas simulaciones.

En el Anexo F se presentan resultados adicionales.

7.2.1.2. Algoritmo *Radfrac* (caso base)

Para este algoritmo se ingresan los valores presentados en la Tabla 19 además de las siguientes restricciones:

- Flujo de alimentación 7.500 l/hr
- Relación de reflujo 0.3037
- Flujo molar destilado / Flujo molar alimento: 0.5436

Los resultados entregados por la simulación con el algoritmo *Radfrac*, teniendo en cuenta que es el caso base, se presentan a continuación en las Tablas 21,22 y 23.

Tabla 21 Resultados simulación con el paquete *Radfrac* para el caso base.

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% peso	Kg/h	% peso	Kg/h	% peso
METANOL	3612,92	55,73%	3612,91	84,213%	0,018	0,00081%
ETANOL	475,20	7,33%	471,00	10,978%	4,20	0,19147%
AGUA	2052,49	31,66%	206,29	4,808%	1846,20	84,197%
NA+	118,31	1,82%	0,00	0%	118,31	5,396%
CL-	145,35	2,24%	0,00	0%	145,35	6,629%
GLICOLATO	78,64	1,21%	0,00	0%	78,64	3,586%
Flujo Total (kg/h)	6482,91	100%	4290,19	100%	2192,71	100%
Temperatura (°C)	60,0		41,0		101,37	

Al comparar estos resultados con los reales, reportados en la Tabla 18, se puede observar, según los parámetros con los que trabaja la torre, que teóricamente ésta debería producir una corriente de destilado con porcentajes de alcoholes mayor (95% aproximadamente), a diferencia de los valores reales que oscilan entre el 85% y el 90%; estos porcentajes son para la suma de las composiciones de los alcoholes en la corriente del destilado.

Además cabe anotar que una de las restricciones expresada por la empresa, es que en los fondos solo debe salir como máximo, en la suma de las composiciones

de los dos alcoholes, un porcentaje en peso de 0.1%. Para el caso del *DSTWU*, basado en los mismos parámetros de simulación, si se cumple ésta restricción; mientras que para éste caso (*Radfrac*) no se cumple, debido a la rigurosidad del algoritmo. Por este motivo se plantea más adelante el desarrollo de varios casos de estudio, con el fin de encontrar el reflujo adecuado, para cumplir los requerimientos exigidos por la empresa.

Tabla 22 Porcentajes de recuperación por componente en las corrientes de salida de la torre.

	Recuperación	
	(Destilado / Alimento)	(Fondo / Alimento)
METANOL	99,9995%	0,000495%
ETANOL	99,116%	0,884%
AGUA	10,051%	89,949%
NA+	0,000%	100,000%
CL-	0,000%	100,000%
GLICOLATO	0,000%	100,000%

De acuerdo a los porcentajes de recuperación, se observa que son representativos y los deseables, según las necesidades de la empresa y de cualquier destilación.

El proceso de simulación también arroja resultados concernientes a los flujos principales de la torre, así como las cargas calóricas necesarias en el condensador y el reboiler, y se presentan a continuación.

Tabla 23 Datos generales para los diferentes equipos presentes en el sistema de destilación.

	PRECALENTADOR	REBOILER	CONDENSADOR	CONDENSADOR FINAL
Temperatura (°C)	60	101,21	65,74	41
Duty (MJ/h)	648,51	6722,35	6338,32	365,46
Duty (Kg vapor/h)		3014,16		
Duty (Kg. agua/h)				4597,21
Flujo de fondos (l/hr)		2150,65		
Presión (psi)	14,79			12,39
Flujo de destilado (l/hr)			5349,34	
Reflujo (l/hr)			1624,59	
Relación de reflujo			0,3037	

En la tabla anterior se presentan los resultados de las cargas calóricas tanto para el reboiler como para el condensador final. La empresa requiere estos valores en kilogramos de vapor por hora (Reboiler) y en kilogramos de agua de enfriamiento por hora (condensador final) puesto a partir de éstas unidades pueden compararse más fácilmente los datos que obtienen en planta, y realizar ajustes y estudios posteriores. Los cálculos para la conversión de las cargas calóricas, se presentan en el Anexo G.

7.2.1.3. Algoritmo *Radfrac* (casos de estudio)

Según se comenta anteriormente, una de las fines prioritarios de este estudio a través de la simulación de la torre, es encontrar valores o parámetros adecuados para el funcionamiento de ésta, cumpliendo con ciertas restricciones planteadas por los ingenieros. A partir de ésta premisa, se considera pertinente realizar varias corridas con diferentes relaciones de reflujo, garantizando un flujo de entrada de 10.000 l/h y que la composición de alcoholes en el fondo no sea mayor de 0.1%.

Para este algoritmo se ingresan los valores presentados en la Tabla 19 además de las siguientes restricciones:

- Flujo de alimentación 10.000 l/hr
- Flujo molar destilado / Flujo molar alimento: 0.5436

Para este estudio se plantearan varias simulaciones a diferentes relaciones de reflujo, las cuales se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 24 Casos de estudio en algoritmo Radfrac a diferentes valores de reflujo.

Número de simulación	Relación de reflujo
1	0.0001
2	0.15
3	0.3037
4	0.35
5	0.50
6	0.75
7	0.95

En el Anexo H se muestran todos los resultados completos para cada una de dichas simulaciones, y en las Tablas 25, 26 y 27 se presenta una comparación de los factores (variables) más importantes para el estudio y análisis de estas simulaciones.

Tabla 25 Comparación de temperaturas y porcentajes en peso en fondos de alcoholes para todas las simulaciones a diferente relación de reflujo.

Relación Reflujo	Reflujo l/hr	% Peso fondos		Temperatura °C Reboiler	Temperatura °C Destilado
		Metanol	Etanol		
0,0001	0,6786	4,89%	8,84%	94,41	66,8
0,15	1041,08	0,130%	7,28%	98,84	66,16
0,3037	2166,14	0,0008%	0,189%	101,36	65,89
0,35	2497,88	0,0100%	0,0209%	101,28	65,74
0,5	3568,62	0,00002%	0,0038%	101,43	65,89
0,75	5352,99	0,000006%	0,0011%	101,43	65,89
0,95	6780,47	0,000003%	0,0006%	101,43	65,89

La empresa Química AMTEX S.A ha realizado varias investigaciones con otras empresas y siempre se ha concluido que la mejor temperatura en los fondos para la torre de destilación es aproximadamente 102°C. Según los resultados del presente estudio, la torre debería trabajar con una relación de reflujo mayor de 0.3037.

Según el algoritmo *DSTWU*, el cual sugiere una relación de reflujo de 0.3037 debido a que cumple con las restricciones (porcentaje en peso de alcoholes en el fondo menor de 0.1%), pero que para el caso de “Radfrac” no se cumple debido a que este valor es 0.1898%, se plantea la simulación a varias relaciones de reflujo cercanas a 0.3037 para encontrar un adecuado valor de reflujo, el cual luego de varias simulaciones se recomienda a 0.35. Las simulaciones de aproximación, no se plasman en el trabajo, puesto que el fin de éste es mostrar sólo las condiciones de operación a las que trabajaría la torre, contando con un valor de reflujo adecuado.

Tabla 26 Comparación de los Duty (cargas energéticas) para el Reboiler y el condensador final entre las diferentes relaciones de reflujo.

Relación Reflujo	Duty MJ/h Reboiler	Duty Kg.vapor/hr	Duty MJ/h	Duty Kg.agua/hr
		Reboiler	Condensador final	Condensador final
0,0001	7017,42	3146,46	491,81	6186,60
0,15	7977,45	3576,91	485,16	6102,95
0,3037	8963,09	4018,85	487,28	6129,62
0,35	9262,92	4153,29	487,33	6130,25
0,5	10235,18	4589,23	487,33	6130,25
0,75	11855,66	5315,82	487,33	6130,25
0,95	13152,05	5897,09	487,33	6130,25

Se observa que a medida que aumentan las relaciones de reflujo aumentan también las cargas calóricas (Duty) para el reboiler, mientras que para el condensador final no afecta significativamente, debido a que la temperatura de salida de la corriente del condensador de la torre siempre está para todas las

simulaciones entre 65-66°C y se debe enfriar hasta 41°C aproximadamente, por lo que para cada caso este siempre trabaja casi a las mismas condiciones.

Como se puede observar en el Anexo B, la corriente de alimentación, aumenta su temperatura de 30°C a 60°C, intercambiando calor en el HE-101 (antes de entrar a la torre) con la corriente de destilado que sale como vapor de la torre, enfriando el vapor destilado de 70 a 65°C. Ésta integración energética es muy compleja para realizarla en *ASPEN Plus* por lo que se opta, con el consentimiento de la empresa, realizar este calentamiento para la corriente de entrada con un intercambiador de calor (precalentador) aparte y el enfriamiento del vapor que sale de la torre con un condensador (condensador de la torre) aparte.

Debido a estos cambios, se realiza el cálculo del requerimiento de energía neto (diferencia de Duty) para el intercambio de calor entre estas 2 corrientes (alimento y destilado), el cual se presenta en la Tabla # 27.

Tabla 27 Comparación de los Duty (cargas energéticas) para el precalentador y el condensador de la torre entre las diferentes relaciones de reflujo.

Relación Reflujo	Duty MJ/hr Precalentador	Duty MJ/hr Condensador	Duty MJ/hr Neto
0,0001	864,68	6537,82	5673,14
0,15	864,68	7473,93	6609,25
0,3037	864,68	8451,06	7586,38
0,35	864,68	8750,68	7886,00
0,5	864,68	9722,93	8858,25
0,75	864,68	11343,41	10478,73
0,95	864,68	12639,79	11775,11

Revisando las dos tablas anteriores, se nota como los valores para los Duty en los diferentes equipos de intercambio varían con el aumento de la relación de reflujo, sin embargo, los resultados a partir de la relación de 0.3037 no varían significativamente respecto a los porcentajes en peso de los diferentes componentes en las corrientes de salida de la torre.

