EQUIPO PARA LA DETERMINACIÓN DEL EQUILIBRIO ISOBÁRICO VAPOR-LÍQUIDO-SÓLIDO Y VAPOR-LÍQUIDO-LÍQUIDO-SÓLIDO

PATENTED TECHNOLOGY

CONTACT DETAILS:

Relaciones con la Empresa
Oficina de Transferencia de Resultados de la Investigación-OTRI
Universidad de Alicante
Tel.: +34 96 590 99 59
Email: areaempresas@ua.es
http://innoua.ua.es

ABSTRACT

El grupo de investigación de la Universidad de Alicante **"Equilibrio entre fases"** ha desarrollado un equipo para la **determinación del equilibrio isobárico** en mezclas de fases cuando hay **sólidos presentes.**

El equipo comprende un calderín que aloja una sonda ultrasónica que facilita la disminución del tamaño de partículas del sólido, una cámara de separación unida al calderín que está conectada a un condensador para llevar a cabo la condensación del vapor y la recirculación estable, y un matraz mezclador. Adicionalmente, respecto al equipo de partida, se ha **incrementado el diámetro del conducto** que une el calderín y el matraz mezclador hasta ser suficiente para permitir la circulación de sólidos sin que se produzcan obstrucciones y se ha incorporado un dispositivo de recirculación formado por un conducto de recirculación con una resistencia eléctrica externa controlada para mantener a la mezcla a **temperatura de burbuja**. Asimismo, se han instalado en el equipo unas **válvulas para limpieza y toma de muestras.**

Todas estas **innovaciones** han permitido al grupo de investigación la obtención de **datos precisos y termodinámicamente consistentes de equilibrio isobárico vapor-líquido-sólido (V-L-S) y vapor-líquido-líquido-sólido (V-L-L-S).**

El grupo dispone de un **prototipo desarrollado a escala piloto**. Se buscan empresas interesadas en adquirir esta tecnología para su explotación comercial.



INTRODUCTION

Uno de los requerimientos que necesita hoy en día la industria en el campo de la termodinámica para poder realizar cálculos de diseño en procesos de separación por destilación es, **disponer de datos de equilibrio experimentales precisos, de confianza y termodinámicamente consistentes**, de distintas mezclas de compuestos.

Entre éstas, los sistemas mezclas de disolventes con electrolitos es uno de los campos donde esta falta de datos es más notoria. La obtención de datos para estos sistemas no es sencilla por la presencia de sólidos (el electrolito), unido a la existencia de dos fases líquidas que pueden estar presentes. Ambas circunstancias hacen que la velocidad de transferencia de materia entre todas las fases presentes sea lenta y retrase y dificulte el alcanzar el equilibrio V-L-S y V-L-L-S que se desea determinar.

La determinación del equilibrio isobárico entre fases requiere de un equipo que permita medir con precisión, para una presión fijada, la temperatura de ebullición de la mezcla y separar las fases presentes para posteriormente medir su composición. Según el número de fases presentes (vapor-líquido (V-L), vapor-líquido-líquido (V-L-L), V-L-S o V-L-L-S) el equipo a utilizar varía.

El método más utilizado con el que se obtienen datos precisos del equilibrio isobárico V-L es el método dinámico con dos recirculaciones (método Guillespie): una recirculación para la fase líquida homogénea y otra para la fase vapor. Sin embargo, cuando lo que se desea determinar es el equilibrio isobárico V-L-L, la aplicación de este método no sería posible, ya que la recirculación de la mezcla formada por dos fases líquidas sólo puede llevarse a cabo si existe una buena dispersión de las dos fases líquidas. Ésta puede conseguirse utilizando ultrasonidos que promuevan esa dispersión. Sin embargo, el equipo que desarrolló el **grupo de investigación de la Universidad de Alicante "Equilibrio entre fases"** para este fin (protegido por la patente ES2187220 B2, titularidad de la Universidad Alicante), no puede aplicarse directamente a la determinación del equilibrio isobárico V-L-S y V-L-L-S porque la presencia de sólidos dificulta e impide la recirculación de la fase líquida debido a las partículas sólidas que lleva en suspensión.

