

MINISTERIO DE EDUCACION DE LA NACION

Universidad Nacional de la Ciudad Eva Perón
Facultad de Química y Farmacia



Aplicación del Dispositivo Destilador de Piazzá a
la Destilación Fraccionada de Líquido Piroleñoso



VICTOR GUILLERMO GUIDI
LICENCIADO EN QUIMICA

CIUDAD EVA PERON

1953

MINISTERIO DE EDUCACION
DE LA NACION

UNIVERSIDAD NACIONAL DE LA
CIUDAD EVA PERON

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

"ANÁLISIS DEL DISPOSITIVO DESTILADOR DE PLAZA A LA
DESTILACION FRACCIONADA DE LIGNITO ARGENTINO"

VICTOR GUILLERMO GUIDI
CIUDAD EVA PERON

1953

"Del Señor viene la Sabiduría, la Ciencia"
"y el Conocimiento de la ley; el amor y."
" los caminos del bien obrar vienen de Él"
(Eclesiástico XI, 15)

Tesis presentada por
VICTOR GUILLERMO GUIDI
para optar al grado de
DOCTOR EN QUIMICA.

Padrino de Tesis
PROF. TEODORO G. KRENDEL
Doctor en Química

AGRADECIMIENTOS.

A la Compañía "Duperial" S.A. por haberme facilitado el Dispositivo Fraccionador de Piazza.

A la Dirección de la Escuela Industrial C.S. "EVA PERON" de esta ciudad, establecimiento al cual pertenezco, de cuyas plantas y laboratorios hice uso repetidas veces.

A los auxiliares de toda condición del Dpto. Tecnológico de esta Facultad, que en una u otra forma permitieron la realización de este trabajo.

Señor Decano.

Señores Consejeros.

Señores Profesores.

A vuestra digna consideración someto el presente trabajo, en calidad de tesis, dando cumplimiento a sí al último requisito reglamentario para optar al grado de Doctor en Química.

La finalidad del mismo ha sido la de continuar el estudio del destilador de Piazza, sus posibles aplicaciones, extendiéndolo a la separación de los componentes de una mezcla compleja, como lo es el líquido piroleñoso.

Para su realización he contado con la valiosa y permanente dirección científica del profesor Dr. Teodoro G. Krenkel, en quién hallé todo el afán y el estímulo necesario para llegar a la feliz terminación, y por lo cual le quedo sumamente reconocido.

Igualmente deseo expresar mi agradecimiento al profesor Dr. Jerónimo S. Angli, Jefe del Dpto. Tecnológico y en cuya cátedra de Química Tecnológica II. curso, encontré siempre espontánea y gentil colaboración.

Finalmente va mi agradecimiento a todos los Señores Profesores de esta Casa de Estudio que contribuyeron a formar al egresado de hoy.

PLAN DE TESIS

- I - Introducción.
 - a) Consideraciones generales sobre la destilación de mezclas líquidas.
 - b) Dispositivos de fraccionamiento para laboratorio.
 - c) Características y destilación del líquido piroléoso.
- II - Destilación en columnas rotary. Características del aparato destilador de Piazza para uso de laboratorio.
- III - Parte experimental.
 - a) Destilación de mezclas binarias en aparato de Piazza y en columna de fraccionamiento.
 - b) Destilación de mezclas ternarias en aparato de Piazza y en columna de fraccionamiento.
 - c) Aplicaciones de la columna a la destilación de líquido piroléoso.
 - e) Aplicaciones del aparato destilador de Piazza a la destilación de líquido piroléoso.
 - e) Análisis de los productos finales.
- IV - Conclusiones.
- V - Bibliografía.

I) CONSIDERACIONES GENERALES SOBRE LA DESTILACIÓN DE MEZCLAS LÍQUIDAS.

El término "destilación" es aplicado en Ingeniería Química para aquellas operaciones donde se lleva a cabo la vaporización de una mezcla de líquidos, los cuales en su fase vapor contienen más de uno de sus constituyentes y, de donde se desea obtener, por recuperación, uno o más de estos constituyentes, en un estado puro o más o menos puro.

La importancia fundamental de una operación de destilación es que la composición del vapor sea diferente del líquido mezcla de la cual proviene. Si la composición del vapor fuese la misma que la del líquido, la separación no podría ser efectuada por los métodos de destilación. La práctica de la destilación industrial no puede rendir un producto perfectamente puro, pero en general dan productos de pureza suficiente como para usos comerciales (1).

El fenómeno que rige este proceso, tiene por base las diferencias de las tensiones parciales de los vapores de las sustancias constituyentes a una determinada presión.

Cualquier líquido o mezcla de líquidos alcanza un equilibrio cuando se encuentran contenidos en recipientes apropiados, con el vapor que sobre ellos se encuentran. La presión total de sus vapores, de acuerdo a la ley de Dalton, resulta ser igual a la suma de las presiones individuales, de aquí que un líquido de alto punto de ebullición es capaz de ser separado mediante una destilación, mezclándolo con líquidos miscibles apropiados, de bajo punto de ebullición. Si dos líquidos son completamente solubles, la tensión de vapor de cada uno de ellos disminuye por la presencia

del otro, y entonces la suma de sus tensiones de vapor, resulta ser más baja que la tensión de vapor antes de realizar la mezcla.

En todos los casos, la composición del vapor, es independiente de las cantidades relativas de componentes, pero es de notar que está profundamente influenciado por ella. (2) La ley de Raoult rige la composición del vapor, cuando estando mezcladas las sustancias, no hay marcados efectos como la son, las asociaciones moleculares, afinidades, o reacciones de carácter químico entre ellas. Esta ley, como la de Henry permiten diseñar los aparatos a usar en una destilación fraccionada de mezclas líquidas y establece que: "la presión parcial del vapor de uno de los componentes de una mezcla a una temperatura dada, es igual al producto de la tensión de vapor en estado puro por la fracción molar de dicho componente en la solución"

$$p = P \cdot x$$

en tanto que la ley de Henry nos dice que "la presión parcial de vapor, ejercida en una mezcla de líquidos por uno de sus componentes, es proporcional a la fracción molar de dicho componente en la mezcla, multiplicado por una constante de proporcionalidad de valor experimental propio para cada tipo de mezcla"

$$p = x \cdot k$$

Cumplen estas leyes satisfactoriamente a aquellas mezclas líquidas cuyos componentes guardan íntima relación, ya sea por el tamaño de sus moléculas, por la semejanza en sus fórmulas químicas (estereo - isómeras) etc., tal es el caso de las mezclas Benzeno - Tolueno.

A una presión dada puede determinarse la composición del sistema líquido - vapor, como también los pun

tos de ebullición de las mezclas y llevarse sobre un sistema de ejes. Se obtiene así la curva de composición del vapor (V) y la curva de composición de la mezcla líquida (L) o - curva de ebullición, (Fig. I).

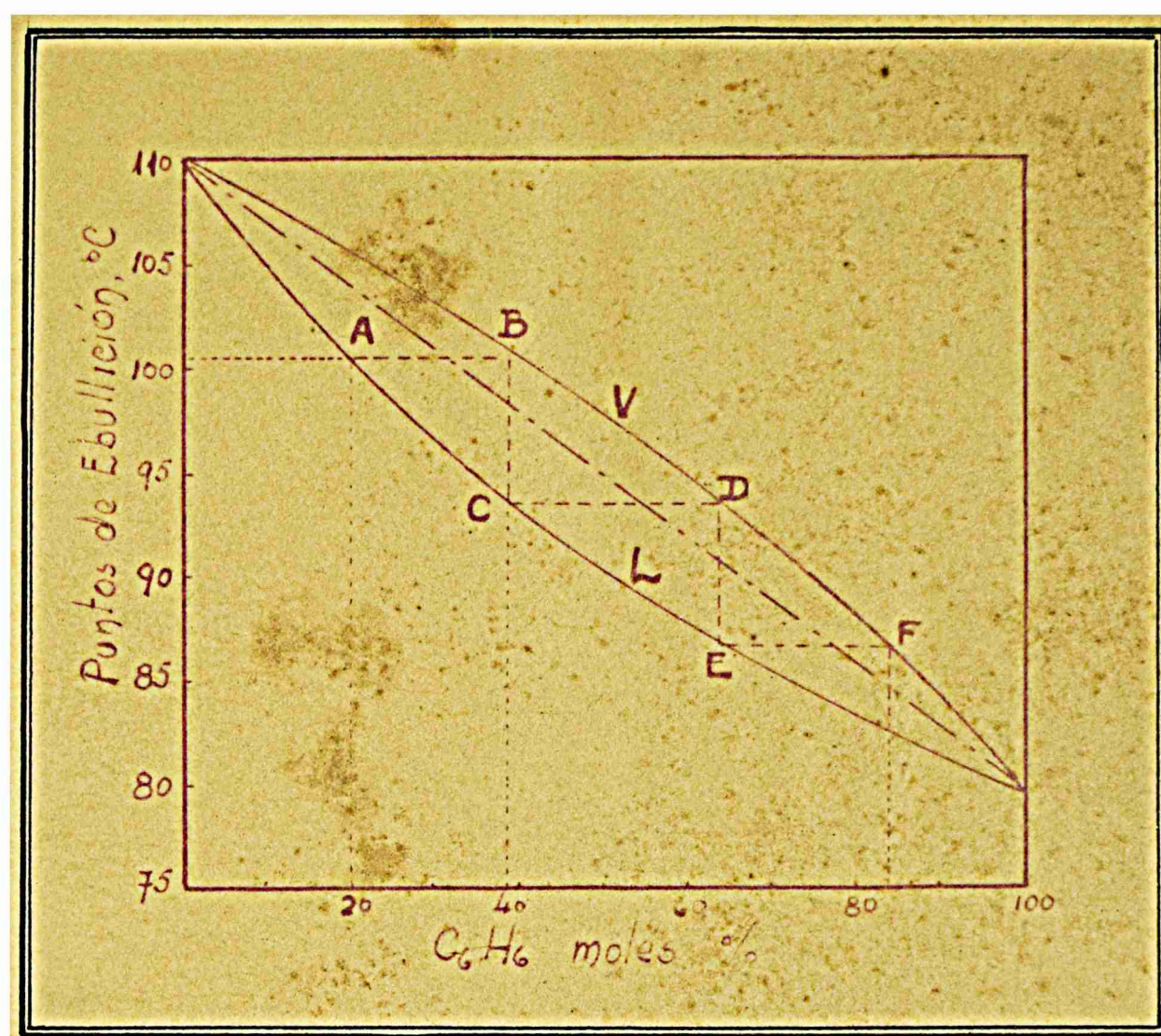


Fig. I

Si se calienta una mezcla de 20 % de benceno y 80 % de tolueno, se observa que hierve a $101^{\circ}C$ correspondiente al punto A de la curva de ebullición. La composición del vapor para esa temperatura corresponderá al punto B de la curva de composición del vapor de valor, 39 % de benceno y 61 % de tolueno.

Si se quitase este vapor al sistema y se condensa en un dispositivo apropiado, se obtendría un cierto grado de fraccionamiento, respondiendo éste vapor condensado a la composición de la mezcla líquida dado por el punto C. - Si el líquido de esta composición, se calienta, hierve a la

temperatura que marca el mismo punto, estando en equilibrio con vapores de composición D que pueden separarse y condensarse. En esta forma, se llega a producir un verdadero enriquecimiento de vapores de benceno por ebullición de la mezcla, separación de sus vapores, condensación de los mismos - en cada etapa y continuación de la operación hasta obtenerse benceno puro.

Clases de mezclas.

Para nuestro propósito, cabe considerarse dos tipos de mezclas: 1) Aquellas que cumplen la ley de Raoult, mezclas ideales (xx) y 2) Aquellas que se desvían de esta ley, mezclas no ideales. Las primeras permiten teóricamente ser separadas por destilación fraccionada, a ellas corresponde el ejemplo dado anteriormente. Las últimas, en cambio, no pueden fraccionarse más allá de un cierto punto, aún cuando sus puntos de ebullición y tensión de vapor de los componentes individuales, sean completamente diferentes. Tales mezclas, azeótropos de punto de ebullición constante, muestran curvas de equilibrio líquido y vapor de dos tipos, según se muestran en el gráfico (Fig. II), que interpreta el teorema de Gibbs - Konowalow, que nos dice " Si para una cierta concentración y presión determinada de una mezcla binaria, el punto de ebullición de la mezcla pasa por un máximo o un mínimo, dicha mezcla emite a esa temperatura un vapor saturado - para el cual la fracción molar del componente en fase líquida es igual a la fracción molar del mismo componente en fase vapor".