7.2.2. Comparación de las simulaciones del caso base respecto al caso objetivo

En este caso, el denominado caso base, como se ha nombrado anteriormente, es la simulación en *Radfrac* con un flujo de alimentación de 7.500 l/h y una relación de reflujo de 0.3037; y el caso de estudio objetivo se denomina a la simulación con un flujo de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0.3037.

A continuación se presentan los valores mas relevantes a comparar entre los resultados de las dos simulaciones.

Tabla 28 Comparación de los resultados para el caso base y el caso objetivo.

Variable	Caso		Unidades
	Base	Objetivo	
Reflujo	1624,59	2166,14	l/h
% Peso en fondos	0,0008%	0,0008%	Metanol
	0,189%	0,191%	Etanol
Temperaturas	101,21	101,36	Reboiler (°C)
	65,74	65,89	Destilado (°C)
Duty Reboiler	6722,35	8963,09	(MJ/h)
	3014,16	4018,85	(Kg vapor / h)
Duty condensador final	365,46	487,28	(MJ/h)
	4597,21	6129,62	(Kg agua / h)
Duty Precalentador	648,51	864,68	(MJ/h)
Duty Condensador	6338,32	8451,06	(MJ/h)
Duty Neto	5689,81	7586,38	(MJ/h)

Las diferencias más significativas estarían representadas en el consumo de utilities, es decir, consumo de vapor de agua para el reboiler y de agua de enfriamiento para el condensador final, además de los consumos energéticos requeridos en el precalentador y en el condensador. Se puede observar que con respecto a porcentajes de alcohol en la composición de los fondos la diferencia es mínima, y corrobora la idea general del proyecto, el cual se encamina a buscar los

parámetros de funcionamiento de la torre para destilar un mayor flujo de entrada, debido a que la torre ésta diseñada para destilar 12.000 l/h.

7.2.3. Análisis del reflujo

Después de realizadas todas las simulaciones, casos base y casos de estudio; y sus debidos análisis, se puede hacer un balance general de la influencia de la variable “Relación de reflujo” en el comportamiento y funcionamiento de la torre de destilación de la empresa Química AMTEX S.A.

Como se plantea anteriormente, la relación de reflujo no es medida, cuantificada ni controlada en planta; ni se le ha dado la importancia requerida a su papel final dentro un sistema de destilación.

A través de las simulaciones se observa que el reflujo afecta el comportamiento de la torre en los siguientes puntos:

- La temperatura del reboiler, aumenta proporcionalmente con el reflujo y se estabiliza cuando éste pasa de un valor aproximado a 0.3.
- Las composiciones de las corrientes de salida para los diferentes componentes varían a reflujos menores de 0.3; sin embargo a relaciones de reflujo mayores las diferencias son insignificantes.
- La carga calórica del condensador aumenta proporcionalmente con la relación de reflujo.
- El calor requerido en el reboiler aumenta con el incremento de la relación de reflujo.

Según estos comportamientos se puede recomendar, desde el punto de vista técnico y económico, que la torre debe trabajar con una relación de reflujo que permita que se obtengan las composiciones deseadas en las corrientes de salida de la torre, y que a su vez requiera la menor cantidad de energía posible para los intercambios de calor presentes en el sistema de destilación. Aunque una

simulación no representa el comportamiento exacto de una planta, puede dar un punto de partida para mejorar parámetros de operación. En este caso, el estudio muestra que un valor de relación de reflujo aproximado a 0.35 (2497,88 l/h) podría “idealmente” cumplir los requisitos demandados por los ingenieros de la empresa. En los Anexo H y en el Anexo I, se presentan datos adicionales para el funcionamiento simulado de la torre con una relación de reflujo de 0.35 y un flujo de entrada de 10.000 l/h.

7.3. COMPARACIÓN DE RESULTADOS CON LA FASE 1 DEL PROYECTO

Como se explica anteriormente, la Fase 1 es un proyecto de investigación realizado por dos estudiantes (Araque y Maldonado) en la empresa Química AMTEX S.A. en el año 2003, con el fin de analizar los procesos de recuperación y purificación de solvente.

Para realizar comparaciones entre los resultados de la Fase 1 y los del actual proyecto, es preciso aclarar que los criterios de trabajo no son exactamente los mismos. En primera instancia, a diferencia de la Fase 1, este proyecto solo realiza un diseño de experimentos para el equipo CGT, y una simulación en computador para la torre de destilación. Mientras que en la Fase 1 se realizó un diseño de experimentos para cada equipo.

Además, dentro del diseño de experimentos realizado para el CGT, se seleccionaron diferentes factores y/o niveles a estudiar. La diferencia más importante, es que se planteó un estudio por separado tanto para el producto de alta viscosidad como para baja viscosidad, mientras que en la Fase 1, la viscosidad se tomó como un factor, lo cual se considera poco conveniente, debido

a que ésta variable no es controlable por la empresa, ya que se produce alta viscosidad o baja viscosidad según las especificaciones y/o pedido del cliente.

Por lo tanto es más ventajoso realizar una evaluación por separado para cada tipo de producto (alta o baja viscosidad) y encontrar unos mejores parámetros de operación para cada uno.

Se muestra a continuación los factores con sus respectivos niveles tomados por la fase 1.

Tabla 29 Muestras con sus respectivos factores y niveles tomados por la Fase 1.

Muestra	Flujo de alcohol de lavado l/min	Presión De vapor Bar	Viscosidad de la CMC Cps
1	40	1,0	1000,0
2	65	0,5	100,0
3	40	0,5	100,0
4	65	1,0	100,0
5	65	0,5	1000,0
6	40	1,0	100,0
7	40	0,5	1000,0
8	65	1,0	1000,0
9	40	1,0	100,0
10	65	1,0	100,0
11	40	0,5	100,0
12	40	1,0	1000,0
13	65	1,0	1000,0
14	65	0,5	100,0
15	40	0,5	1000,0
16	65	0,5	1000,0

La siguiente tabla muestra los factores con sus respectivos niveles tomados para el actual proyecto.

Tabla 30 Muestras con sus respectivos factores y niveles tomados por el actual proyecto.

Combinación	Viscosidad	Abertura compuerta %	Presión vapor directo bar	Flujo de alcohol de deshidratación l/min
1	Alta	50	2	30
2	Alta	50	2	20
3	Alta	50	2,5	30
4	Alta	50	2,5	20
5	Alta	60	2	30
6	Alta	60	2	20
7	Alta	60	2,5	30
8	Alta	60	2,5	20
9	Baja	50	1	30
10	Baja	50	1	20
11	Baja	50	1,5	30
12	Baja	50	1,5	20
13	Baja	60	1	30
14	Baja	60	1	20
15	Baja	60	1,5	30
16	Baja	60	1,5	20

Los resultados obtenidos para la fase 1, se muestran a continuación, habiendo que separarlos por producto, con el fin de realizar una buena comparación entre estos, debido a que este proyecto tomo el tipo de viscosidad como una variable y que para el caso del presente proyecto se realiza el análisis por separado.

Tabla 31 Resultados de los análisis de la Fase 1 en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.

Muestras ALTA	%Peso Entrada	%Peso Salida	% Vaporización %Peso
1	14,187	5,067	64,28%
5	14,691	2,673	81,81%
7	15,228	6,938	54,44%
8	10,969	1,690	84,59%
12	14,380	5,840	59,39%
13	12,302	2,154	82,49%
15	16,196	8,967	44,63%
16	15,028	3,448	77,06%

Tabla 32 Resultados de los análisis de la Fase 1 en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.

Muestras BAJA	%Peso Entrada	%Peso Salida	% Vaporización %Peso
2	11,496	8,986	21,83%
3	12,128	7,563	37,64%
4	11,450	3,186	72,17%
6	10,534	2,714	74,24%
9	11,854	3,291	72,24%
10	16,505	3,056	81,48%
11	15,421	8,453	45,19%
14	16,063	6,422	60,02%

Como se puede observar para ambos productos, este porcentaje de vaporización es muy cambiante, lo cual indica que la variación entre los diferentes factores si influye en la recuperación del solvente. Los resultados obtenidos para los productos de alta viscosidad en el actual proyecto se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 33 Resultados de los análisis del actual proyecto en el equipo CGT para productos de alta viscosidad.

Combinación	Entrada Solvente %p/p	Salida Solvente %p/p	Porcentaje vaporización %
1	20,17%	2,19%	89,12%
1	20,16%	2,20%	89,07%
2	18,27%	5,24%	71,30%
2	18,18%	5,27%	71,00%
3	19,16%	2,04%	89,37%
3	18,96%	1,94%	89,77%
4	16,71%	1,73%	89,66%
4	16,58%	1,71%	89,67%
5	17,79%	5,07%	71,49%
5	17,68%	5,17%	70,78%
6	17,53%	5,67%	67,66%
6	17,54%	5,59%	68,12%
7	21,19%	1,76%	91,69%
7	21,23%	1,70%	92,01%
8	14,52%	1,73%	88,11%
8	14,67%	1,75%	88,06%

Las combinaciones que se repiten indican su respectiva replica, y se observa que en cada una hay poca variación con su replica, pero en los diferentes tipos de combinaciones si existen diferencias y se logra observar que algunas combinaciones recuperan mas solvente que otras.

Los resultados obtenidos para los productos de baja viscosidad en el actual proyecto se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 34 Resultados de los análisis del actual proyecto en el equipo CGT para productos de baja viscosidad.