Hasta la fecha, se ha tratado de realizar la determinación del equilibrio isobárico V-L-S y V-L-L-S utilizando equipos con solo la recirculación de la fase vapor (método Othmer). Así, distintos autores determinaron datos de distintos sistemas, aunque estos no fueron precisos, diferían entre ellos e incluso algunos eran termodinámicamente inconsistentes. El problema radica en que con esos equipos no se alcanza adecuadamente el equilibrio entre fases.

Existe pues la **necesidad** de proporcionar un **equipo** que pueda **determinar con precisión el punto de ebullición de una mezcla sólido-líquido-líquido, separar todas las fases presentes y obtener su composición**, a una presión constante.

TECHNICAL DESCRIPTION

El grupo de investigación de la Universidad de Alicante "Equilibrio entre fases" ha desarrollado un equipo para la **determinación precisa** del **equilibrio isobárico V-L-S y V-L-L-S**, solventando así los problemas descritos anteriormente.

Partiendo de su equipo anterior y en vista de los problemas citados en el estado de la técnica, para poder determinar el equilibrio isobárico V-L-S y V-L-L-S, el grupo investigó para llevar a cabo la adaptación de dicho equipo y generar una solución técnica a dicho problema.

Así pues, la presente invención, se refiere a un equipo para la determinación del equilibrio isobárico V-L-S y V-L-L-S que comprende (véase Figura 1), al menos:

- un **calderín** que en su interior lleva alojada una sonda ultrasónica en un tubo dispuesto en la parte inferior con una inclinación siempre menor de 45º,
- una **cámara de separación** aislada térmicamente del exterior, unida al calderín a través de una bomba Cotrell, que comprende un termómetro con el que se mide de forma precisa la temperatura de ebullición y un medidor de presión enlazado a un controlador que permite ajustar la presión del sistema a un valor determinado, y que está conectada a un condensador para llevar a cabo la condensación del vapor y la recirculación estable,
- un **matraz mezclador**, unido al calderín, que comprende un elemento mezclador que a su vez comprende un agitador magnético externo, un imán, una resistencia eléctrica exterior recubierta de un aislante y un controlador de temperatura.

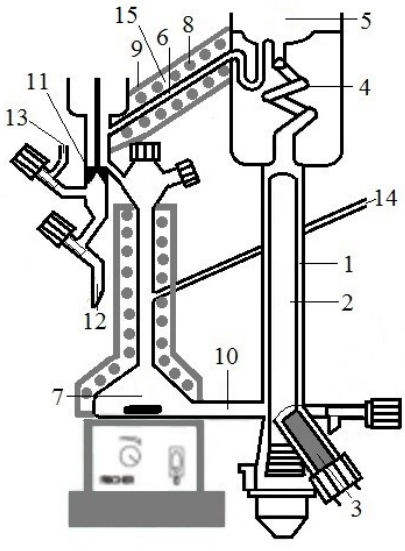


Figura 1. *Muestra esquemática para la determinación del equilibrio V-L-S y V-L-L-S. 1. Calderín; 2. Resistencia eléctrica recubierta por una vaina de cuarzo; 3. Sonda de ultrasonidos; 4. Bomba Cotrell; 5. Cámara de separación; 6. Conducto; 7. Matraz mezclador; 8. Resistencia eléctrica; 9. Aislante con un termopar; 10. Conducto; 11. Válvula; 12. Salida; 13. Entrada; 14. Conducto; 15. Dispositivo de recirculación.*

El **conducto** que une el calderín y el matraz mezclador tiene un **diámetro interior suficiente** para permitir la circulación de

sólidos por su interior **sin** que se produzcan **obstrucciones.**

La parte inferior de la cámara de separación está también unida al matraz mezclador a través de un dispositivo de recirculación que comprende al menos un conducto de recirculación con una resistencia enrollada externamente recubierta de aislante y un termopar situado entre el aislante y la resistencia, y que está unido a un controlador sobre el que se ha establecido una señal de consigna de temperatura igual a la **temperatura de burbuja de la muestra**, siendo ésta una de las **novedades del equipo** propuesto para resolver uno de los problemas citados anteriormente que tendrían los equipos que no pueden manejar sólidos.