(xx) Se supone que las mezclas ideales son aquellas cuyos componentes son químicamente similares, donde las presiones críticas de los componentes sean iguales y que sus atracciones moleculares sigan una definida ley. Si a_1 y a_2 son las fuerzas de atracción molecular de los componentes específicos, la condición a cumplirse debe ser:

$$a_{1,2} = \sqrt{a_1 \cdot a_2}$$

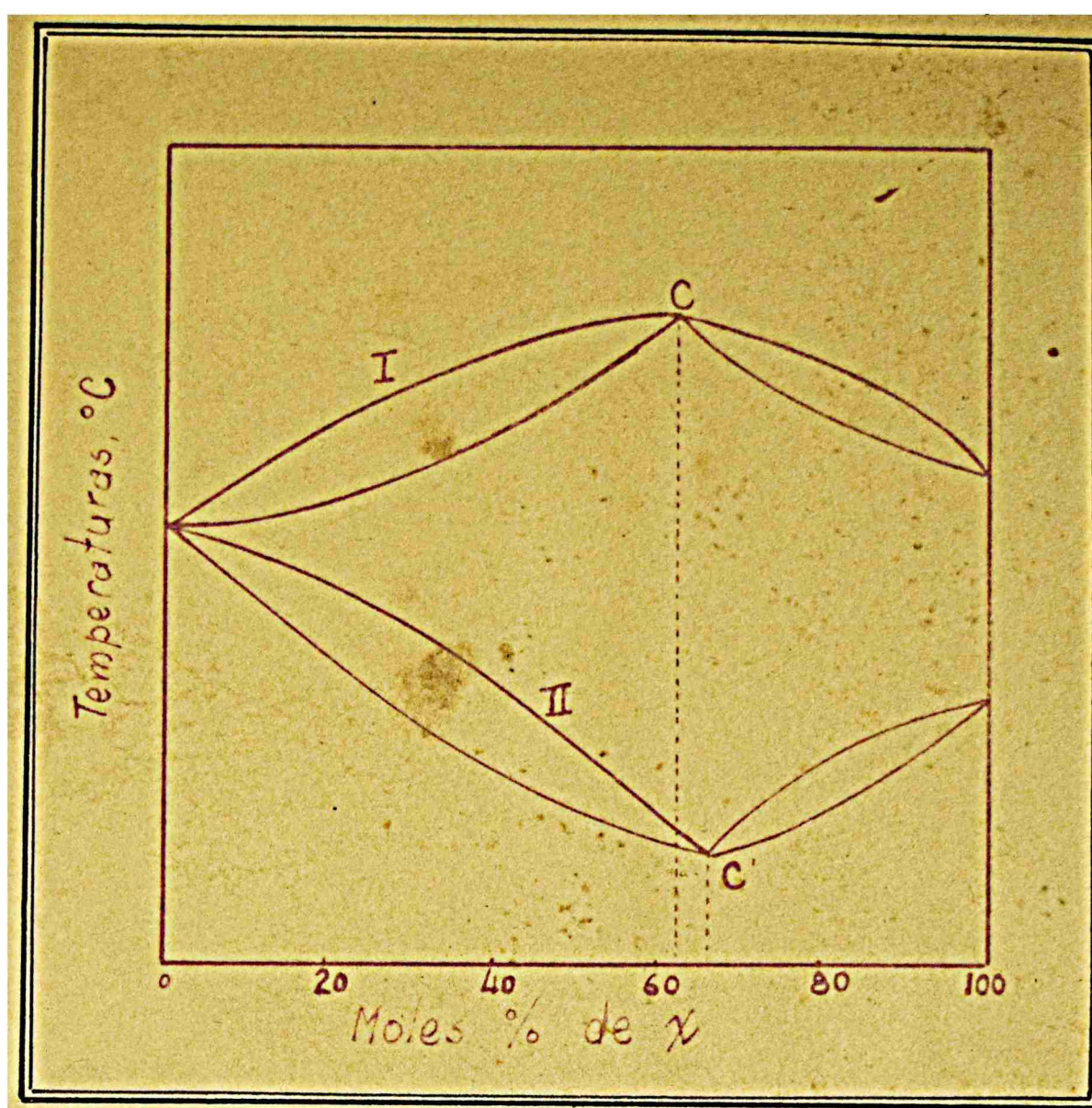


Fig. II

La curva I presenta un punto de máximo punto de ebullición, mientras que la curva II presenta otro de mínimo punto de ebullición. Las mezclas que responden a la primer curva poseen una desviación negativa de la ley de Raoult y las mezclas, dependientes de la segunda curva, poseen desviación positiva de la misma ley, con un azótropo mínimo. En el punto máximo C, las dos fracciones molares (líquido - vapor) son iguales y lo mismo ocurre en el punto C', por lo tanto no hay fraccionamiento. El punto máximo C de ebullición de la mezcla es superior al punto de ebullición de cualquiera de los componentes puros, y teniendo en cuenta el punto mínimo que presenta la curva II, se ve la posibilidad de destilar dos líquidos a una temperatura inferior a los puntos de ebullición de cada uno de sus componentes.

Elementos de cálculos para la destilación de mezclas binarias miscibles en todas proporciones.

El estudio de la destilación de mezclas de más de dos componentes, es altamente complejo, de aquí que para facilitar la discusión de los principios fundamentales de la destilación, es necesario considerar primero las mezclas de dos componentes.

La teoría aquí desarrollada no interviene más que para juzgar los medios a utilizarse en la práctica.

Las mezclas binarias miscibles en todas proporciones, que no tienen un punto de ebullición constante, representan la mayor proporción de los problemas de la destilación industrial. (3)

El análisis matemático en el proceso de la destilación, permite fijar las condiciones existentes en cualquier lugar de un dispositivo de fraccionamiento, en un tiempo dado y, conociendo estos factores es posible anticipar los resultados a obtenerse en el dispositivo considerado que opera con una mezcla líquida de composición conocida, como también la determinación de las condiciones ideales para obtener la óptima separación de la mezcla.

Hay dos leyes en estas consideraciones que merecen especial importancia, son la de Raoult y la de Henry anteriormente mencionadas, que aunque no son estrictamente aplicables para la exacta solución de los problemas de la destilación, son al menos, de sumo interés porque nos dan una guía de los principios fundamentales en las prácticas de destilación (4).

No menos importantes son: la Regla de las fases y la Ley de Dalton. La primera nos dice que: Para todo

sistema físico-químico se cumple la condición fundamental:

$$c \neq 2 = f \neq v$$

Si nos concretáramos al estudio de una mezcla binaria de 2 componentes perfectamente miscibles y -- siendo dos las fases tendríamos:

$$2 \neq 2 = 2 \neq v \quad v = 2$$

Se trataría de un sistema bivariable, pudiendo ser estas variables la presión y la temperatura, permaneciendo invariable la concentración; el sistema queda así definido.

La ley de Dalton nos dice que: en una mezcla de gases que no reaccionan entre sí, la presión total es igual a la suma de las presiones parciales de los componentes, siendo estas presiones parciales, la presión que ejercería cada uno de los componentes si ocupasen solo todo el volumen:

$$P = P_1 + P_2$$

Siendo

$$\frac{P_1}{P} = \frac{v_1}{V}$$

donde este segundo término es el porcentaje volumétrico que resulta ser numéricamente igual a la fracción molar y del componente más volátil en la fase vapor:

$$\frac{v_1}{V} = y = \frac{P_1}{P} \quad ; \quad P_1 = P \cdot y \quad (I)$$

donde, según la (I), la presión parcial de una mezcla se obtiene multiplicando la presión total por la fracción molar y .

Si consideramos la ley de Henry:

$$p = k \cdot x$$

siendo k la constante de proporcionalidad, cuyo valor se obtiene experimentalmente para cada clase de mezcla.

Un caso particular de la ley de Henry es la ley de Raoult que establece la relación entre la presión parcial, presión total y la fracción molar del componente más volátil en el líquido:

$$p = P^{\circ} \cdot x \quad (\text{II})$$

Suponiendo que los vapores obedecen a la ley de gas perfecto y relacionando las anteriores leyes se obtiene:

$$P \cdot y = P^{\circ} \cdot x \quad : \quad \frac{y}{x} = \frac{P^{\circ}}{P}$$

Si $k = \frac{y}{x}$ resulta: $k = \frac{P^{\circ}}{P} \quad (\text{III})$

k es la llamada "constante de equilibrio de vaporización" (5).

Para expresar el grado de separación en el fraccionamiento de una mezcla de dos componentes normales, se ha introducido un término convencional conveniente muy útil en las consideraciones teóricas de la destilación fraccionada, llamado "Volatilidad Relativa" α (6) cuyo valor está definido para una mezcla ideal, como la relación de la presión de vapor del componente más volátil y la presión de vapor del componente menos volátil a la temperatura bajo el cual el fraccionamiento es perfecto. A mayor valor de α la separación debe ser más fácil. El sistema n-heptano-nofil-ciclohexano cuyos componentes hierven a 98,4°C y 100,8°C respectivamente, tiene un $\alpha = 1,074$. No deba suponerse que dos clases de compuestos que tienen igual diferencia en sus puntos de ebullición, deban tener necesariamente el mismo valor α . Este valor es dependiente de la caída de la curva de presión de vapor y por lo tanto, del calor latente de los componentes.

Una mezcla de líquidos teniendo un $\alpha = 1$ evidentemente no puede ser separado por destilación fraccionada desde que las presiones de vapor fueron iguales.

Para un sistema no ideal:

$$\alpha = \frac{y_1 \cdot x_2}{y_2 \cdot x_1} \quad (\text{IV})$$

donde x_1 , y_1 = fracción molar del componente de más bajo punto de ebullición en el líquido y vapor respectivamente.

y x_2 , y_2 = fracción molar del componente de más alto punto de ebullición en el líquido y en el vapor.

Como puede observarse, las volatilidades relativas varían un poco con las temperaturas. Para los cálculos corrientes se hace uso de un valor medio de α ; pues el error introducido no es apreciable.

Para soluciones ideales donde α es mayor que 1,6 el valor debe variar alrededor del 1 % sobre el alcance del punto de ebullición de la mezcla. Para α de menor valor, en cambio, el error puede ser apreciable. Sin embargo como el valor de α aumenta, el alcance del punto de ebullición del sistema en estudio también aumenta y en consecuencia el error permanece al menos constante. Por ejemplo para el caso de platos teóricos calculados entre el mínimo y el máximo valor de α para un alcance de aproximadamente 100 platos, varía por solo una cantidad de 4 a 5 platos, dependiendo de la forma empleada en el cálculo.

Otro término introducido en el fraccionamiento de mezclas es el "Coeficiente de Actividad" γ que es usado para expresar las desviaciones de las mezclas idealizadas (7).

Si la actividad a es la fugacidad relativa o bien la relación entre la fugacidad de una sustancia en solución y la fugacidad en el estado puro, donde la fugacidad está a una presión de vapor ideal, idéntica a la presión parcial p bajo condiciones determinadas por las leyes del gas perfecto, el coeficiente de actividad γ es entonces definido como la actividad dividida por la fracción molar, o sea:

$$\gamma_1 = \frac{a_1}{x_1} \quad \text{y} \quad \gamma_2 = \frac{a_2}{x_2} \quad (\text{V})$$

Si los componentes obedecieran a las leyes de gas perfecto entonces la fugacidad y la presión parcial son idénticas, vale decir que:

$$\gamma_1 = \frac{p}{P_1 \cdot x_1} = \frac{P \cdot y_1}{P_1 \cdot x_1}, \text{ etc.} \quad (\text{VI})$$

donde P_1 = presión de vapor del componente puro.

y P = presión total.

Ordenando la ecuación (VI) tenemos:

$$y_1 = \frac{\gamma_1 \cdot P_1 \cdot x_1}{P} \quad y_2 = \frac{\gamma_2 \cdot P_2 \cdot x_2}{P} \quad (\text{VII})$$

y si estos valores se substituyen en el ecuación (IV), la relación entre las volatilidades relativas y el coeficiente de actividad está dado por la siguiente igualdad:

$$\alpha = \frac{\gamma_1 \cdot P_1}{\gamma_2 \cdot P_2} \quad (\text{VIII})$$

Si se diera el sistema ideal $\frac{\gamma_1}{\gamma_2} = 1$ resulta $\alpha = \frac{P_1}{P_2}$ que es la relación entre las presiones de vapor.