Combinación	Entrada Solvente	Salida Solvente	Porcentaje vaporización
	%p/p	%p/p	%
9	39,22%	9,94%	74,65%
9	37,73%	9,82%	73,98%
10	32,14%	11,52%	64,14%
10	32,06%	11,35%	64,60%
11	34,24%	14,22%	58,47%
11	34,82%	14,03%	59,72%
12	27,32%	8,23%	69,89%
12	27,07%	7,90%	70,82%
13	40,36%	15,83%	60,79%
13	37,20%	15,67%	57,88%
14	47,41%	10,39%	78,08%
14	47,61%	10,39%	78,19%
15	36,14%	15,66%	56,66%
15	33,98%	14,86%	56,25%
16	29,06%	6,55%	77,46%
16	28,77%	6,46%	77,56%

Para el caso de los productos de baja viscosidad, se pierde mas solvente, es decir, se presenta menos recuperación de este (porcentaje de vaporización) por lo que se confirma con los resultados obtenidos en la Fase 1, lo cual afirma que cuando en la empresa Química AMTEX S.A. procesan productos de baja

viscosidad se pierde mas alcohol que en la producción de productos de alta viscosidad.

Debido a los cambios (paramétricos y/o topológicos) en el equipo que se han realizado en el transcurso del tiempo, luego de la culminación del anterior proyecto (Fase 1), se observa según los resultados obtenidos en el actual proyecto que se ha aumentado el porcentaje de vaporización, lo cual demuestra que estas variaciones si han sido útiles y se está recuperando mas alcohol.

Comparando los porcentajes de vaporización para los valores óptimos de cada proyecto, se observa que el resultado del actual proyecto (89,77% para la combinación # 3) es mayor que el reportado por la fase 1 (84,59% para la combinación # 8), es decir, que este proyecto puede plantear una mejora en el proceso con un efecto positivo de por lo menos un aumento en la recuperación de solvente del 5%, equivalentes a un ahorro de 24 millones de pesos mensuales aproximadamente (según cálculos de los ingenieros de la empresa).

7.4. BALANCE DE MASA EQUIPO CGT

Para una mejor comprensión del trabajo de recuperación de solvente que realiza el equipo CGT, se plantea un balance de masa para el mismo, con el fin de mostrar las composiciones y flujos por componentes y totales que intervienen en éste.

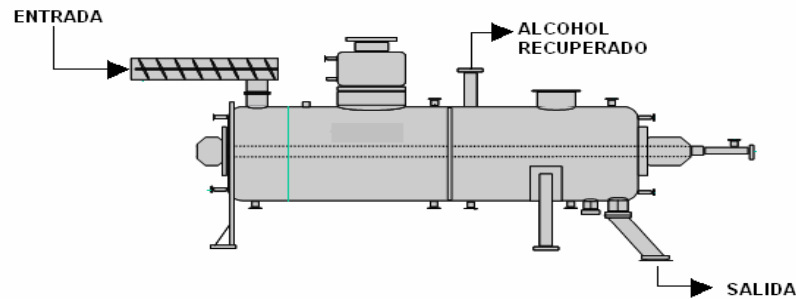
La elaboración de este balance cuenta con datos suministrados por la empresa y algunos de ellos se obtienen como resultado de los análisis hechos mediante cromatografía para el diseño de experimentos en el CGT.

El balance que se presenta finalmente (Tabla #35), se realiza con los datos de composiciones obtenidos para la combinación #3 del diseño de experimentos para productos de alta viscosidad, puesto que ésta combinación corresponde a la respuesta óptima sugerida por el software STATGRAPHICS (Tabla #13), es decir,

una abertura de compuerta del 50%, una presión de vapor directo de 2.5 bar y un flujo de alcohol de deshidratación de 30 l/min.

A continuación se presenta un esquema general del equipo recuperador CGT.

Figura # 6 Diagrama general del equipo recuperador de solvente CGT



El balance de masa se realiza a partir de ecuaciones tanto para el balance general de las corrientes, como para balances por componente:

$$F_{ENTRADA} = F_{SALIDA} + F_{ALCOHOL\ RECUPERADO}$$

$$F_{ENTRADA} X_{i,ENTRADA} = F_{SALIDA} X_{i,SALIDA} + F_{ALCOHOL\ RECUPERADO} X_{i,ALCOHOL\ RECUPERADO}$$

$$f_{i,ENTRADA} = f_{i,SALIDA} + f_{i,ALCOHOL\ RECUPERADO}$$

Siendo F flujo total de la corriente, i denota cada uno de los componentes y f el flujo de cada componente.

Tabla 35 Balance de masa para el equipo CGT.

		ENTRADA	SALIDA	ALCOHOL RECUPERADO
Porcentaje en peso	Metanol	13,01%	1,94% (*)	57,29%
	Etanol	5,96%	0,00% (*)	29,80%
	Agua	33,03%	38,06% (*)	12,91%
	CMC	48,00%	60,00% (*)	0,00%
Flujo másico por componente (Kg/h)	Metanol	182,14	21,73	160,41
	Etanol	83,44	0	83,44
	Agua	462,42	426,27	36,15
	CMC	672	672	0
Flujo másico total (Kg/h)		1400	1120 (*)	280
% Humedad en la CMC		52% (*)	40% (*)	N/A

(*): Valores suministrados por la empresa y obtenidos en el análisis cromatográfico.

8. CONCLUSIONES

- La empresa Química AMTEX S.A. en la producción de carboximetilcelulosa de sodio (CMC) de baja viscosidad pierde mucho mas solvente que en la producción de CMC de alta viscosidad, por lo que se confirman los resultados obtenidos en la fase 1, además afirma lo que los ingenieros de la empresa tienen estimado respecto a la recuperación de solvente debido a la elaboración de cada producto.
- Gracias a la selección de factores para el diseño de experimentos en el equipo de recuperación de solvente CGT, se puede confirmar los indicios que los ingenieros de planta tienen respecto a la variable “flujo de alcohol de deshidratación”, ya que estos creen que es muy influyente en la recuperación del solvente, pero no se sabe con exactitud el mejor punto de operación para el proceso, y debido a esta investigación se recomienda que el mejor punto de operación para productos de baja viscosidad es 20 litros por minuto (l/min) y para productos de alta viscosidad 30l/min.
- Dentro del análisis del diseño de experimentos para el CGT, se puede observar que para productos de alta viscosidad la variable mas influyente es la presión de vapor directo, seguida en menor grado del flujo de alcohol de deshidratación y de la abertura de la compuerta; mientras que para productos de baja viscosidad la variable mas influyente es el flujo de alcohol de deshidratación y las otras dos restantes variables no tienen una influencia significativa.
- Para el diseño de experimentos en el CGT, se seleccionan factores y/o niveles a estudiar diferentes a los de la Fase 1. Se plantea un estudio por separado tanto para el producto de alta viscosidad como para el de baja

viscosidad, a diferencia del proyecto anterior (*Araque y Maldonado*), donde la viscosidad se toma como un factor, lo cual se considera poco conveniente, debido a que ésta variable no es controlable por la empresa. Por lo tanto es más ventajoso realizar una evaluación por separado para cada tipo de producto (alta o baja viscosidad) y encontrar unos mejores parámetros de operación para cada uno.

- Comparando los porcentajes de vaporización para los valores óptimos de cada proyecto, se observa que el resultado del actual proyecto (89,77% para la combinación # 3) es mayor que el reportado por la fase 1 (84,59% para la muestra # 8), es decir, que éste proyecto puede plantear una mejora en el proceso con un efecto positivo de por lo menos un aumento en la recuperación de solvente del 5%, equivalentes a un ahorro de 24 millones de pesos mensuales aproximadamente (según cálculos de los ingenieros de la empresa).
- Según el análisis en el software STATGRAPHICS para la recuperación de solvente en el CGT, se obtuvo que para productos de alta viscosidad el mejor punto de operación es: Abertura de la compuerta 50%, presión de vapor directo 2,5 Bar y flujo de alcohol de deshidratación 30 l/min y para productos de baja viscosidad el mejor punto de operación es: Abertura de la compuerta 60%, presión de vapor directo 1,5 Bar y flujo de alcohol de deshidratación 20 l/min.
- A través del desarrollo de varias simulaciones en estado estable, se modela de manera aproximada el comportamiento de la torre de destilación y se predice su funcionamiento bajo la modificación de la variable relación de reflujo. De ésta manera también se confirman algunos datos suministrados por los ingenieros de la empresa.

- Durante el desarrollo del proyecto de investigación, en acuerdo con la empresa, se plantea realizar las diferentes simulaciones tomando en cuenta la modificación de una variable paramétrica, como lo es la relación de reflujo, la cual hasta el momento no ha sido medida ni tomada en cuenta para su influencia en el proceso de destilación. Debido a éste requerimiento se opta por no realizar en este trabajo estudios bajo cambios topológicos.
- Desde el punto de vista técnico y económico, la torre debe trabajar con una relación de reflujo que permita que se obtengan las composiciones deseadas en las corrientes de salida de la torre, y que a su vez requiera la menor cantidad de energía posible para los intercambios de calor presentes en el sistema de destilación. En este caso, el estudio muestra que un valor de relación de reflujo aproximado a 0.35 (2498 l/h) podría idealmente cumplir los requisitos demandados por los ingenieros de la empresa.