Además, de especial importancia y **novedad** es el **diseño de las válvulas** que comprende el nuevo equipo, que permiten entre otras cosas, la toma de muestras y la limpieza de los conductos de toma de muestras.

Respecto a la metodología para llevar a cabo la medida, se debe:

- Introducir la mezcla a determinar en el calderín y en el matraz mezclador.
- Calentar y agitar con ultrasonidos hasta ebullición de la muestra.
- Calentar la resistencia que recubre el conducto de recirculación con el controlador.
- Calentar la resistencia alrededor del matraz mezclador.
- Ajustar el nivel de líquido en el calderín y de la potencia de calefacción y de la sonda de ultrasonidos hasta conseguir que los caudales de ambas recirculaciones sean pequeños y estables.
- Esperar durante el tiempo necesario hasta alcanzar el régimen estacionario y con ello que la temperatura de ebullición sea estable.
- Tomar muestras de las fases vapor condensado y resto de fases líquidas y sólidas utilizando las válvulas del equipo o mediante algún método de toma de muestras en línea. La mezcla S-L o S-L-L debe tomarse a través de las válvulas sobre tubos termostatizados a la misma temperatura que la de burbuja de la muestra, dejar que se separen por gravedad las fases sólidas y líquidas presentes y proceder a la toma de muestras de cada una de las fases presentes.
- Analizar las muestras tomadas.

Para dar continuidad a las medidas y poder realizar experimentos posteriores es **necesaria la limpieza del tubo** de toma de muestras descrito anteriormente. En los equipos que tratan sólo con líquidos esta limpieza puede realizarse mediante aplicación de vacío que produce la evaporación de los restos que quedan de la toma de muestras del experimento anterior; pero en el caso de la **presencia de sólidos**, el vacío no los elimina y es necesaria una **entrada adicional** justo en el principio del tubo de toma de muestras para poder **inyectar un disolvente que los disuelva** y los elimine **evitando la contaminación** de las muestras tomadas posteriormente.

TECHNOLOGY ADVANTAGES AND INNOVATIVE ASPECTS

A continuación, se presentan las ventajas más destacadas del equipo recientemente descrito para determinar equilibrios isobáricos con muestras con sólidos disueltos y en suspensión:

- **No se producen obstrucciones** gracias a que el diámetro interior del conducto que une el calderín y el matraz mezclador es suficiente para permitir la circulación de sólidos por su interior.
- Permite la **recirculación estable a temperatura muy próxima a la de burbuja de la suspensión**, evitando así la precipitación del sólido y la obstrucción del conducto de recirculación.
- La aplicación de ultrasonidos permite la **dispersión de las fases** sólidas y líquidas y la **disminución del tamaño de partícula y suspensión de las fases sólidas**. De este modo se incrementan las velocidades de transferencia de materia entre las distintas fases y con ello, **se disminuye mucho el tiempo para llegar al equilibrio.**
- Permite la **toma de muestras** para su análisis a través de una de las nuevas válvulas introducidas en el equipo.
- Permite la **limpieza de los conductos de toma de muestra** a través de la otra válvula, ya que a través de ésta se puede añadir líquido desde el exterior para disolver los sólidos que han quedado depositados, con objeto de dejarlo preparado para una nueva toma de muestras.
- Permite la **disolución del sólido precipitado de experimentos anteriores** durante el proceso de puesta en marcha del equipo gracias a las calefacciones sobre el conducto de recirculación y sobre el matraz mezclador.
- Permite disponer de **datos de equilibrio experimentales precisos y termodinámicamente consistentes**, de distintas mezclas de compuestos.