Cuando dos componentes no son miscibles los coeficientes de actividad de sus soluciones son mayores

que la unidad, y desde que el logaritmo de γ es positivo, se dice que el sistema sufre una desviación positiva de la ley de Raoult, como se dijo primeramente, formando un sistema con un punto de mínimo punto de ebullición. Si los componentes guardan entre sí gran afinidad, la desviación negativa a el sistema (pues el logaritmo de γ resulta aquí negativo) se traduce en un punto de máximo punto de ebullición (8).

Algunos métodos de cálculos en la destilación fraccionada.

Mediante los cálculos matemáticos en todo proceso de destilación, se persiguen las siguientes finalidades:

- 1º) La determinación de las condiciones existentes en algún lugar interior del dispositivo fraccionador en un tiempo dado.
- 2º) Conociendo las anteriores condiciones, determinar los resultados que deben ser obtenidos por una columna determinada cuando opera con una carga de mezcla conocida.
- 3º) Determinar las condiciones operatorias que deban dar una óptima separación de la muestra.

Son muchos los métodos conocidos aplicables a la teoría del fraccionamiento en columna para mezclas binarias. Pueden citarse los métodos de Sorel (9), de McCabe-Thiele (10), Lewis (11), Fenske (12), Savarit (13), etc. y, entre nosotros, el Nuevo Método Gráfico de José Piazza (14).

Fue Sorel quién introduce por primera vez la teoría matemática de la columna rectificadora para mezclas binarias, estudiando separadamente cada plato de una columna que considera en equilibrio. Cuando el equilibrio es logrado, el método puede ser aplicado sucesivamente de plato a plato operando con un sistema binario en columna de operación continua. El método es bueno, pero está basado en el análisis

sis algebraico de las condiciones de equilibrio existente entre un plato y el de arriba o debajo de aquél. Por lo tanto si conocemos las condiciones existentes en el plato tope y deseamos conocer las condiciones en 20, 30 platos debajo de aquél, se hace necesario substituir 20, 30 tiempos diferentes en la ecuación requerida.

Muchos trabajos posteriores modificaron al método de Sorel. McCabe y Thiele dan a conocer un método gráfico, reemplazando así los costosos métodos de Sorel y otros, del cálculo algebraico. Creemos oportuno dar aquí un resumen de los métodos citados primeramente.

Método de McCabe-Thiele

Por aplicación de iguales suposiciones - que el método Sorel resulta - que la relación entre y_n y x_{n+1} es una línea recta definida por la ecuación:

$$y_n = \frac{O_{n+1}}{V_n} \cdot x_{n+1} + \frac{D}{V_n} \cdot x_D \quad (1a)$$

- Donde: y_n : Fracción molar del componente más volátil en la fase vapor.
- x : Fracción molar del componente más volátil en la fase líquida.
- x_D : Fracción molar del componente más volátil en el destilado.
- D : Moles de destilado de cabeza quitado por unidad de tiempo
- V : Moles totales de vapor pasando de un plato al siguiente por unidad de tiempo.
- O : Moles totales de reflujo de un plato al siguiente por unidad de tiempo.
- n : Número de platos bajo consideración.

Esta línea recta con una inclinación igual a $\frac{D_{n,l}}{V_n}$ intercepta al valor $y = x$ que no es más que la diagonal de valor: $Y_n = x_{n,l} = x_D$.

Si la columna considerada operase continuamente y, si la carga de alimentación se introduce algo más arriba de la base de la columna, puede preverse una línea similar representativa de la ecuación:

$$Y_M = \frac{O_{m,l}}{V_M} \cdot x_{m,l} - \frac{W}{V_M} \cdot x_V \quad (2a)$$

donde: $W =$ moles de residuo por unidad de tiempo.

Dicha línea recta de inclinación O_M/V_M atraviesa la diagonal $x = y$ en el punto $x = x_D$.

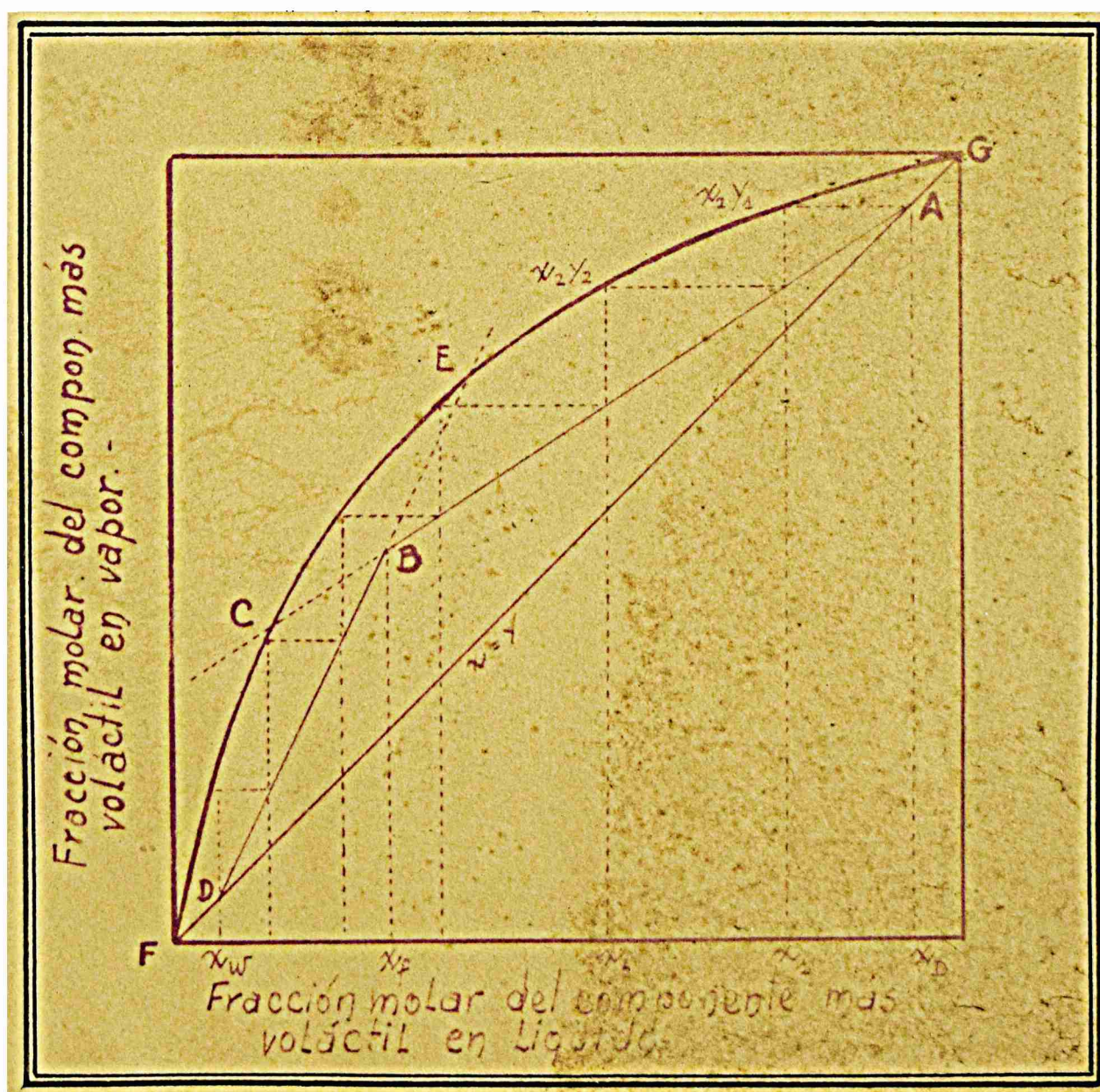


Fig. III

Como se observará en el gráfico que se acompaña (Fig. III), la línea FDAG de inclinación igual a 45° no es más que la diagonal $x = y$. La línea ABC de inclinación $0_M/V_M$ es la llamada "línea de enriquecimiento" correspondiente a la ecuación (1a), mientras que la recta DBE "línea de agotamiento" de inclinación $0_m/v_m$ corresponde a la ecuación (2a).

Ahora se puede resolver gráficamente el costoso método analítico de Sorol.

Conociendo la composición del producto, tenemos conocido el valor de x_D de la fracción molar del componente más volátil en el destilado. Puesto que en el plato tope el fraccionamiento de los vapores no tiene lugar, resulta $x_D = y$. El valor x_1 se obtiene trazando la horizontal a la abscisa en el punto $x_D = x$ hasta la diagonal $x = y$, obteniéndose el punto A.

Así como en las curvas de equilibrio líquido - vapor es fácil encontrar la composición del sistema por trazado de líneas verticales y horizontales resultando un verdadero escalonamiento; igual procedimiento seguimos aquí con la variante de que los escalones son ahora trazados entre la curva de equilibrio FCEG y las líneas de enriquecimiento y de agotamiento de tal modo que si x_1 es la composición del líquido en un plato, x_2 es la composición del líquido en el de abajo, x_3 es el siguiente, etc.

El diagrama aquí presentado es el correspondiente a una destilación continua, vale decir con una relación definida de reflujo $0_{M+1}/V_M$. En otros términos, el material que llega al tope de la columna es quitado en parte como producto, mientras el remanente torna a la columna en calidad de reflujo. Ahora si consideramos una columna frac-

cionadora bajo total reflujo, hallamos que el número de moles que vuelve a la torre es el mismo que el número de moles quitado en el tope de la misma; entonces:

$$O_{n+1} = V_n \quad \text{y} \quad \frac{O_{n+1}}{V_n} = 1 \quad (3a)$$

Con una inclinación O_{n+1}/V_n igual a 1, - las líneas de enriquecimiento y empobrecimiento AEC y DEE -- coinciden con la diagonal a 45° y el método de McCabe-Thiele resulta igual al que muestra la figura IV

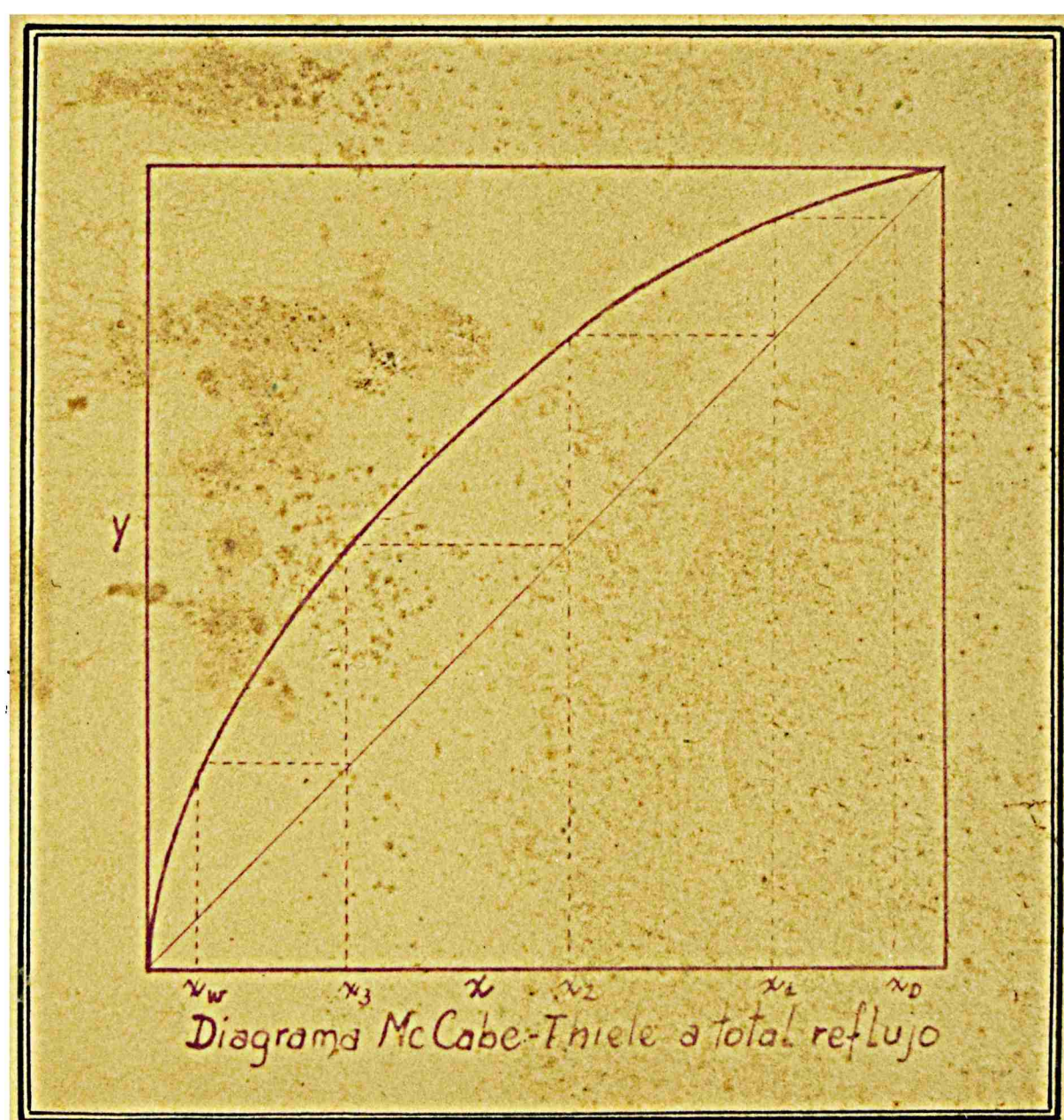


Fig. IV

Un nuevo método gráfico aplicado al fraccionamiento de mezclas binarias, es el propuesto por Kou Tsung y James Coull (15) cuyo carácter notable reside en la ausencia de la conocida curva de equilibrio L-V, que es substituída por un semicírculo y rectas trazadas sobre la base de los

puntos operatorios. Este método llamado "método eicográfico" muestra perfecta armonía con el método de McCabe-Thiele.