9. RECOMENDACIONES

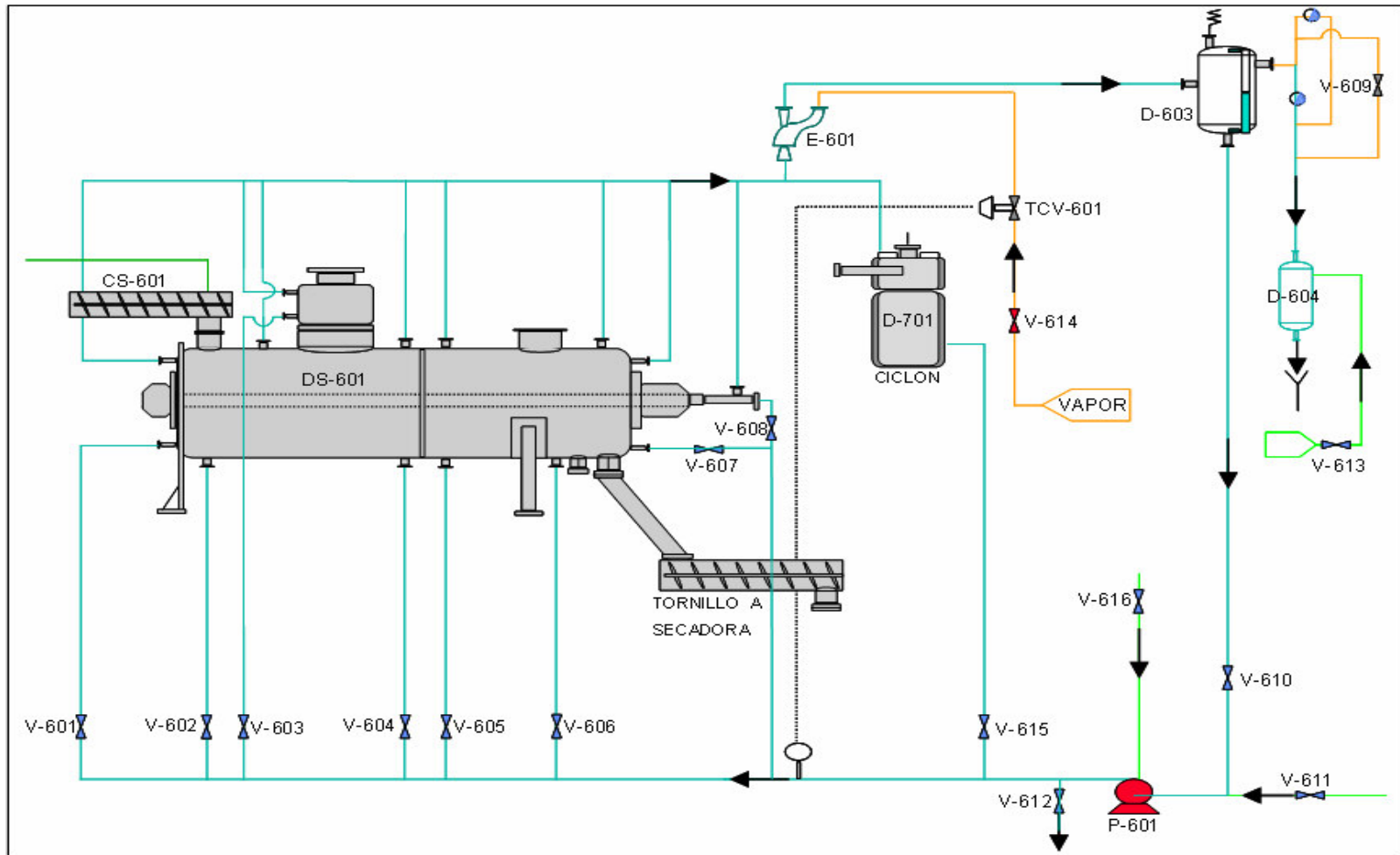
- Si se produce algún cambio o variación en el equipo recuperador de solvente CGT, o en algún otro equipo o variable que lo afecte, sea paramétrico o topológico, se sugiere realizar un nuevo diseño de experimentos, sea con los mismos o diferentes factores y/o niveles, para de esta forma encontrar la influencia de estos cambios en el desempeño del CGT.
- Realizar un análisis económico de la influencia de la variación de la relación de reflujo en la torre de destilación, basada en los costos de los utilities necesarios para su funcionamiento.
- Proponer un estudio para el funcionamiento y mejoramiento del sistema de intercambio de calor de la torre de destilación, utilizando herramientas de software de simulación de procesos como ASPEN Plus y/o HYSYS.
- Se recomienda a la empresa instalar en la torre de destilación un sistema de medición y control de el reflujo de destilado, cuyo manejo, como se plantea en las el cuerpo de este trabajo, traería ventajas en la economía de utilities.

10. BIBLIOGRAFIA

- ARAQUE, Liliana y MALDONADO, Catalina. (2003). "Análisis y evaluación del proceso de recuperación de solvente en Química AMTEX S.A.". Trabajo de grado (Ingeniería de Procesos) Medellín: Universidad EAFIT.
- CARLSON, E.C. Don't Gamble with physical properties for Simulations. Ch Eng Progress, 1996. p 35-45.
- MONTGOMERY, Douglas. "Diseño y análisis de experimentos". Grupo Editorial Iberoamericana. México. 1991.
- QUÍMICA AMTEX S.A. Manual del Proceso de Producción. 1994.
- QUÍMICA AMTEX S.A. Manual de Operación de las Torres de Destilación. 1995.
- QUÍMICA AMTEX S.A. Manual de Operación del Equipo de Recuperación de Solvente CGT. 1993.
- QUÍMICA AMTEX S.A. Carboximetilcelulosa de sodio (NaCMC) gelycel. Accedida el: 9/14/2006. <http://www.plm-alimentario.com/prods/182.htm>
- TURTON, Et al. Analysis, synthesis and design of chemical processes. Editorial Prentice Hall, Segunda edición. New Jersey, 1999.

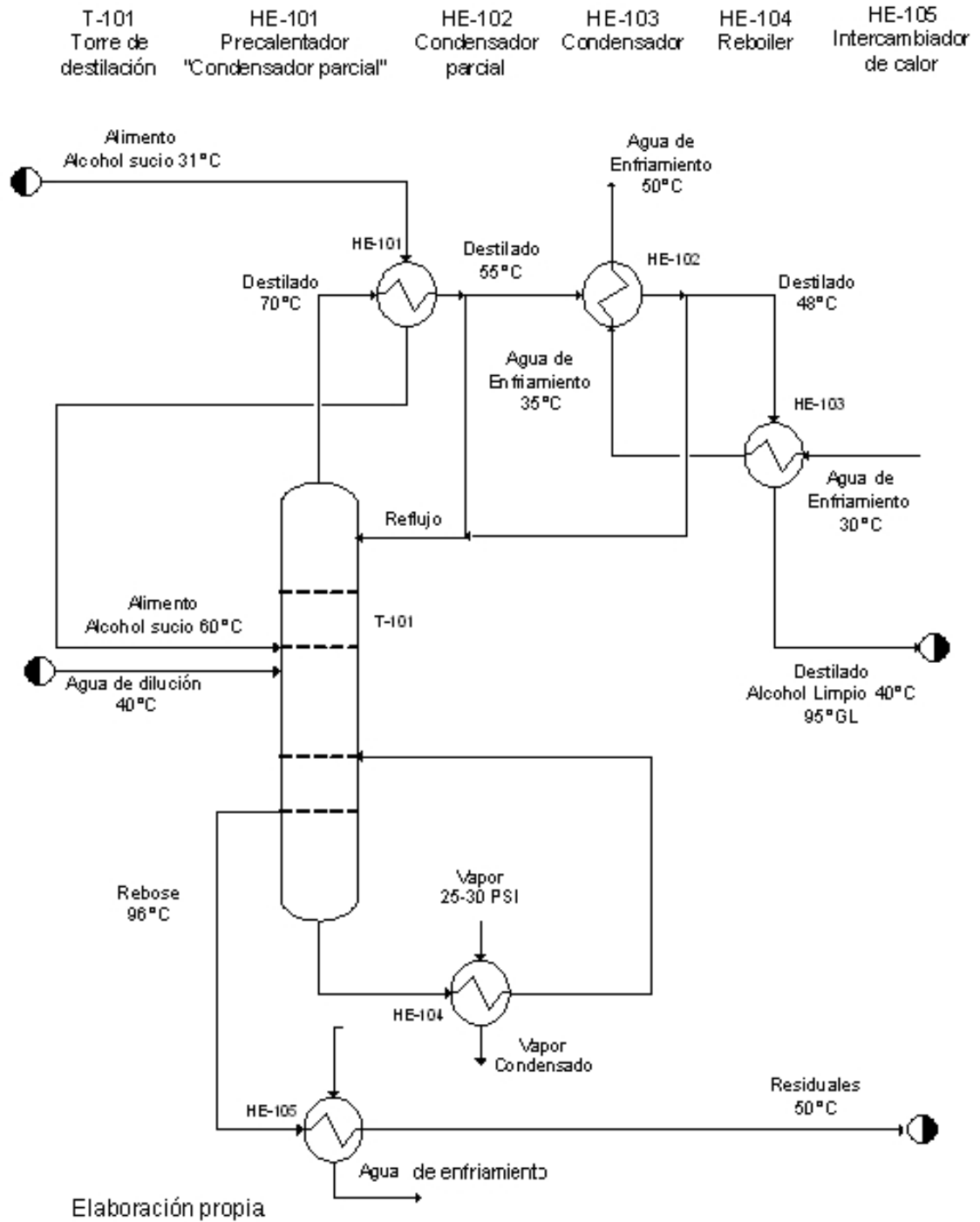
11. ANEXOS

Anexo A: Esquema del equipo recuperador de solvente CGT. Química AMTEX S.A.