El principal aspecto innovador del equipo descrito es que permite **determinar con precisión el punto de ebullición de una mezcla S-L-L, separar todas las fases presentes y obtener su composición**, a una presión constante.

Ello se consigue primordialmente gracias a las **modificaciones** realizadas en el equipo de partida para que éste pueda ser aplicado a la determinación del equilibrio cuando hay presentes sólidos. Los ultrasonidos aplicados facilitan la disminución del tamaño de partículas del sólido y su suspensión en el líquido, pero debe modificarse la recirculación de las fases líquida y sólida para evitar la precipitación del sólido. Para ello, se han realizado las siguientes innovaciones:

- **Incremento del diámetro de algunos conductos**.
- Instalación de resistencias eléctricas externas sobre otros conductos y sobre el mezclador, recubiertas de aislante y controladas para **mantener a temperatura de burbuja a la mezcla circulando por su interior.**
- Instalación de una nueva entrada para la **limpieza del sólido depositado durante la toma de muestra.**

CURRENT STATE OF DEVELOPMENT

Actualmente, se dispone de un prototipo del equipo desarrollado a escala piloto.

A modo de ejemplo, el nuevo equipo fue utilizado en la determinación de dos sistemas ternarios cuyos datos de equilibrio no pudieron obtenerse con otros equipos por los problemas citados anteriormente. En las tablas 1 y 2 se presentan los datos de equilibrio V-L-L-S obtenidos, donde se especifican tanto las composiciones de las dos fases líquidas y de la fase vapor, así como la temperatura de burbuja.

Tabla 1. Datos de equilibrio V-L-L-S del sistema agua + K2SO4 + 2-metil-2-propanol a 101.3 kPa. Composiciones en fracciones molares.

Fase	Agua	K_2SO_4	2-metil-2-propanol
Sólido	0	1	0
Líquido orgánico	0.676	0.00026	0.324
Líquido acuoso	0.973	0.0138	0.0131
Vapor	0.434	0	0.566
Temperatura (ºC)	80.44		

Tabla 2. Datos de equilibrio V-L-L-S del sistema agua + NH4Cl + 2-propanol a 101.3 kPa. Composiciones en fracciones molares.

Fase	Agua	NH_4Cl	2-Propanol
Sólido	0	1	0
Líquido orgánico	0.439	0.039	0.522
Líquido acuoso	0.813	0.156	0.031
Vapor	0.280	0	0.720
Temperatura (ºC)	80.89		

MARKET APPLICATIONS

La presente invención se refiere a un equipo que permite la determinación del equilibrio termodinámico isobárico V-L-S y V-L-L-S en sistemas con fase sólida y una fase o dos fases líquidas. El conocimiento de ese equilibrio es fundamental para el **diseño de equipos en procesos químicos industriales** tales como **destilación extractiva con sales** o **regeneración de disolventes.**

COLLABORATION SOUGHT

Se buscan empresas interesadas en adquirir esta tecnología para su **explotación comercial** mediante:

- Acuerdos de licencia de la patente.
- Desarrollo de proyectos de I+D conjuntos para adaptar la tecnología desarrollada a las necesidades de la empresa.
- Cooperación técnica, subcontrataciones y asesoramiento en I+D.

INTELLECTUAL PROPERTY RIGHTS

Esta tecnología se encuentra protegida mediante solicitud de patente.

- Título de la patente: “Equipo para la determinación del equilibrio isobárico vapor-líquido-sólido y vapor-líquido-líquido-sólido”.
- Número de solicitud: P201830582.
- Fecha de solicitud: 14 de junio de 2018.

MARKET APPLICATION (1)

Tecnología Química