No obstante haberse establecido primeramente que para el estudio del comportamiento de una columna fraccionadora, los métodos del análisis matemático (métodos Sorrel, Lewis) resultan más costosos que los métodos gráficos, se conocen algunas ecuaciones de elemental sustitución que simplifican más aún estos últimos dando resultados satisfactorios comparables al método gráfico. Así Fenske (16) y Underwood (17) combinando las anteriores consideraciones analíticas al coeficiente de volatilidad relativa, para el caso de soluciones ideales, dan a conocer una ecuación aplicable a una columna operando a total reflujo en condiciones determinadas. Siendo α la volatilidad relativa y para cualquier plato puede escribirse la igualdad:

$$\frac{y_A}{y_B} = \alpha^n \frac{x_A}{x_B} \quad (4a)$$

Donde : x_A Fracción molar de A en líquido.

y_A Fracción molar de A en vapor.

x_B Fracción molar de B en líquido.

y_B Fracción molar de B en vapor.

n Número de platos teóricos de la columna.

Underwood le dió una expresión en esta

forma:

$$n = \frac{\log \frac{x_0 (1-x_n)}{x_n (1-x_0)}}{\log \alpha} \quad (5a)$$

Donde : x_0 = Fracción molar del componente más volátil en líquido.

x_n = Fracción molar del componente más volátil en vapor.

Del número de platos n calculado de la ecuación (5a) debe substraerse un plato correspondiente al q lambique (hervidor) que hace las veces de un plato. Ambas ecuaciones (4a y 5a) se reducen entonces a la forma más simple:

$$n+1 = \frac{\log\left(\frac{x_A}{x_B}\right) \cdot \left(\frac{y_A}{y_B}\right)}{\log.\alpha} \quad (6a)$$

Hasta aquí hemos considerado el caso de torres que operan a total reflujo. La ecuación propuesta por Smoker (18) permite en cambio prever el número de platos necesarios para efectuar una especificada separación a cualquier concentración deseada y a cualquier fijada relación de reflujo, y es aplicable, ya sea para un dispositivo discontinuo o para cualquier sección de un destilador continuo. La ecuación final es:

$$n = \frac{\frac{x'_0 \left(1 - \frac{m.C(\alpha-1)}{\alpha - m.C^2} x'_n\right)}{x'_n \left(1 - \frac{m.C(\alpha-1)}{\alpha - m.C^2} x'_0\right)}}{\log. \frac{\alpha}{m.C^2}} \quad (7a)$$

y donde m = coeficiente de la fórmula $y = m.x + b$ representativa de la "Operating line".

$C = 1 + (\alpha - 1)k$ Siendo $k = x$; $y = m.k + b$

y'_0 y x'_0 = representan un par de valores cualquiera sobre la recta "Operating line"; $y' = m.x'$

Para el caso de operación con reflujo total: $R = \infty$, $m = 1$; $b = 0$; $k = 0$; $C = 1$; y la ecuación de Smoker toma la forma:

$$n = \frac{\log. \frac{x_0(1-x_n)}{x_n(1-x_0)}}{\log. \alpha} \quad (8a)$$

que es conocida como una de las formas de la ecuación de Fongke.

El método gráfico propuesto por Piazza (19) contempla la posibilidad de determinar directamente, sobre la conocida curva isobárica de equilibrio de mezclas binarias, cuyos componentes son de carácter químico distinto, las condiciones de funcionamiento de una columna. Resulta fácil la aplicación del método, estima el autor, para los casos de la rectificación continua e intermitente de mezclas binarias, para determinar directamente y con rapidez, la influencia de las variables entre sí, lo cual facilita una elección rápida de las condiciones óptimas de construcción y de trabajo de la columna. Sobre los gráficos correspondientes, pueden leerse directamente el reflujo mínimo, el número de platos, la temperatura, el fraccionamiento y la composición del líquido de cada plato, como así también la composición del vapor sobre el líquido.

Paralelamente, en su contribución al estudio de la destilación fraccionada, presenta una forma rápida para calcular la curva de equilibrio, la temperatura, composición del líquido y composición del vapor de una mezcla determinada, sometiendo la mezcla a una destilación simple, durante la cual se determinan solamente las temperaturas del líquido en ebullición, de los vapores que destilan, cantidad de mezcla en el balón y la cantidad del componente que interesa. Este procedimiento ha sido comprobado experimentalmente por el autor (20).

Un método rápido para medir la eficacia de una columna es el de Rosanoff y Easley (21).

Consiste en determinar la altura equivalente de un plato teórico (H.E.T.P.) que para el caso de torres llenas (22) el H.E.T.P. no es más que la longitud del relleno necesario para realizar el trabajo de un plato teórico. Para que un plato sea teóricamente perfecto es necesario que los vapores estén en la fase de equilibrio con el líquido -- que lo atraviesa. El método que es el aconsejado por Morton (23) fué el aplicado a nuestras determinaciones, cuyos detalles se dan en la parte práctica correspondiente.

La determinación se realiza con muestras de Denceno y Tetracloruro de Carbono puro que es la más apropiada para las columnas del tipo que se desea ensayar. Desde que una muestra de vapor condensado tomado en la parte superior de la columna debe estar en la fase de equilibrio con una muestra tomada a fondo, puede determinarse la composición correspondiente, y los valores llevarlos sobre los gráficos de Rosanoff y Easley (21) y sobre esto, se dibujan una serie de escalones entre las curvas de composición del vapor y del líquido, siendo el número de estos escalones menos uno, el número total de platos teóricos.

Estando operando la columna con la mezcla $C_6H_6 - CCl_4$ debe concederse tiempo suficiente para alcanzar las condiciones de equilibrio antes de extraer la muestra.

Mezclas de estos dos componentes, son menos susceptibles los errores propios de la operación, así lo demuestran sus autores, aparte de la posibilidad de obtenerlos perfectamente secos y puros.

Pueden emplearse para esta determinación mezclas de hidrocarburos, pero su comportamiento no es razo-

nablemente constante, en cambio, no ocurre esto con la muestra primera. El comportamiento distinto de la mezcla $C_6H_6-CCl_4$ parece debido a las amplias y diferentes propiedades físicas y químicas de estos dos componentes.

b) DISPOSITIVOS DE FRACCIONAMIENTO PARA LABORATORIO : COLUMNAS.

La elección de la columna apropiada para los fines de fraccionamiento de una operación determinada, depende de varios factores:

- 1º) La cantidad de material a destilarse.
- 2º) La relativa presión de vapor o diferencias en los puntos de ebullición de los componentes.
- 3º) La calidad de separación deseada.
- 4º) El punto de ebullición verdadero de los componentes.
- 5º) La presión a la cual debe realizarse el fraccionamiento.

Generalmente, el fraccionamiento de una mezcla se realiza en los laboratorios para lograr dos propósitos: analizar la mezcla o purificar uno o más de los componentes que la integran. En cada caso, lo importante es conseguir una columna capaz de separar la mezcla en fracciones, a veces mínimas cantidades de la sustancia pura en las cuales constituye el componente más importante de la primitiva mezcla.

A veces la destilación debe adaptarse a una columna disponible, en este caso lo importante es que la misma cuente con el mínimo número de platos teóricos requeridos. Un gran número de platos teóricos en una columna exige una menor relación de reflujo para poder cumplir su cometido; un exceso de eficiencia puede aumentar el equilibrio de la columna por decrecimiento de la velocidad de reflujo, vale decir, aumentando la velocidad de salida o disminuyendo el tiempo de destilación. Como una ley general, puede decirse que la relación de reflujo debe ser aproximadamente igual al número de platos teóricos determinado por la columna, --

cuando opera a total reflujo.

En los laboratorios comunes el tamaño de las columnas usuales, no debe ser muy grande. Resulta suficiente disponer de tres columnas correspondientes a 15, 50 y 100 platos teóricos con capacidad para 10 a 500 cm³. Se dispone así de un equipo suficiente para fraccionar casi todas las muestras que puedan presentarse.

El H.E.T.P. (Height Equivalent Theoretical Plate) de un tipo determinado de columna, debe ser considerado antes, especialmente si el número de platos requeridos es muy elevado. Son frecuentes en los laboratorios las columnas de Vigreux, Hempel, Wurtz, Glinsky, Poor, Le Bell - Henninger, Young, etc. Las columnas de vidrio rellenas son las más asequibles para el laboratorio, aparte de su resistencia a la corrosión. Además las columnas rellenas mantienen el "Throughput" (Velocidad de fraccionamiento) mucho más constante.

Los factores que afectan las características operantes de una columna, pueden dividirse en 2 clases: 1^o) aquellos que son inherentes a su construcción, tales como la altura, diámetro, relleno, etc.; 2^o) Los que son partes de la operación, tales como, relación de reflujo, throughput, etc.

No hay una demarcación firme entre uno u otro grupo, por ejemplo: la altura y el throughput afectan ambos la caída de presión. Por esto se acostumbra considerar el efecto de cada variable con respecto a los demás factores para cada tipo de columna (24).

Se conocen columnas de fraccionamiento de alto grado de perfección, llegando algunos grupos a la separación de compuestos que difieren (entre sí en los B²C, en -

sus puntos de ebullición. En todos los casos la fineza de una separación dependerá del relleno, del aislamiento de la relación de reflujo, de la altura de la columna, etc.

Un fraccionamiento eficiente se consigue teóricamente llevando la operación en condiciones adiabáticas porque de establecerse excesivos enfriamientos, no podría producirse el equilibrio necesario entre el líquido que refluye y los vapores que ascienden.

Como productos aislantes adecuados se usan corrientemente envolturas de amianto, magnesia, etc. Para líquidos que hierven a bajas temperaturas resulta eficaz una camisa plateada aislante, en la cual se ha hecho el vacío (25). Aislamientos capaces de cumplir excelentes condiciones adiabáticas son los de Fenske, Quiggle y Teugberg (26); el sistema de Kistiakowsky (27) de la doble pared; el aislamiento empleado por Doran (28) que imita a las del tipo industrial, etc.

Las columnas sin relleno tienen en general un uso más limitado, sin embargo, síguense aplicando en los laboratorios. Estas columnas proporcionan una velocidad de fraccionamiento (throughput) más rápida y es de más simple operación y fácil construcción; por esta se las prefiere a una columna rellena, sobre todo cuando las diferencias en los puntos de ebullición son notables, evitan las pérdidas por arrastre y dan en esos casos separaciones satisfactorias (29).

En cuando a los tipos de rellenos en columnas fraccionadoras para laboratorios, numerosas son las publicaciones sobre trabajos realizados. Los anillos de Lessing encuentran verdadera efectividad en columnas según los trabajos de Peters (30), Leslie y Corriese (31). Eficiencias superadas encontró Fenske y colaboradores (32) en opera-

ciones de laboratorio empleando rellenos de espirales de alambre de hierro o de vidrio. Relleno formado por una espiral continua de alambre que responde a determinado calibre emplea Podbielniak (33) en sus trabajos.