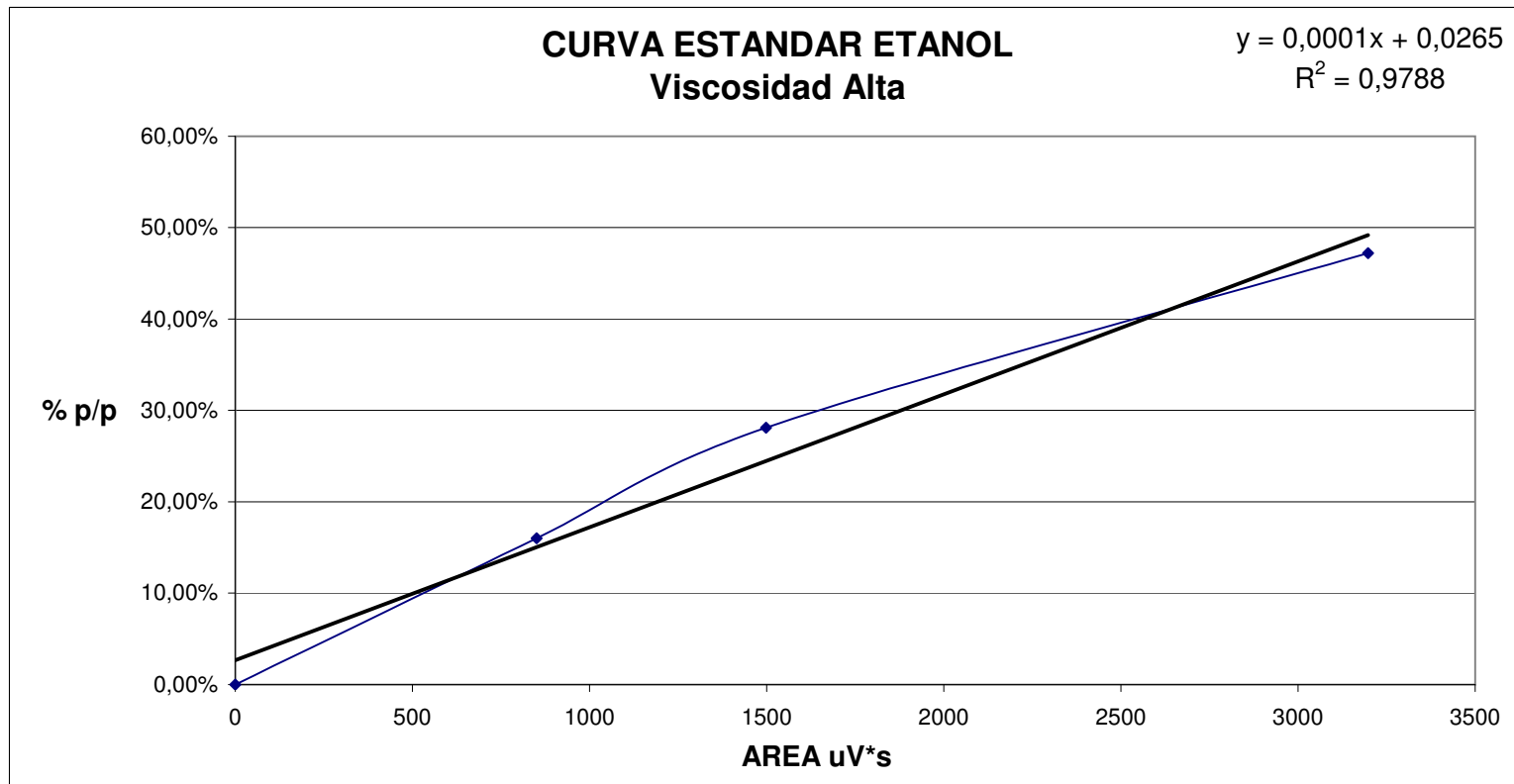
Tomado de Araque y Maldonado

Anexo B: Diagrama de proceso torre destilación número 1. Química AMTEX S.A.



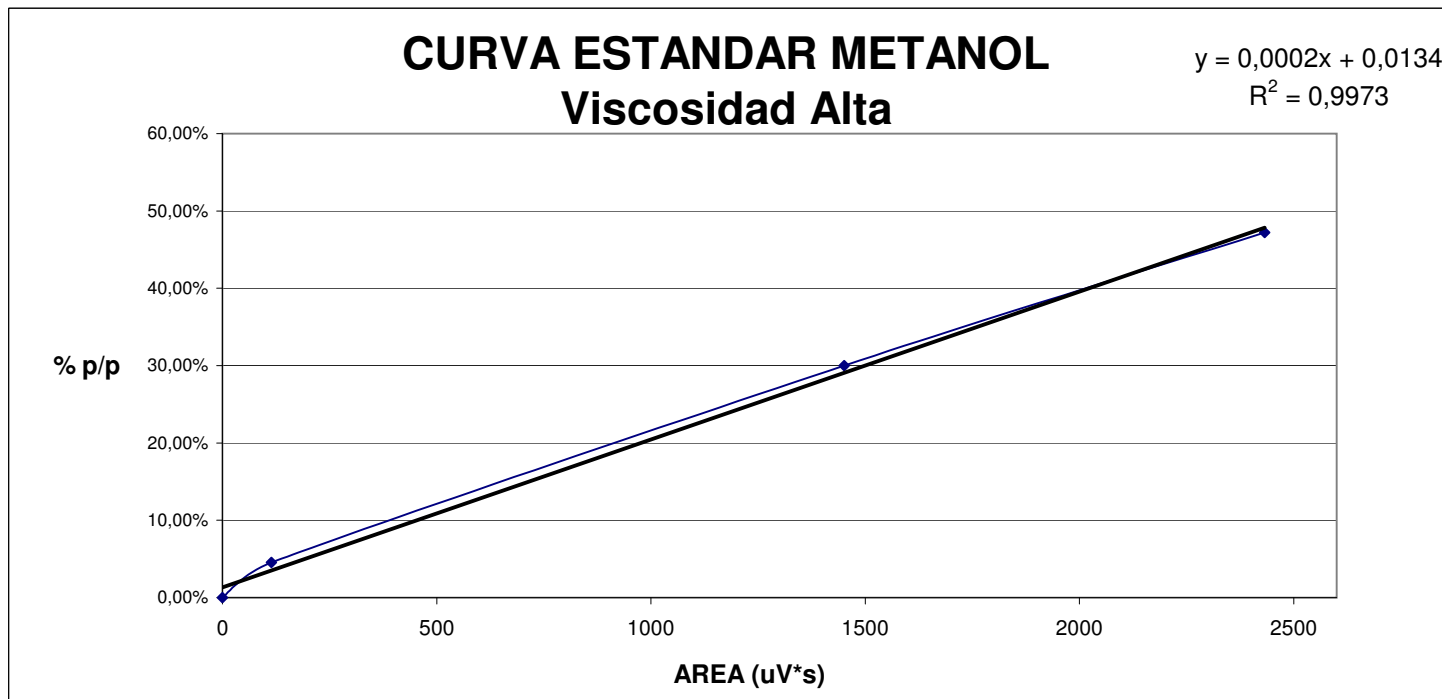
Anexo C Curva de calibración para solvente Etanol para productos de alta viscosidad

Muestra	Solvente gr	Agua gr	CMC gr	Total gr	Conc Ste % p/p	Area uV*s	t reten min
Blanco	0	100	0,2	100,2	0%	0	0
A	0,04	100	0,21	100,25	16%	850,98	2,68
B	0,09	100	0,23	100,32	28,125%	1498,54	2,64
C	0,17	100	0,19	100,36	47,222%	3197,66	2,61



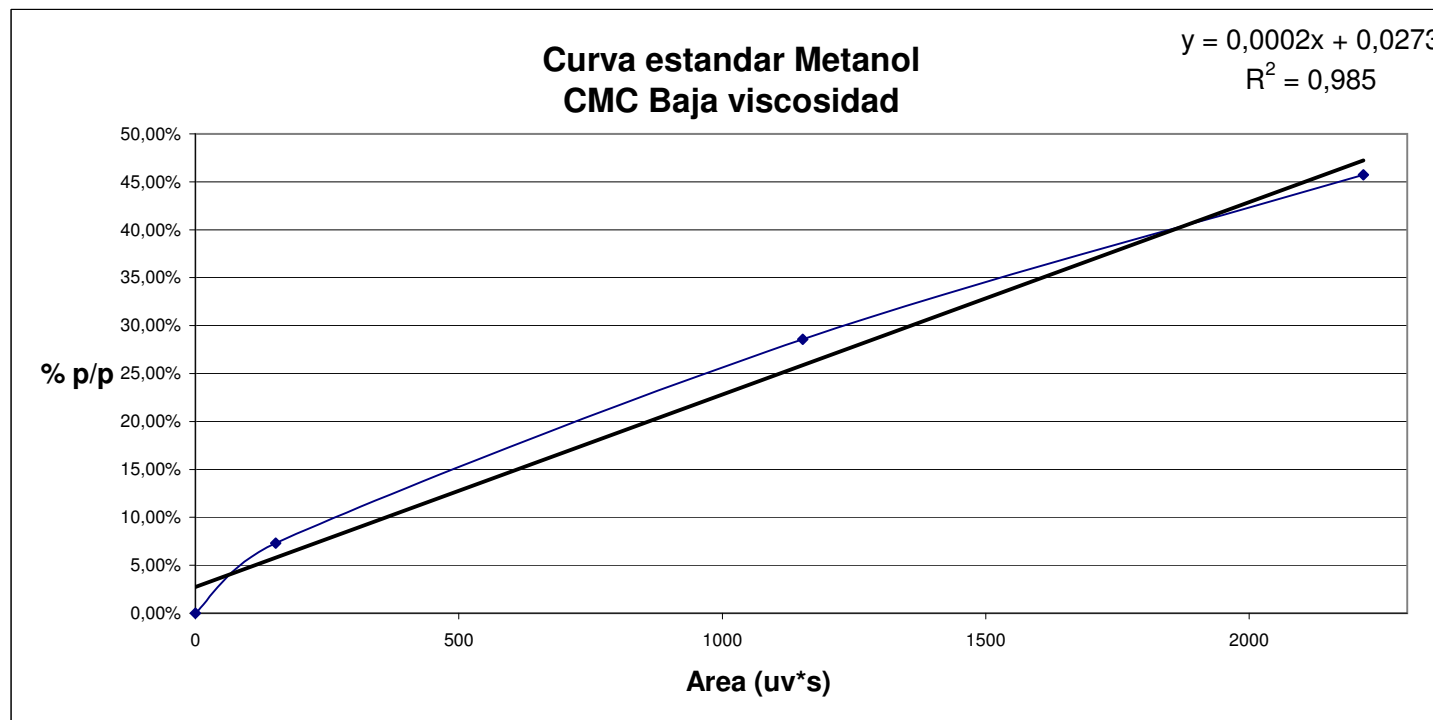
Anexo C Curva de calibración para solvente Metanol para productos de alta viscosidad (Continuación)