Las columnas de platos parecen presentar algunas dificultades en lo que a su construcción respecta para los tipos laboratorio aparte de presentar una mayor retención de líquido. Si embargo Brunn (34) da a conocer una columna de este tipo y reúne condiciones de trabajo bastantes satisfactorias. Las condiciones de trabajo son marcadamente precisas. A este mismo tipo de columnas responden las construidas por Gthmer (35), Paikin (36) y Olderslaw (37).

Conocida es la influencia que implica en el número de platos teóricos, el aumento de la altura de una columna; sin embargo, el aumento del valor del plato no es siempre directamente proporcional al aumento de longitud. La razón de esta falta de constancia reside en que en las columnas largas hay mayor facilidad para que tenga lugar las "canalizaciones". Acentuándose este efecto cuando los rellenos están desparejadamente distribuidos y a medida que se reduce el diámetro de la columna.

Los principios de la rectificación muestran que una columna fraccionadora capaz de dar los más altos grados de enriquecimiento debe operar, como se dijo, adiabáticamente y, para las operaciones más simples, deben estar provistas de reflujo en el tope. La proporción del "Holdup" en la columna debe ser tan pequeña como sea posible y otro factor decisivo es la relación de reflujo, entendiéndose por tal, la cantidad de líquido que vuelve a la columna respecto a la cantidad de destilado que se recoje.

A las columnas tipo Vigreux pueden clasificarse

ficarse entre las columnas de relleno porque sus paredes dentadas permiten al relleno del espacio interior suministrando una superficie mayor en las que se establecen las condiciones de equilibrio. Desde el punto de vista de la facilidad de operación, construcción, eficiencia relativa y velocidad de fraccionamiento esta columna es probablemente la más práctica para uso del laboratorio experimental, por esto la hemos adoptado en nuestras experiencias. La camisa de la columna no necesita ser calentada a la temperatura de reflujo como puede hacerse con otras columnas; en su lugar la temperatura debe estar debajo de la temperatura de relleno a unos 25°C, puesto que no hay verdadera superficie de relleno las paredes del tubo son usadas como áreas de contacto. Por lo tanto las paredes de la columna deben estar a una temperatura tal que pueda en ella condensarse una apreciable cantidad de material dando oportunidad para que el flujo líquido descendente se ponga en contacto con los vapores ascendentes. Para materiales que hiervan entre 60 - 70°C, por ejemplo, puede fraccionarse en una columna que tenga solamente una camisa de aire como aislante, sin que se produzca pérdida apreciable de eficiencia. Para líquidos de punto de ebullición no muy elevados, son aconsejables los aislamientos de magnesia, amianto, etc.

A partir de los tipos de material aislante y relleno hemos construido una columna de este tipo que cumple con toda eficiencia el fraccionamiento perseguido, y cuyas características se dan a conocer en la parte experimental correspondiente.

II)

COLUMNAS ROTARY DE DESTILACION

En lugar de las columnas de fraccionamiento hasta aquí tratadas, se han dado a conocer varias columnas de destilación, tipo rotary que pueden reemplazar ventajosamente a las anteriores. A continuación se da un esquema de las mismas. A la parte central de estas columnas se le imprime un movimiento de rotación, el cual, por efecto centrífugo, permite dispersar la fase líquida y vapor a través de las paredes, obligando un contacto íntimo entre dichas fases. Se aumenta así el coeficiente de difusión de la fase gaseosa, condición dada por Westhaver (33) en su teoría de la rectificación que para el caso de las columnas comunes que operan a una temperatura y composición líquida-vapor dada, el coeficiente de difusión es substancialmente constante. Cambiando el flujo laminar por un flujo turbulento, se incrementa dicho coeficiente y es esa la finalidad que tiene la columna rotativa.

Entre las principales columnas conocidas que responden al principio enunciado está la de Lesesne y --Lochte (39), provista de banda central rotativa y que gira a proximadamente a 1.000 r.p.m. Se trata en realidad de una semi-micro columna de fraccionamiento ya que puede separarse completamente una pequeña carga como serían 2 ml. de la mezcla metanol-agua en partes iguales. El líquido retenido en la columna es mínimo por lo tanto, es aplicable solo para los ensayos de laboratorio. La eficiencia es dependiente del contacto obtenido entre las fases líquido-vapor en el espacio anular, por efecto de la velocidad de rotación de la banda que es accionada por un motor eléctrico. Además la columna está diseñada para operaciones de alto vacío. Los resultados

prácticos obtenidos, permiten observar que la velocidad de rotación no tiene un efecto marcado sobre el valor del plato teórico de la columna.

Igual carácter presentan las columnas de conos rotativos de Huffman y Huey (40), que ellos aplicaron para la separación de agua pesada del agua común. Tiene 35 pies de altura con 621 pares de conos metálicos alternados y opera teóricamente con 500 platos.

Con la misma aplicación Podbielniak (41) da a conocer un fraccionador centrífugo de rotación horizontal, capaz de producir hasta 30 litros por hora de agua pesada.

Para operaciones de alto vacío, Hickman y Nees (42) han ideado un aparato que opera aproximadamente a 400 revoluciones por minuto.

Willingham, Sedlak y Rossini (43) describen detalladamente una columna rotativa de destilación para prácticas de laboratorio, en la cual la sección rectificadora lo constituye un espacio anular formado entre la superficie interior de un cilindro, externo fijo y la superficie exterior de un cilindro rotativo encerrado en el anterior, cuyo diámetro externo es de 75 mm. y de 534 mm. de altura. Estas columnas que llegan a alcanzar hasta 4000 r.p.m. presentan una disminución en el número de sus platos teóricos, cuando operan a presión reducida y bajo "holdup".

Piazza (44) da a conocer el efecto de fraccionamiento de una espiral plana sobre un plato giratorio que está calentado constantemente en su parte inferior por los vapores que entran en el espacio cerrado por una caja metálica. El principio de pared fría y caliente es aquí creado por un adecuado sistema de enfriamiento de la tapa superior, y cuyos detalles pasamos a desarrollar detenidamente.

Características del Aparato Destilador de Piazza para uso de Laboratorio

El Dr. José Piazza, profesor de la Facultad de Química Industrial y Agrícola de la Universidad Nacional del Litoral, viene trabajando desde hace años sobre los problemas de la destilación en general, orientado especialmente al propósito de crear métodos adaptables a las condiciones regionales. Sus numerosas publicaciones al respecto nos han permitido seguir muy de cerca los resultados obtenidos en su permanente estudio experimental de la destilación.

A los primeros estudios de la destilación de soluciones alcohólicas, flegmas aceto-butíricas, mostos, etc., realizados con sus dispositivos en espiral, sea éste con eje vertical y movimiento excéntrico (45) (46), sea con el aparato de espiras, patente argentina n° 43.603 (47) (48) (49), sea con el destilador a espiral con eje inclinado respecto al plano de la excéntrica (50) o con espirales de movimiento oscilante y excéntrico (51) se agrega el dispositivo centrífugo de destilación de elevados coeficientes de transmisión calórica y gran superficie de contacto el cual es motivo de nuestro trabajo experimental.

Este dispositivo está constituido respetando 2 condiciones fundamentales: elevada transmisión de calor y gran superficie de contacto.

Analiza Piazza los conocidos métodos cuantitativos para determinar las condiciones de funcionamiento de un fraccionador, tales como el de Mc Cabe y Thiele, Savarit, Keelson, todos ellos basados sobre la suposición que los intercambios de materia y de calor que se efectúan entre las fases, conducen a la obtención de ciertas temperaturas, las

cuales corresponden a las condiciones teóricas de equilibrio.

Según Piazza (52) esta interpretación es incorrecta y estima que: " no es el intercambio de materia o " de fases lo que conduce a determinadas temperaturas de equi " librio, sino la diferencia de temperatura en una determi " na región del sistema lo que da origen a los intercambios " de materia entre las fases."

Creemos oportuno transcribir aquí las con sideraciones en la cual fundamenta la construcción del apara to destilador centrífugo.

" Un dispositivo de fraccionamiento tiene " que ser interpretado como un sistema de contracorriente en " tre una fase líquida y una fase vapor en el que existe un " gradiente de temperatura; en el caso de que el sistema tra " baje en forma adiabática este gradiente entre los límites " del sistema es rectilíneo".

" La figura V (lado izquierdo) represen " ta el diagrama temperatura-composición del sistema binario " alcohol-agua a la presión atmosférica. Sobre este par de " curvas se ha calculado según nuestro método gráfico (x) - " (xx) tomando como base un determinado reflujo, el número " de elementos necesarios para alcanzar un determinado efec " to de fraccionamiento. Como se observa, necesita nueve es " calones o platos para llevar el alcohol desde el 10 % has " ta el 84,5 %. A cada escalón corresponde un salto de tem " peratura que se va reduciendo a medida que aumenta el títu " lo del alcohol. En el lado derecho de la figura se repre " sentan las variables t^u y n , siendo n el número de escalo " nes o platos. Si la columna trabaja adiabáticamente el gra

(x) José Piazza. Revista de la Facultad de Química. Vol. 7, - pág. 1 a 8 (1938).

(xx) José Piazza. Industria y Química; 1; 161; (1936).

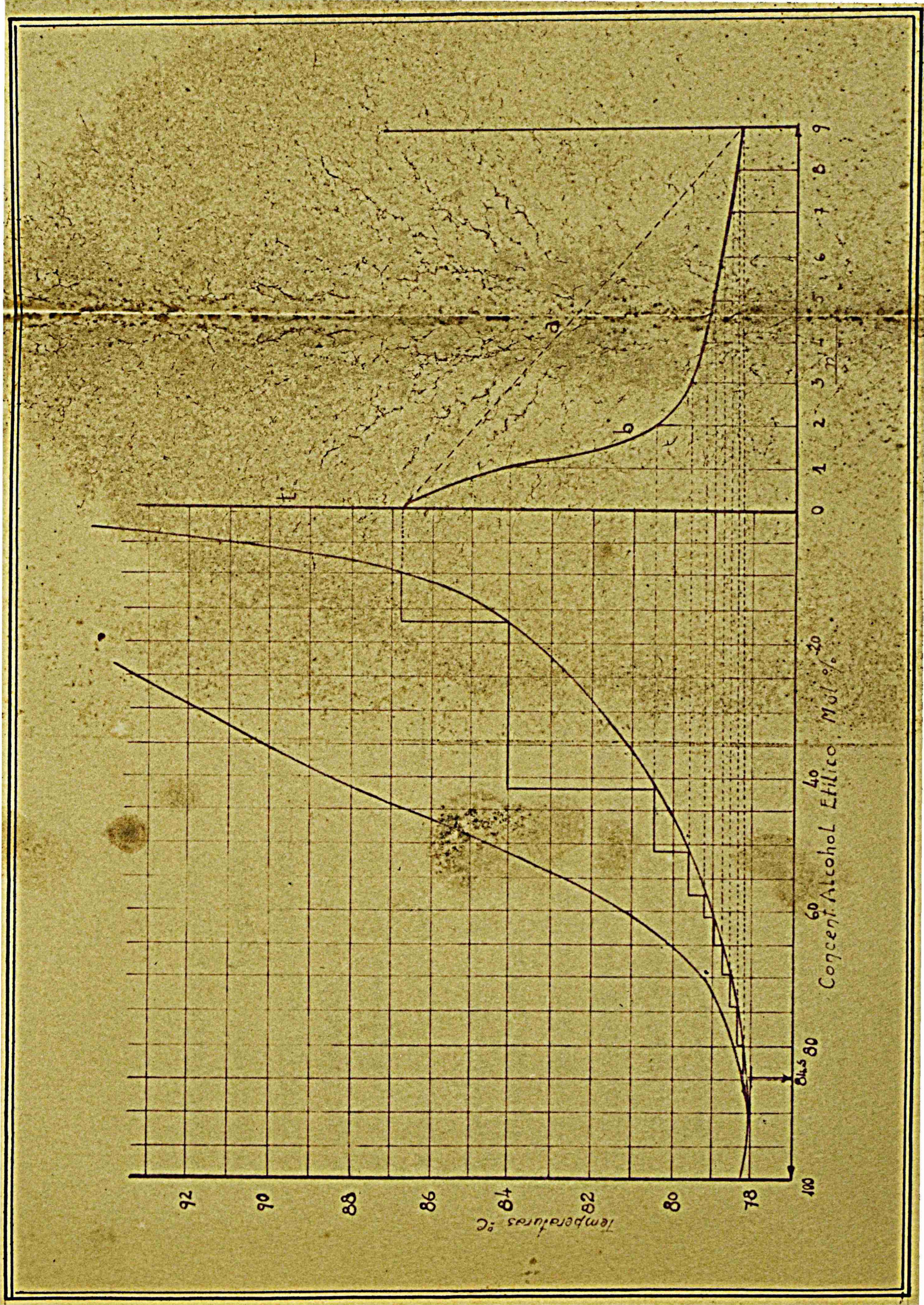


Fig. V

" diente de temperatura está representado por la línea g -
 " Por cada plato o unidad de altura corresponde un salto de
 " temperatura uniforme. Si Δt es el gradiente total de tem-
 " peratura, tendremos la relación:

$$\frac{\Delta t}{n} = \text{constante}$$

" Para que se empleen las condiciones de
 " equilibrio representadas por el gráfico de la izquierda, el
 " gradiente de temperatura no puede ser la línea g (que re-
 " presenta el funcionamiento adiabático) sino éste tiene -
 " que responder a la línea h , diferente de la función lineal
 " No hay razones para que el gradiente de temperatura repre-
 " sentado por la curva h se produzca espontáneamente en la -
 " columna; la caída es rectilínea pues el sistema es adiabá-
 " tico sin producción apreciable de trabajo interior. Por es-
 " tas razones solamente cuando el gradiente de temperatura -
 " corresponde a la curva h , podemos afirmar que el funciona-
 " miento del dispositivo se acerca a las condiciones ideales
 " de fraccionamiento".