Muestra	Solvente gr	Agua gr	CMC gr	Total gr	Conc Ste % p/p	Area uV*s	t reten min
Blanco	0	100	0,2	100,2	0,00%	0	0
A	0,01	100	0,21	100,22	4,55%	114,55	2,43
B	0,09	100	0,21	100,3	30,00%	1450,65	2,42
C	0,17	100	0,19	100,36	47,22%	2431,99	2,42



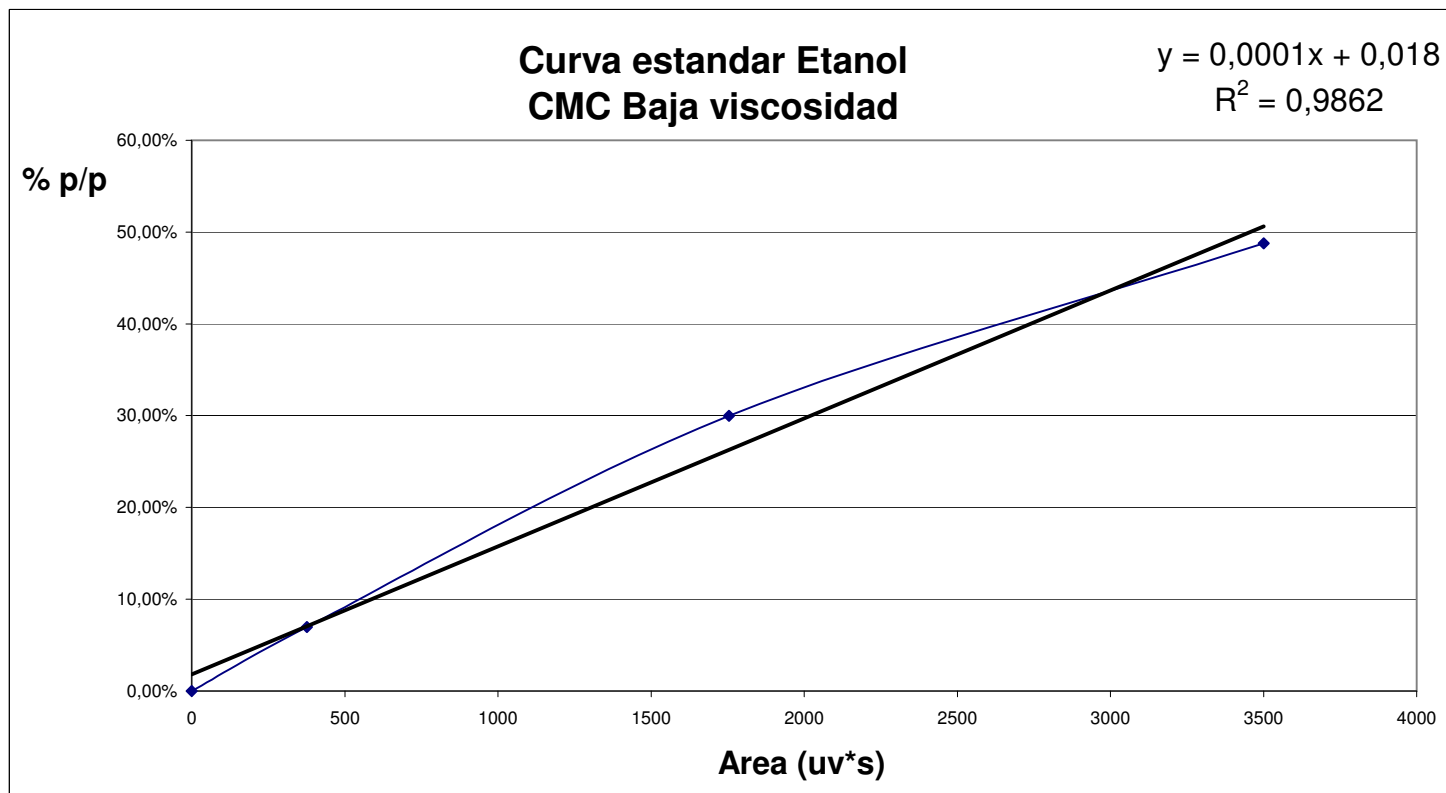
Anexo C Curva de calibración para solvente Metanol para productos de baja viscosidad (Continuación)

Muestra	Solvente gr	Agua gr	CMC gr	Total gr	Conc Ste % p/p	Area uV*s	t reten min
Blanco	0	100	0,21	100,21	0%	0	0
A	0,015	100,64	0,19	100,845	7%	152,34	2,41
B	0,08	100,02	0,20	100,3	28,5714%	1152,87	2,43
C	0,16	99,99	0,19	100,34	45,7143%	2216,66	2,43



Anexo C Curva de calibración para solvente Etanol para productos de baja viscosidad (continuación)

Muestra	Solvente gr	Agua gr	CMC gr	Total gr	Conc Ste % p/p	Area uV*s	t reten min
Blanco	0	100,26	0,22	100,48	0,00%	0	0
A	0,015	100,65	0,20	100,85	6,98%	376,11	2,58
B	0,09	99,99	0,21	100,2	30,00%	1754,51	2,59
C	0,2	100,01	0,21	100,22	48,78%	3500,5	2,57



Anexo D Cálculo de los porcentajes de vaporización del CGT para productos de alta viscosidad

MUESTRAS DE ALTA A LA ENTRADA DEL CGT

Combinación	METANOL		ETANOL		TOTAL
	Area uV/seg	Solvente %p/p	Area uV/seg	Solvente %p/p	Solvente %p/p
1	629,25	13,93%	359,5	6,25%	20,17%
1	625,51	13,85%	366,04	6,31%	20,16%
2	507,73	11,49%	412,25	6,77%	18,27%
2	505,02	11,44%	408,87	6,74%	18,18%
3	589,55	13,13%	338,12	6,03%	19,16%
3	583,28	13,01%	330,89	5,96%	18,96%
4	507,22	11,48%	257,48	5,22%	16,71%
4	498,05	11,30%	262,4	5,27%	16,58%
5	542,75	12,20%	294,47	5,59%	17,79%
5	538,22	12,10%	292,62	5,58%	17,68%
6	504,57	11,43%	344,79	6,10%	17,53%
6	498,94	11,32%	356,62	6,22%	17,54%
7	687,73	15,09%	344,82	6,10%	21,19%
7	690,83	15,16%	342,41	6,07%	21,23%
8	404,78	9,44%	243,03	5,08%	14,52%
8	414,81	9,64%	237,97	5,03%	14,67%

MUESTRAS DE ALTA A LA SALIDA DEL CGT

Combinación	METANOL		ETANOL		TOTAL
	Area uV/seg	Solvente %p/p	Area uV/seg	Solvente %p/p	Solvente %p/p
1	42,7	2,19%	0	0%	2,19%
1	43,19	2,20%	0	0%	2,20%
2	56,3	2,47%	12,59	2,78%	5,24%
2	56,3	2,47%	15,58	2,81%	5,27%
3	34,85	2,04%	0	0%	2,04%
3	29,96	1,94%	0	0%	1,94%
4	19,4	1,73%	0	0%	1,73%
4	18,62	1,71%	0	0%	1,71%
5	49,58	2,33%	8,99	2,74%	5,07%
5	54,05	2,42%	9,45	2,74%	5,17%
6	75,78	2,86%	16,29	2,81%	5,67%
6	72,54	2,79%	14,86	2,80%	5,59%
7	21,03	1,76%	0	0%	1,76%
7	17,85	1,70%	0	0%	1,70%
8	19,28	1,73%	0	0%	1,73%
8	20,58	1,75%	0	0%	1,75%

%p/p Metanol = 0,0002 * Area + 0,0134

%p/p Etanol = 0,0001 * Area + 0,0265

% Vaporización = (% p/p Entrada - % p/p Salida) / % p/p Entrada

Combinación	Entrada Solvente %p/p	Salida Solvente %p/p	Porcentaje vaporización %
1	20,17%	2,19%	89,12%
1	20,16%	2,20%	89,07%
2	18,27%	5,24%	71,30%
2	18,18%	5,27%	71,00%
3	19,16%	2,04%	89,37%
3	18,96%	1,94%	89,77%
4	16,71%	1,73%	89,66%
4	16,58%	1,71%	89,67%
5	17,79%	5,07%	71,49%
5	17,68%	5,17%	70,78%
6	17,53%	5,67%	67,66%
6	17,54%	5,59%	68,12%
7	21,19%	1,76%	91,69%
7	21,23%	1,70%	92,01%
8	14,52%	1,73%	88,11%
8	14,67%	1,75%	88,06%

Anexo E Cálculo del porcentaje de vaporización para productos de baja viscosidad

MUESTRAS DE BAJA A LA ENTRADA DEL CGT

Combinación	METANOL		ETANOL		TOTAL
	Area uV/seg	Solvente %p/p	Area uV/seg	Solvente %p/p	Solvente %p/p
9	1553,19	33,79%	362,39	5,42%	39,22%
9	1472,997	32,19%	373,95	5,54%	37,73%
10	959,21	21,91%	842,09	10,22%	32,14%
10	950,08	21,73%	852,98	10,33%	32,06%
11	1050,874	23,75%	868,83	10,49%	34,24%
11	1120,68	25,14%	787,53	9,68%	34,82%
12	839,09	19,51%	600,8	7,81%	27,32%
12	828,58	19,30%	596,49	7,76%	27,07%
13	1587,64	34,48%	407,75	5,88%	40,36%
13	1425,89	31,25%	415,61	5,96%	37,20%
14	1697,6	36,68%	893,03	10,73%	47,41%
14	1718,03	37,09%	871,82	10,52%	47,61%
15	1248,63	27,70%	663,63	8,44%	36,14%
15	1217,32	27,08%	509,95	6,90%	33,98%
16	898,4	20,70%	655,7	8,36%	29,06%
16	881,07	20,35%	661,8	8,42%	28,77%