" Es imprescindible entonces provocar este
 " gradiente regulando la temperatura del reflujo a distintas
 " alturas de la columna mediante acciones exteriores. Sabemos
 " que el fraccionamiento es máximo cuando el reflujo lo
 " es en todas las secciones de la columna. Esta será la pri-
 " mera condición de funcionamiento del dispositivo, pero no
 " suficiente para acercarnos a las condiciones ideales que -
 " solamente se alcanzarán regulando la temperatura de este re-
 " flujo de acuerdo a la curva h de la figura anterior ". (x)

" Como ya lo hemos hecho notar, el valor
 " de Δt disminuye a medida que aumenta el grado alcohólico

(x) José Piazza. Investig. sobre destil. de mezclas. Industria
 y Química. 7; 87-94; (1945).

" en los platos, por otra parte el establecimiento del equili-
 " brio entre las fases está ligado con un intercambio calóri-
 " co Q , que debido a la continua disminución del salto de tem-
 " peratura se producirá siempre con mayor dificultad a medida
 " que aumenta el grado alcohólico de las fases. Para garanti-
 " zar que en cada escalón se realice este intercambio calóri-
 " co Q tenemos las siguientes posibilidades:

" 1ª) Incrementar el valor Δt

" 2ª) Aumentar la superficie de contacto g .

" 3ª) Aumentar el coeficiente de transmisión calórico k entre
 " las fases, pues el calor Q intercambiado es directamen-
 " te proporcional a estas tres magnitudes:

$$Q = k \cdot s \cdot \Delta t$$

" Estudio de Δt

" La figura VI repite la curva $p : t = f(n)$
 " anterior si en cada elemento aumentamos el gradiente Δt por
 " calefacción y enfriamiento sucesivo, la curva p en su parte
 " inferior se transforma en la curva p' con perfil dentado.
 " Con este principio aumentamos entonces la velocidad del -
 " establecimiento del equilibrio.

" En las páginas sig^{se} explicaré como se -
 " realiza experimentalmente esta condición.

" Aumento de S :

" Si llamamos g a la superficie específi-
 " ca o el contacto (x) podemos establecer las siguientes --
 " ecuaciones:

$$S = \frac{S}{V_1 + V_g}$$

" siendo V_1 el volumen del líquido y V_g el volumen de vapor
 " que circulan en el sistema por unidad de tiempo.

(x) José Piazza. Anal. Inst. Inv. Cient. y Tecnol.; 7; 43
 y 48; (1935).

" El volumen V del líquido que corresponde a la superficie específica A está dado por la relación:

$$V = A \cdot \delta$$

" siendo δ el espesor del film.

" Para una determinada cantidad de líquido podemos aumentar el contacto sacrificando el espesor del film:

$$\delta = \sqrt[3]{\frac{3 \eta_0 G_r}{\gamma}}$$

" siendo G_r la cantidad de líquido que escurre por segundo y por metro de ancho de pared; γ su densidad y η_0 su viscosidad.

" La velocidad media w_m de escurrimiento es igual a

$$w_m = \sqrt{\frac{G_r}{3 \gamma \eta_0}}$$

" La superficie de contacto puede también formarse por efecto de burbujeo del vapor en el líquido; en este caso se realiza un proceso de absorción del vapor en forma de burbujas, renovándose continuamente la película del líquido, mientras que en el primer caso o sea en la formación de un film es más bien la película de gas la que se renueva continuamente.

" Se deduce entonces que el sistema ideal de una superficie de contacto está representado por una combinación de estos dos principios.

" La subdivisión excesiva del líquido en cierra el peligro de arrastre por el vapor en contracorriente; si llamamos P el peso de la gota que se ha formado, g la aceleración, v la velocidad del vapor, γ la densidad del vapor, f la sección de la gota; para que no haya arrastre es necesario que:

$$P > \frac{n.f.\gamma.u^2}{2g}$$

" siendo a un coeficiente de proporcionalidad.

" Si n es el número de gotas arrastradas
 " n.f. representa la superficie de estas gotas expuestas al
 " vapor y a su vez es proporcional a la superficie especifi-
 " ca, lo que demuestra que la probabilidad de arrastre aumen-
 " ta con la superficie específica; por estas razones no nos
 " queda otro recurso, para evitar el efecto de empuje del vien-
 " to sobre la película, que adherir la misma sobre el cuerpo
 " de contacto o aumentar su peso por efecto centrífugo, solo
 " esto permite incrementar g; de acuerdo a estas considera-
 " ciones hemos creado un aparato que no solamente satisface
 " a estas condiciones sino además precipita inmediatamente,
 " adhiriendo sobre la superficie de contacto, las gotas en el
 " caso de que éstas se hubieran despegado del film por efec-
 " to del arrastre de vapor (x).

" Aumento de k.

" Este valor que representa el coeficien-
 " te de transmisión calórica, aumenta con la velocidad recí-
 " proca entre las fases. Hay todo interés en aumentar esta
 " velocidad pues significa también una mayor cantidad elabo-
 " rada por unidad de equipo; esta velocidad tiende a un va-
 " lor límite, arriba del cual el efecto de arrastre produce
 " el fenómeno llamado de "flooding" que anula la contracor-
 " rriente entre las fases. Como lo hemos demostrado, si au-
 " mentamos el peso aparente del film por acción de la fuerza
 " centrífuga, la velocidad límite será mayor y con esto aumen-
 " tamos el valor de k.

(x) Piazza José, Ens. de Precipitación de aerosoles. Anal.
 Soc. Cient. Arg. 137-53 (1944).

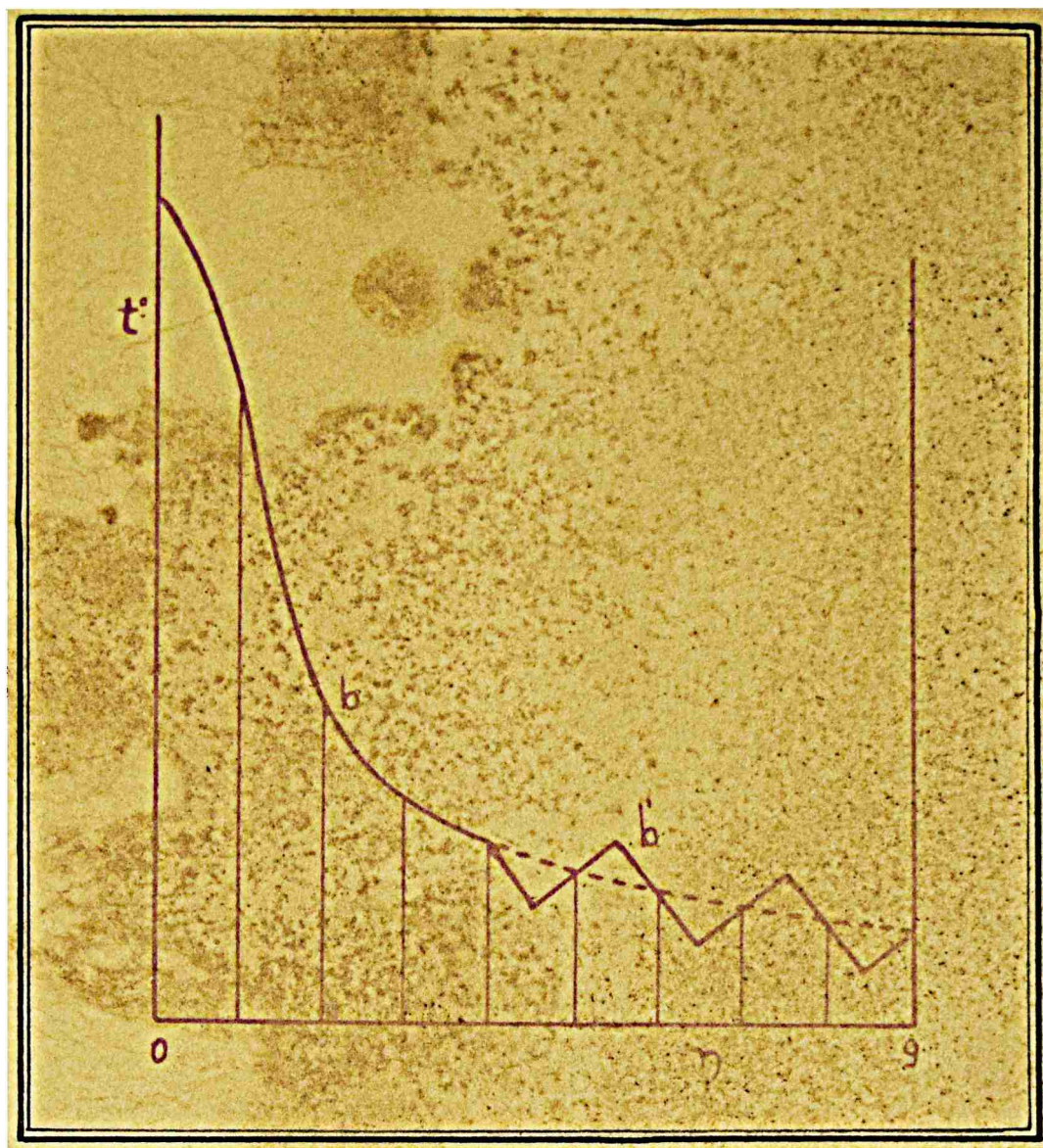


Fig. VI

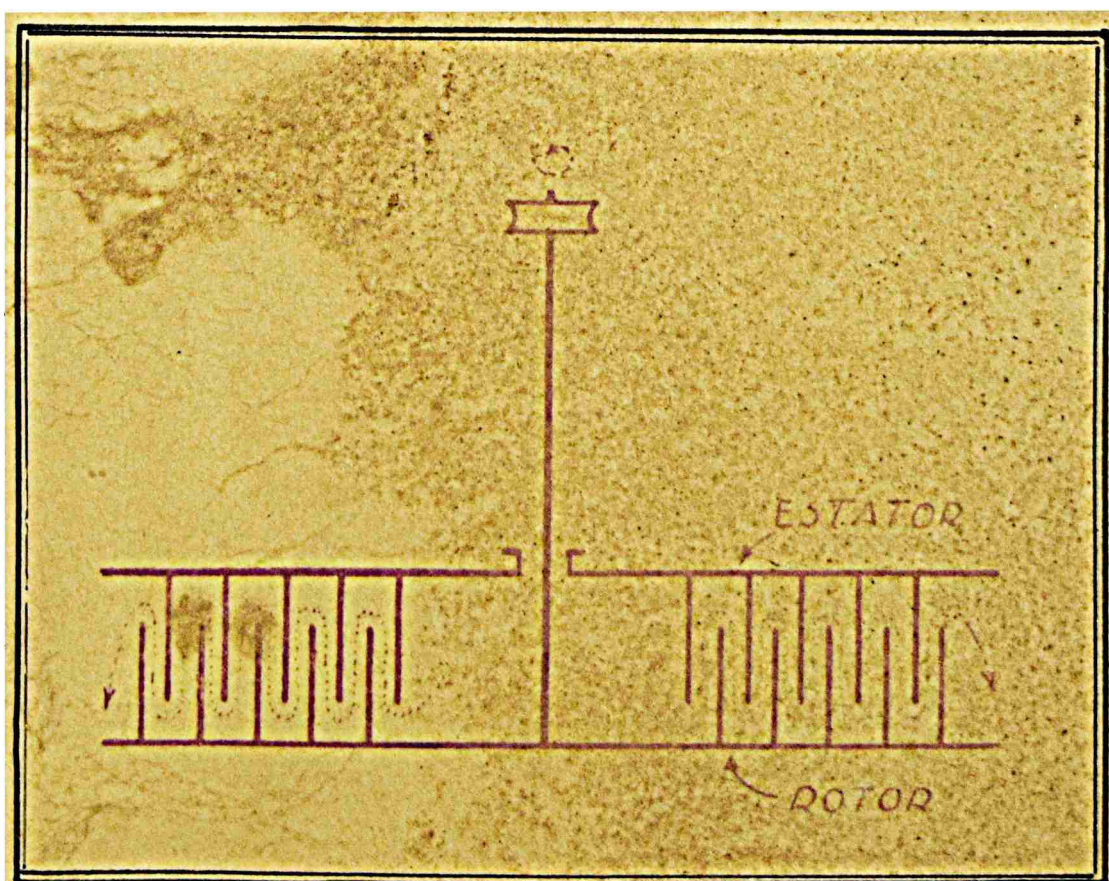


Fig. VII

" Cantidad de líquido retenido en el dispositivo".

" Esta cantidad que llamamos retención -
 " (Hold up) tiene mucha importancia en el fraccionamiento, -
 " pues de ella depende el tamaño de la columna y la contra--
 " presión del vapor que circula en contracorriente; en la des-
 " tilación intermitente si la cantidad de líquido retenido -
 " en la columna es mínimo se alcanzará más fácilmente una se-
 " paración cuantitativa de los componentes. En la destila-
 " ción continua un valor bajo de retención de la fase líquida
 " permitirá un alcance rápido de las condiciones de estabili-
 " dad en un sistema de columnas.

Numerosas transformaciones ha sufrido el aparato destilador de Piazza desde su primitiva concepción, de acuerdo a lo aconsejado con la experiencia y con el propósito de darle aplicación industrial apropiada, como así - también de fácil adaptación en cualquier sitio, cuando se lo emplea en los laboratorios.

Contemplando el aumento de la superficie de contacto s y del coeficiente de transmisión calórico k el aparato destilador Piazza funciona según el siguiente principio: (x)

" Se trata de un sistema formado por un
 " rotor en la parte inferior y un estator (fig. VII). El -
 " rinero está formado por un plato giratorio con un sistema
 " de anillos concéntricos que se adaptan y penetran en un
 " sistema de anillos concéntricos análogos al estator. La -
 " fase líquida que entra o se condensa en la parte céntrica
 " del dispositivo, por efecto centrífugo, recorre el sistema
 " desplazándose hacia la periferia en forma de zig-zag entre
 " los anillos; la fase vapor, por el contrario, se desplaza
 " en sentido inverso si hacemos actuar sobre la misma una di-

(x) Piazza José; Industria y Química. Vol. VII, nº 3, 87-94 (1945).

* ferencia de presión desde la periferia al centro.

Por la multiplicidad de su empleo, Piazza llama "contator" al conjunto estator-rotor.

Dispositivo Piazza para la destilación fraccionada intermitente, tipo laboratorio.

La figura VIII que se acompaña representa un corte longitudinal del aparato destilador que se ha empleado en nuestras experiencias. Tomemos las palabras del autor dadas para explicar el dispositivo (59) "Consta de una caja -1- de fondo bombeado en cuya parte inferior desemboca un conducto -2-. Dicha caja se cierra con una tapa plana -4- a la que se ajusta en forma hermética por una guarnición, presentando la citada tapa un orificio central por la que penetra un eje -5-. En su cara interna la tapa -4- está provista de una serie de anillos -6- constituidos por flejes, estando los mismos dispuestos concéntricamente con el eje -5- y unidos -juntos a su base por una placa -7-, quedando así formada una pluralidad de celdas anulares -8- las que comunican con el exterior por conductos -9- que pueden también utilizarse para su intercomunicación.

Junto al eje -5- lleva asegurado a su extremo un disco -11- que puede ser luego llenado con material calorífico apropiado a fin de disminuir y regular la transmisión calórica entre las 2 caras del disco. Sobre la cara -del mismo que se encuentra enfrentando a los anillos -6- se hallan ubicados una pluralidad de aros -12- similares a los -6- con los cuales se intercalan para formar un espacio completamente tortuoso.

La tapa según el uso a que se destinara el aparato, lleva aberturas de comunicación al exterior y ter

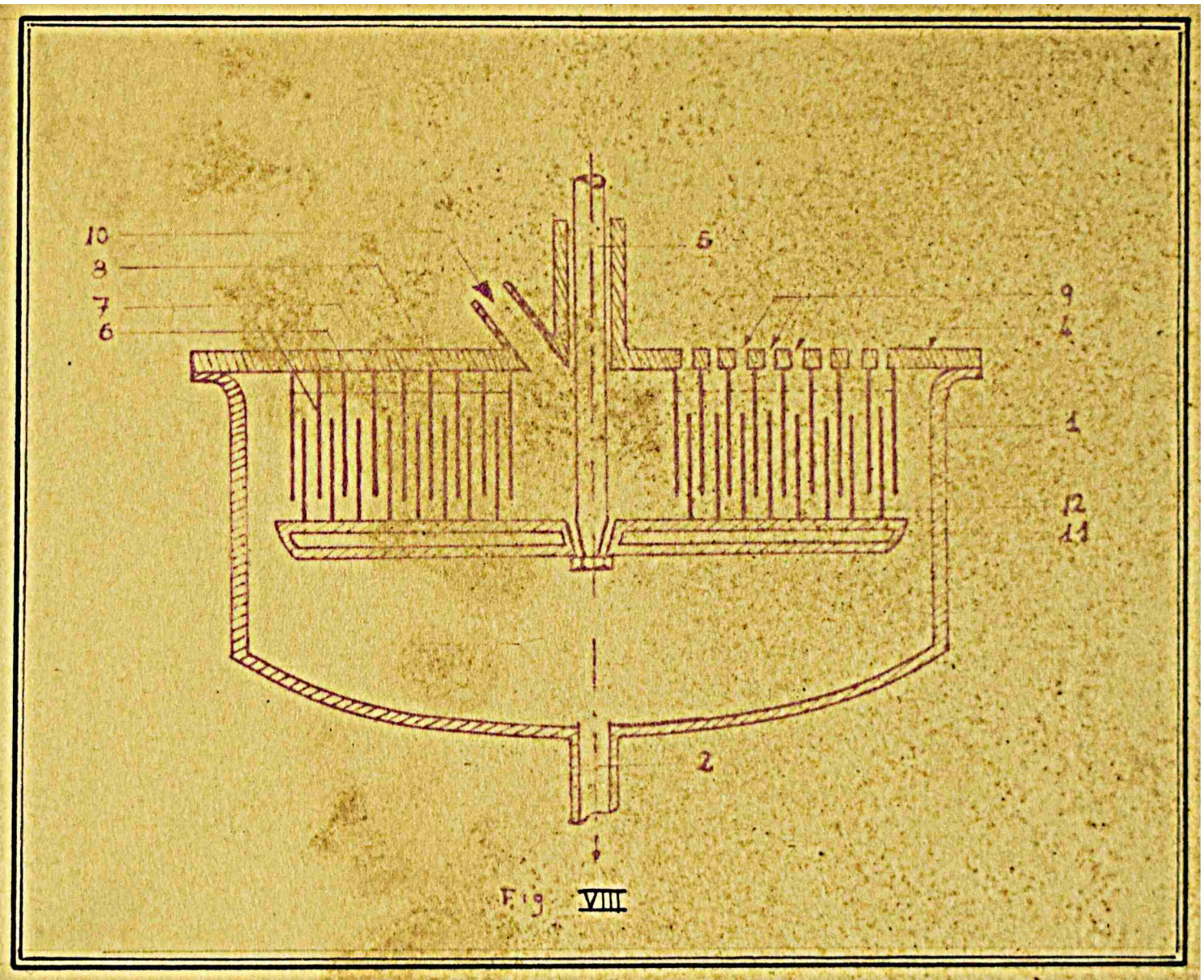


Fig. VIII

mómetros de control.

El eje -5- lleva el montaje que se observa en la figura dado que debe llenar algunos requisitos. El eje trabaja en una atmósfera formada por vapor y líquido que generalmente se encuentra a la presión atmosférica. Los vapores pueden tener efecto disolvente sobre el lubricante del cojinete. En segundo lugar debe evitarse el uso de prensa estopa y por sobre todo evitar en absoluto que los vapores se escapen por el espacio interaxial. A continuación se da el detalle de esta parte del dispositivo (Fig. IX).

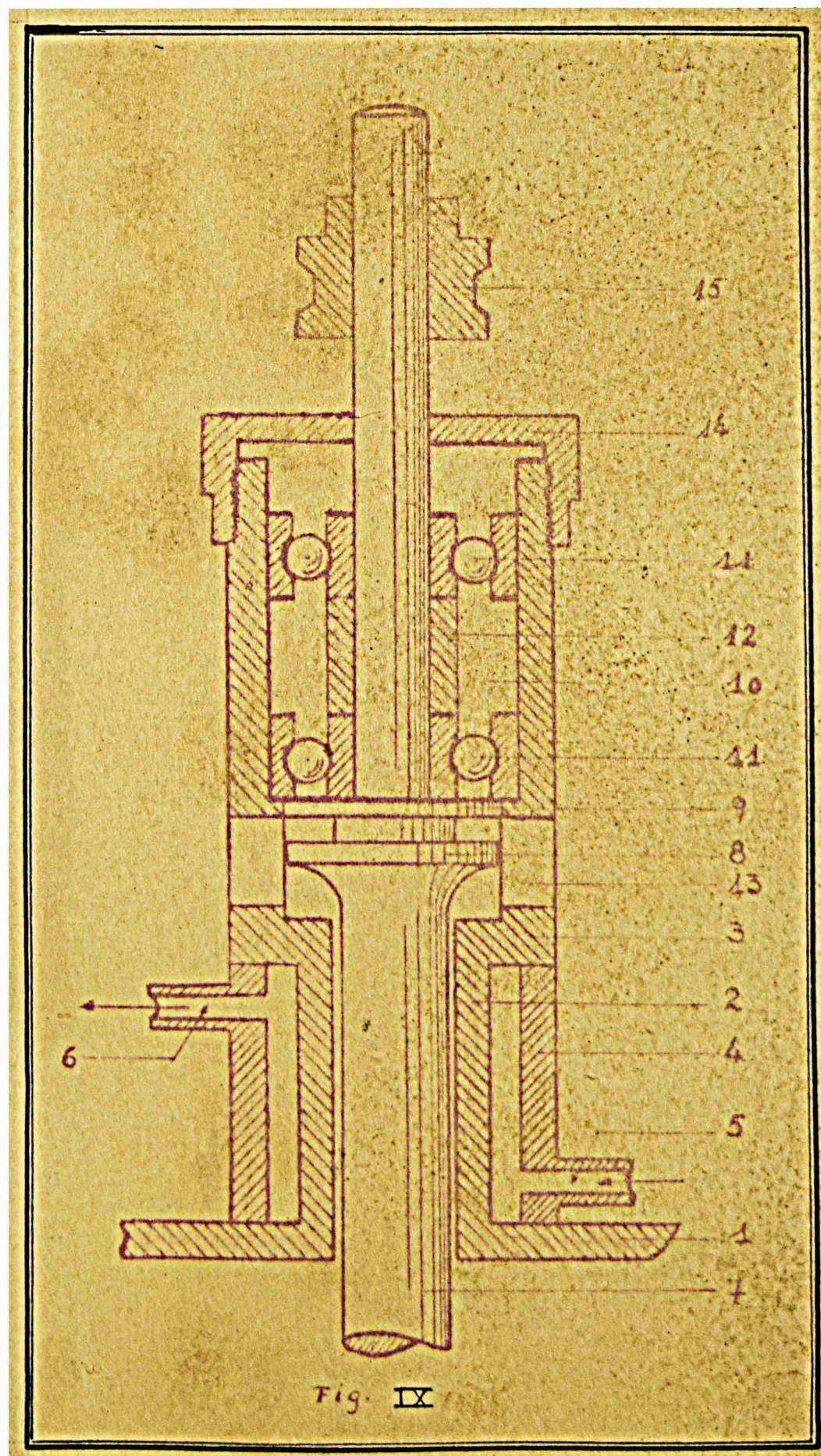
La pared -1- de la cámara que contiene a los vapores por su parte exterior presenta un cuello -2- entre cuya pared -3- y la -1- se ajusta una camisa -4- provista de un conducto -5- de entrada de agua de refrigeración uno -6- de salida del mismo.