MUESTRAS DE BAJA A LA SALIDA DEL CGT

Combinación	METANOL		ETANOL		TOTAL
	Area uV/seg	Solvente %p/p	Area uV/seg	Solvente %p/p	Solvente %p/p
9	250,64	7,74%	40	2,20%	9,94%
9	245,12	7,63%	38,35	2,18%	9,82%
10	279,55	8,32%	140,36	3,20%	11,52%
10	267,7	8,08%	146,47	3,26%	11,35%
11	405,61	10,84%	157,7	3,38%	14,22%
11	380,56	10,34%	188,48	3,68%	14,03%
12	160,95	5,95%	47,81	2,28%	8,23%
12	148,76	5,71%	39,31	2,19%	7,90%
13	425,64	11,24%	278,32	4,58%	15,83%
13	450,48	11,74%	213,06	3,93%	15,67%
14	240,31	7,54%	105,57	2,86%	10,39%
14	237,93	7,49%	109,64	2,90%	10,39%
15	496,61	12,66%	119,89	3,00%	15,66%
15	469,57	12,12%	94,29	2,74%	14,86%
16	93,21	4,59%	15,57	1,96%	6,55%
16	88,67	4,50%	15,3	1,95%	6,46%

$\%p/p \text{ Metanol} = 0,0002 * \text{Area} + 0,0273$

$\%p/p \text{ Etanol} = 0,0001 * \text{Area} + 0,018$

$\% \text{ Vaporización} = (\% \text{ p/p Entrada} - \% \text{ p/p Salida}) / \% \text{ p/p Entrada}$

Combinación	Entrada Solvente %p/p	Salida Solvente %p/p	Porcentaje vaporización %
9	39,22%	9,94%	74,65%
9	37,73%	9,82%	73,98%
10	32,14%	11,52%	64,14%
10	32,06%	11,35%	64,60%
11	34,24%	14,22%	58,47%
11	34,82%	14,03%	59,72%
12	27,32%	8,23%	69,89%
12	27,07%	7,90%	70,82%
13	40,36%	15,83%	60,79%
13	37,20%	15,67%	57,88%
14	47,41%	10,39%	78,08%
14	47,61%	10,39%	78,19%
15	36,14%	15,66%	56,66%
15	33,98%	14,86%	56,25%
16	29,06%	6,55%	77,46%
16	28,77%	6,46%	77,56%

Anexo F. Resultados adicionales de la simulación con el algoritmo DSTWU (caso base)

Corrientes	1	2	3	Unidades
Flujo molar kmol/hr				
AGUA	110,836915	11,0836915	99,7532236	kmol/hr
METANOL	109,693727	1,10E+02	0,00336213	kmol/hr
ETANOL	10,0348145	1,00E+01	0,01003481	kmol/hr
NA+	5,0079996	0	5,0079996	kmol/hr
CL-	3,98837895	0	3,98837895	kmol/hr
GLICOLATO -	1,01902428	0	1,01902428	kmol/hr
Flujo Molar Total	240,58086	130,798836	109,782023	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr				
AGUA	1996,75806	199,675806	1797,08225	kg/hr
METANOL	3514,82396	3514,71623	0,10773014	kg/hr
ETANOL	462,29427	461,831976	0,46229427	kg/hr
NA+	115,130005	0	115,130005	kg/hr
CL-	141,400996	0	141,400996	kg/hr
GLICOLATO -	76,4722388	0	76,4722388	kg/hr
Flujo másico total	6306,87953	4176,22402	2130,65552	kg/hr
Flujo volumetrico total	7500,00	5522,91	2065,28	l/hr
Temperatura	60,15	63,356241	103,335814	°C
Presión	0,84210526	0,85526316	1,01171053	atm
Entalpía	-61319,947	-57673,246	-64903,66	cal/mol
	-2339,0974	-1806,3192	-3344,161	cal/gm
	-4097890,5	-2095442,7	-1979237,6	cal/sec
Entropía	-44,126075	-53,822041	-32,147588	cal/mol-K
	-1,6832237	-1,6856999	-1,6564045	cal/gm-K
Densidad	0,03207744	0,02368296	0,05315589	mol/cc
	0,84091727	0,75616383	1,03165245	gm/cc
Average MW	26,2152174	31,9286022	19,4080547	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
AGUA	1996,76	31,66%	199,68	4,78%	1797,08	84,34%
METANOL	3514,82	55,73%	3514,72	84,16%	0,11	0,01%
ETANOL	462,29	7,33%	461,83	11,06%	0,46	0,02%
NA+	115,13	1,83%	0,00	0,00%	115,13	5,40%
CL-	141,40	2,24%	0,00	0,00%	141,40	6,64%
GLICOLATO -	76,47	1,21%	0,00	0,00%	76,47	3,59%
Flujo total (kg/h)	6306,88	100%	4176,22	100%	2130,66	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
AGUA	10,00%	90,00%
METANOL	99,997%	0,00%
ETANOL	99,90%	0,10%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo G Cálculos preliminares para hallar las cargas energéticas en Kg Vapor/h y Kg agua/h

Condensador		
Cp Agua	4184	J/Kg °C
Delta T	19	°C

$$m = \frac{Q}{C_p * \Delta T}$$

Reboiler		
Cp vapor	1,904	kJ/Kg *K
Delta T	15	K
Presión	30	PSI
Temperatura	121,11	°C
Lambda	2201,7	KJ/ Kg

$$m = \frac{Q}{\lambda + C_p * \Delta T}$$

T (K)	377,7
a	32,24
b	0,001923
c	0,00001055
d	-3,595E-09
Cp	
KJ/Kmol*K	34,278
KJ/Kg* K	1,904

$$C_p = a + bT + cT^2 + dT^3$$

Nota: La temperatura para hallar el Cp del vapor de agua para el reboiler se toma como el promedio de las temperaturas de entrada y salida del vapor al reboiler (97°C y 112°C).

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,0001

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	145,519184	4,82123301	145,519184	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	7,69230099	6,06088466	7,69230099	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	26,0276557	125,879554	26,0276557	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,86194331	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623185	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717247	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4662,74898	154,48272	4662,74898	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	354,376922	279,219138	354,376922	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	468,895505	2267,75542	468,895505	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750724	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795684	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850207	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5486,02141	3157,85389	5486,02141	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7236,75156	3221,118618	6948,45588	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	66,805404	94,415552	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57977,677	-64539,357	-58633,051	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1894,2451	-3075,6127	-1915,6574	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2886630,3	-2697871	-2919260,5	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-51,608518	-34,033253	-53,527364	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,6861521	-1,6218492	-1,7488446	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,0247679	0,04671886	0,02579553	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75807789	0,98035938	0,78953101	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	30,6072735	20,9842277	30,6072735	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4662,75	84,99%	154,48	4,89%
ETANOL	633,60	7,33%	354,38	6,46%	279,22	8,84%
AGUA	2736,65	31,66%	468,90	8,55%	2267,76	71,81%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,00%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,14%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,32%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5486,02	100%	3157,85	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	96,79%	3,21%
ETANOL	55,931%	44,07%
AGUA	17,13%	82,87%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,15

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	150,212266	0,12815068	150,212266	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	8,91950406	4,83368157	8,91950406	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	20,1073709	131,79984	20,1073709	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,86194335	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623188	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717248	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4813,12546	4,10622473	4813,12546	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	410,912989	222,68307	410,912989	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	362,239917	2374,41102	362,239917	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750725	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795685	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850208	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5586,27836	3057,59693	5586,27836	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7397,3565	3050,96679	7106,88936	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	66,160756	98,843375	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57673,078	-64864,342	-58319,587	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1850,4758	-3192,4553	-1871,2194	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2871464,7	-2711456	-2903653,5	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-52,490035	-33,247164	-54,383243	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,6841747	-1,6363395	-1,7449195	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,02423016	0,04932437	0,02522047	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75517224	1,00217311	0,78603704	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	31,166621	20,3180111	31,166621	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4813,13	86,16%	4,11	0,13%
ETANOL	633,60	7,33%	410,91	7,36%	222,68	7,28%
AGUA	2736,65	31,66%	362,24	6,48%	2374,41	77,66%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,16%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,34%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,43%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5586,28	100%	3057,60	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	99,91%	0,09%
ETANOL	64,854%	35,15%
AGUA	13,24%	86,76%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,3037

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	150,339683	0,00073431	150,339683	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	13,6330746	0,120111	13,6330746	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	15,2663832	136,640827	15,2663832	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,8619433	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623185	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717247	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4817,20818	0,02352898	4817,20818	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	628,062661	5,53339862	628,062661	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	275,028168	2461,62275	275,028168	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750724	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795684	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850207	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5720,29901	2923,5763	5720,29901	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7597,0686	2831,793654	7299,29316	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	65,897333	101,368595	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57604,35	-64932,554	-58253,682	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1804,9676	-3342,3128	-1825,3137	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2868042,9	-2714307,4	-2900372,2	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-53,607595	-32,245233	-55,510048	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,6797337	-1,6597785	-1,739345	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,02359319	0,05314194	0,02455568	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75296134	1,03241147	0,78367848	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	31,9143407	19,4274317	31,9143407	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4817,21	84,21%	0,0235	0,00080%
ETANOL	633,60	7,33%	628,06	10,98%	5,533	0,189%
AGUA	2736,65	31,66%	275,03	4,81%	2461,62	84,20%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,40%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,63%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,59%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5720,30	100%	2923,58	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	100,00%	0,00049%
ETANOL	99,127%	0,873%
AGUA	10,05%	89,95%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,35

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	150,340326	0,000091168	150,340326	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	13,7399314	0,01325425	13,7399314	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	15,1588834	136,748327	15,1588834	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,86194331	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623185	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717247	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4817,22878	0,00292122	4817,22878	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	632,985449	0,61061067	632,985449	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	273,091528	2463,55939	273,091528	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750724	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795684	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850207	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5723,30576	2920,56954	5723,30576	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7601,54346	2826,85062	7303,60458	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	65,891673	101,426973	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57602,932	-64933,938	-58252,33	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1803,9749	-3345,8251	-1824,3124	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2867972,2	-2714365,3	-2900304,9	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-53,633052	-32,227801	-55,535725	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,6796486	-1,660589	-1,7392353	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,0235793	0,05323486	0,02454118	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75291363	1,03315311	0,78362754	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	31,9311158	19,4074515	31,9311158	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4817,23	84,17%	0,002921	0,000001
ETANOL	633,60	7,33%	632,99	11,06%	0,610611	0,000209
AGUA	2736,65	31,66%	273,09	4,77%	2463,56	84,35%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,40%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,64%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,59%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5723,31	100%	2920,57	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	100,00%	0,00006%
ETANOL	99,904%	0,09637%
AGUA	9,98%	90,02%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,50

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	150,3404	0,000017582	150,3404	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	13,7507593	0,00242633	13,7507593	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	15,1479818	136,759228	15,1479818	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,8619433	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623185	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717247	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4817,23114	0,00056336	4817,23114	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	633,484281	0,1117788	633,484281	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	272,895133	2463,75579	272,895133	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750724	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795684	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850207	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5723,61056	2920,26474	5723,61056	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7601,99712	2826,349464	7304,04168	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	65,8911	101,43291	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57602,787	-64934,079	-58252,193	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1803,8743	-3346,1816	-1824,2109	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2867965	-2714371,1	-2900298,1	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-53,635634	-32,226338	-55,538329	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,67964	-1,6606869	-1,7392243	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,0235779	0,0532443	0,02453972	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75290879	1,03322846	0,78362237	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	31,9328163	19,4054261	31,9328163	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4817,23	84,16%	0,000563	0,000019%
ETANOL	633,60	7,33%	633,48	11,07%	0,111779	0,003828%
AGUA	2736,65	31,66%	272,90	4,77%	2463,76	84,37%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,40%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,64%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,59%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5723,61	100%	2920,26	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	100,00%	0,000012%
ETANOL	99,982%	0,01764%
AGUA	9,97%	90,03%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,75

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	150,340412	5,2543E-06	150,340412	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	13,7524615	0,00072416	13,7524615	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	15,1462672	136,760943	15,1462672	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,8619433	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623184	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717247	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4817,23154	0,00016836	4817,23154	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	633,562698	0,03336151	633,562698	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	272,864245	2463,78667	272,864245	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750724	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795684	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850207	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5723,65848	2920,21682	5723,65848	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7602,0684	2826,270672	7304,11044	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	65,891005	101,43385	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57602,765	-64934,101	-58252,171	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1803,8585	-3346,2376	-1824,195	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2867963,9	-2714372,1	-2900297	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-53,63604	-32,226143	-55,538738	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,6796386	-1,6607042	-1,7392225	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,02357768	0,05324579	0,02453948	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75290804	1,03324031	0,78362156	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	31,9330837	19,4051077	31,9330837	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4817,23	84,16%	0,000168	0,0000058%
ETANOL	633,60	7,33%	633,56	11,07%	0,033362	0,001142%
AGUA	2736,65	31,66%	272,86	4,77%	2463,79	84,37%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,40%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,64%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,59%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5723,66	100%	2920,22	100%

	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	100,00%	0,0000035%
ETANOL	99,995%	0,00527%
AGUA	9,97%	90,03%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo H. Resultados para la simulación en el modelo Radfrac para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0,95

Corrientes	0	1	2	3	4	Unidades
Flujo molar kmol/hr						
METANOL	150,340417	150,340417	150,340414	2,8443E-06	150,340414	kmol/hr
ETANOL	13,7531856	13,7531856	13,752791	0,00039461	13,752791	kmol/hr
AGUA	151,90721	151,90721	15,1459353	136,761275	15,1459353	kmol/hr
NA+	6,8619433	6,8619433	0	6,8619433	0	kmol/hr
CL-	5,46623185	5,46623185	0	5,46623185	0	kmol/hr
GLICOLATO -	1,39717247	1,39717247	0	1,39717247	0	kmol/hr
Flujo Molar Total	329,72616	329,72616	179,239141	150,48702	179,239141	kmol/hr
Flujo Másico kg/hr						
METANOL	4817,23171	4817,23171	4817,23161	0,000091136	4817,23161	kg/hr
ETANOL	633,59606	633,59606	633,57788	0,01817933	633,57788	kg/hr
AGUA	2736,65092	2736,65092	272,858266	2463,79265	272,858266	kg/hr
NA+	157,750724	157,750724	0	157,750724	0	kg/hr
CL-	193,795684	193,795684	0	193,795684	0	kg/hr
GLICOLATO -	104,850207	104,850207	0	104,850207	0	kg/hr
Flujo másico total	8643,8753	8643,8753	5723,66776	2920,20754	5723,66776	kg/hr
Flujo volumetrico total	9893,14038	10279,13712	7602,0822	2826,255414	7304,12376	l/hr
Temperatura	30,15	60,15	65,890987	101,434031	41,15	°C
Presión	1,10914921	1,00708027	0,9458389	0,9458389	0,84376995	atm
Entalpía	-61946,209	-61319,849	-57602,76	-64934,105	-58252,167	cal/mol
	-2362,9778	-2339,0849	-1803,8555	-3346,2485	-1824,1919	cal/gm
	-5673690,5	-5616321,8	-2867963,7	-2714372,2	-2900296,8	cal/sec
Entropía	-46,04431	-44,126375	-53,636119	-32,22611	-55,538818	cal/mol-K
	-1,7563897	-1,6832289	-1,6796384	-1,6607077	-1,7392222	cal/gm-K
Densidad	0,03332876	0,03207722	0,02357763	0,05324607	0,02453944	mol/cc
	0,8737241	0,84091448	0,75290789	1,0332426	0,7836214	gm/cc
Peso molecular promedio	26,2153154	26,2153154	31,9331354	19,405046	31,9331354	

	Alimento		Destilado		Fondos	
	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso	Kg/h	% en peso
METANOL	4817,23	55,73%	4817,23	84,16%	0,000091	0,0000031%
ETANOL	633,60	7,33%	633,58	11,07%	0,018179	0,000623%
AGUA	2736,65	31,66%	272,86	4,77%	2463,79	84,37%
NA+	157,75	1,82%	0,00	0,00%	157,75	5,40%
CL-	193,80	2,24%	0,00	0,00%	193,80	6,64%
GLICOLATO -	104,85	1,21%	0,00	0,00%	104,85	3,59%
Flujo total (kg/h)	8643,88	100%	5723,67	100%	2920,21	100%

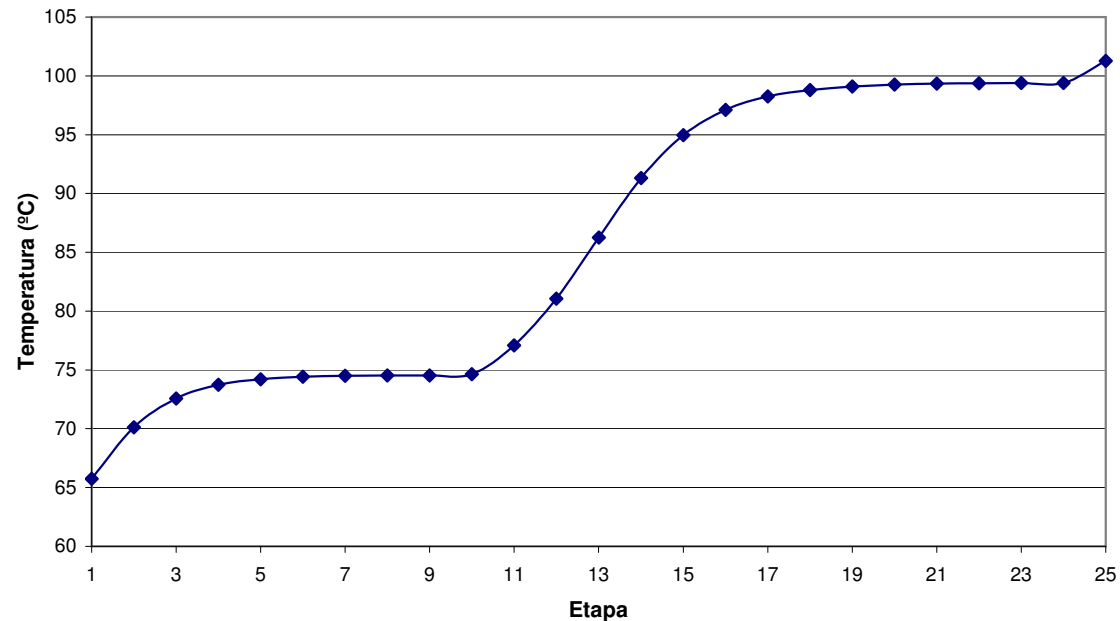
	Recuperación	
	(Dest / Alim)	(Fondo / Alim)
METANOL	100,00%	0,0000019%
ETANOL	99,997%	0,00287%
AGUA	9,97%	90,03%
NA+	0,00%	100,00%
CL-	0,00%	100,00%
GLICOLATO -	0,00%	100,00%

Anexo I. Resultados adicionales para la simulación en el modelo Radfrac, para una alimentación de 10.000 l/h y una relación de reflujo de 0.35

68

Etapa	Temperatura (°C)
1	65,7416791
2	70,1085721
3	72,5813551
4	73,7272781
5	74,2130301
6	74,4124581
7	74,4936241
8	74,5266361
9	74,5400791
10	74,6427981
11	77,0801691
12	81,0527861
13	86,2640761
14	91,3204051
15	94,9742371
16	97,1146361
17	98,2398431
18	98,8103111
19	99,0999391
20	99,2493741
21	99,3279441
22	99,3699421
23	99,3926761
24	99,4060721
25	101,276979

Perfil de temperatura por etapa en la torre de destilación



- **Etapa #1=** Condensador
- **Etapa #25=** Reboiler
- **Etapa #9=** Plato de alimentación