Atravesando longitudinalmente el cuello -2- se encuentra un eje -7- cuyo diámetro es poco menor que el interno del cuello -2-; aumentando el mismo por encima de la pared -3- del citado cuello para formar una pestaña circular -8-, a la cual enfrenta otro -9- que se adapta a un orificio que en su fondo presenta una caja cilíndrica -10- en cuyo interior descansan un par de bolilleros -11- separados por un buje -12-, los cuales sirven de asiento al eje -7-. La caja -10- no es más que la prolongación del cuello -2- con un diámetro mayor presentando en la zona correspondiente a la pestaña -8-, varios orificios radiales. Cierra la citada caja -10- una tapa -14- enroscada sobre ella; siendo también atravesada por el eje -7- en cuyo extremo lleva acoplada la polea -15- por medio de la cual se le ha de transmitir el movimiento.

El agua que entra en el espacio compren-

dido entre el cuello -2- y la camisa -4- provoca la condensación de los vapores que tratan de pasar por el espacio comprendido entre el cuello -2- y el eje -7-. Los vapores se condensan en dicho espacio y el líquido formado impide el escape de los mismos. Si dicho líquido sobrepasa la altura de la pared -3- alcanza la pestaña -8- la que lo despidió por fuerza centrífuga saliendo por los orificios -13-.

Como se ve, de ninguna manera los vapores del líquido proveniente de su condensación pueden alcanzar a los bolilleros -11- contenidos en la caja -10- llena de grasa.



Funcionamiento del dispositivo.

El funcionamiento del aparato Piazza, cuyo esquema se acompaña (Fig. VIII), es el siguiente:

Los vapores de una mezcla entra por la abertura -3- y no tienen otra salida posible que por la abertura -10- de la tapa -4-, estos vapores están obligados a recorrer el espacio interanular formado por los aros del rotor -12- y los aros -6- del estator. Las celdas -8- están recorridas por líquidos refrigerantes que producen el reflujo en la parte céntrica y regulan su temperatura a medida que el mismo se desplaza hacia la periferia por efecto centrífugo. La rotación del disco -11- y los aros -12- el reflujo recorre en contracorriente con los vapores el espacio interanular entre el rotor y el estator. En esta forma se realiza un contacto entre las fases.

Los saltos de temperatura indicados en la curva b' de la fig. VI, se realizan en la siguiente forma:

El plato -11- está en contacto con los vapores en su cara inferior y es calentado por los mismos. Este calor se transmite con la intensidad deseada en el espacio interanular; las intensidades de transmisión se regulan modificando la aislación térmica del plato, el enfriamiento respectivo indicado en el perfil dentado inferior de la curva b' se realiza por el líquido en circulación en las celdas concéntricas -8- del estator.

Los vapores no condensados salen por la abertura -10- y representa el destilado; el reflujo que abandona la periferia del rotor sale del aparato por el caño -2-.

CARACTERÍSTICAS DEL LÍQUIDO PIROLEÑOSO BRUTO (ACETUM PYROLIGNOSUM CRUDUM)

Se denomina así la parte volátil y condensable obtenida en la destilación seca de la madera. Es un líquido pardo de olor empireneumático, sabor ácido, de densidad comprendida entre 1,029 y 1,035. Con el tiempo forma sedimento y adquiere en contacto con el aire coloración azulada.

Está constituido fundamentalmente por una mezcla de agua, ácido acético, alcohol metílico, alquitranes, acetona, etc. La composición del líquido piroleñoso bruto es aproximadamente (54):

Agua.....	81 %
Alcohol metílico.....	3 a 4 %
Acido acético.....	6 a 8 %
Alquitranes en disolución y suspensión.....	17 %

Existen entre otros, y en menor proporción, los siguientes componentes: alcohol alílico, aldehidos, cetonas, aminas, fenoles, hidrocarburos, etc., que aún en nuestro medio no han adquirido importancia industrial. Se han encontrado, entre los productos de la destilación, alrededor de 70 compuestos conocidos.

La rectificación del líquido piroleñoso bruto da un producto líquido (Aceticum Pyrolignosum Rectificatum) de mayor limpidez, de olor menos intenso, y un residuo constituido por el alquitrán.

El alcohol metílico proviene de la transformación de los grupos metoxilos de la lignina de la madera, que según Hawley y Aiyard (55) son capaces de sufrir esta transformación solamente un 16 a 30 % de los grupos mencionados.

El ácido acético se produce tanto con la celulosa y hemicelulosa como con la lignina; en éste último caso, pasando por su acetyl-complejos. Las celulosas de diferentes procedencias dan cantidades diversas de ácido acético (56).

La acidez del líquido piroleñoso es factor dependiente de la calidad, de la división de la madera empleada (57, 58 y 59) y de la temperatura en que se realizó la destilación (60).

El método más corriente y primitivo de separación del ácido acético, consistía en obligar al líquido piroleñoso ácido, al que se ha separado el alquitrón de decantación, atravesar una solución de lechada de cal, donde el ácido acético, ya sea el libre y el combinado (acetato de metilo) es fijado por la cal; en tanto que el resto líquido, metileno y productos no ácidos eran posteriormente tratados. A éste líquido se le conoce con el nombre de flegmas metilénicas.

Un método antiguo consistía también en fijar el ácido acético del líquido piroleñoso, como acetato de sodio. El producto así obtenido, purificado por cristalización se encontraba en el comercio bajo el nombre de "sal roja", con un porcentaje de sustancias alquitranosas que lo impurificaban. El ácido acético se libera en ambos casos, con solución de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico. De los procedimientos mencionados el del ácido sulfúrico resulta más racional y ventajoso, pues el tratamiento con ácido clorhídrico, suministra un ácido acético de baja graduación (61). Las posteriores rectificaciones de las soluciones acéticas en columnas de platos, proporcionan ácido acético químicamente puro.

La separación directa del ácido acético, producto de más alto valor en el mercado, puede realizarse -

empleando un proceso discontinuo con una columna, o un proceso continuo con dos columnas, en él que hay que eliminar previamente la mezcla metílico-acetona, la cual forma azeótropo en la proporción de una parte de acetona y 0,156 parte de alcohol metílico (62). Empleando cloruro de etilo, se podría separar el alcohol de la mezcla por medio de una destilación azeotrópica, pero el procedimiento no resulta económicamente. Los métodos azeotrópicos permiten separar un ácido acético puro. Riegel (63) menciona dos procesos de extracción del ácido acético por medio de solventes. En un caso empleando éter etílico, acetato de etilo y alcohol isopropílico (Proceso Brewster) y en el otro caso, empleando como solvente una fracción de alto punto de ebullición de aceites de madera producida en la misma planta y usadas en repetidas veces (Proceso Suida). Estos solventes son separados y recuperados luego por destilación.

El metileno encierra todos los productos que no tienen carácter ácido. En el momento de la rectificación pasan en su mayor parte, acetona, alcohol alílico, acetaldehído y las aminas. De estos cuerpos la separación de la acetona ofrece mucha dificultad porque los puntos de ebullición de esta y del alcohol metílico, están muy próximos unos de otros (P.E. Metanol: 64, 65°C; P.E. Acetona: 56,5°C). Por otra parte, como ya se ha dicho, la acetona forma con el metanol una mezcla azeotrópica de punto de ebullición mínimo: 55,7°C (64) que contiene 86,5 % de acetona y 13,5 % de metanol. Por esta razón no se llega a separar todo al estado puro, sino una porción relativamente pequeña de metileno tratado.

Desalquitranado del líquido piroleñoso.

El líquido piroleñoso contiene como mínimo un 4 % de alquitrán, el cual da al piroleñoso la coloración

rojiza que llega a un tinte oscuro por la presencia de productos empirenaunáticos muy sensibles a la acción de la luz. Este alquitrán está en parte disuelto incapaz de ser separado por decantación, y en parte como alquitrán insoluble separable por este método. Es el alquitrán que presenta durante el curso de la elaboración del piroleñoso verdaderos inconvenientes para su total separación; siendo la destilación del piroleñoso, después de separado el alquitrán decantado, el mejor procedimiento aplicable capaz de proporcionar flegmas alcohólicas, solución de ácido acético, algunos aceites livianos y pesados de alquitrán y finalmente brea. Es éste el método americano.

Se conoce un método de desalquitrado - que funciona según el siguiente principio (65): Un gas cargado de diferentes vapores, pierde la mayor parte de sus alquitranes cuando atraviesa una capa de ese mismo cuerpo, es decir que la capa de alquitrán ofrece mayor resistencia para ser atravesada por partículas de alquitrán que por partículas de cualquier otro cuerpo y ayudado por la baja temperatura. - Con este principio operan los desalquitradores tipo Strobach y tipo Meyer. Generalmente el alquitrán separado queda saturado con un 5 a 10 % de ácido acético y metileno, los cuales pueden recuperarse luego por destilación.

La separación del ácido piroleñoso por condensación fraccionada se practica en Norte América, obteniéndose un ácido piroleñoso completamente libre de alquitrán.

Algunas sustancias, tales como soluciones aluminicas para fijar el amoníaco, o bien algunos álcalis o tierras alcalinas para fijar los fenoles, destruir o polimerizar los aldehidos, suelen agregarse para facilitar la separación por destilación del espíritu de madera (66).

Refinación de las flegmas metilénicas.

Cualquiera sea el método seguido para la separación del alquitrán y del ácido acético contenido en el líquido piroleñoso, queda como producto de cabeza un líquido formado por alcohol metílico, agua y acetona. Esta mezcla es sometida a una rectificación en columna de cobre con platos perforados que proporciona diferentes cortes y entre los que resulta de mayor interés los tres primeros:

- 1) El producto de cabeza, rico en acetona con porcentajes oscilan entre 8 y 75 %.
- 2) Un producto medio, alcohol metílico con un 2 a 7 % de acetona.
- 3) Un producto constituido por alcohol metílico con un tenor variable de impurezas (Metileno).

Todos estos cortes son luego rectificadas para obtenerlos en el grado de pureza que se persigue, así para los fines comerciales, es suficiente un metílico puro que contenga menos del 0,1 % de acetona y perfectamente neutro. La obtención de un alcohol con menor proporción de acetona es una operación muy delicada que no se resuelve muy fácilmente, sino después de múltiples destilaciones y rectificaciones sucesivas. Los aparatos industriales para alcanzar este propósito llevan por lo menos dos rectificadores entrelazados (67). Las cabezas acetnadas tienen una riqueza limitada debido al azeótropo acetona-metanol. Por lo general tienen una riqueza de 50 % pero pueden llegar, con un elevado número de platos al 75 %. Existe igualmente un azeótropo:acetato de metilo - 81 % y metanol 19 % que pasa a 54°C y que por lo tanto estará contenido en el primer corte.

III) PARTE EXPERIMENTAL

DESTILACION EN COLUMNA DE FRACCIONAMIENTO

Con el objeto de comparar los datos que se obtendrán operando con el aparato de Piazza -cuyo número de platos teóricos calculados por el autor, corresponde a 35 (68)- se han realizado destilaciones en una columna de fraccionamiento tipo laboratorio, cuyo número de platos se calculó según el método que se verá enseguida.

En la misma han sido sometidas a la destilación, distintas mezclas sintéticas y también líquido piroleñoso. Las condiciones operantes fueron siempre las mismas, y los productos obtenidos se analizaron convenientemente.

El dispositivo de fraccionamiento empleado es el que muestra la figura X. Consta de una columna de fraccionamiento tipo Vigreux de altura igual a 755 mm. y de 30 mm. de diámetro. Exteriormente va recubierta por un tubo de vidrio, a modo de camisa, cuyo espacio anular (7 mm.) fué relleno de magnesia en polvo para evitar en lo posible, las pérdidas calóricas.

La columna se dispuso sobre un balón de tres bocas de 1.000 ml. de capacidad. Una de las bocas laterales lleva un termómetro y la restante, un tubo de vidrio - que permitirá oportunamente extraer por succión, una muestra del producto de alimentación. El extremo superior de la columna lleva un termómetro contralorçado y, a 710 mm. de altura va soldado un tubo lateral de desprendimiento de 8 mm. de diámetro que la pone en contacto, mediante un tubo colector, a un refrigerante de bolas dispuesto verticalmente sobre él. Una llave de tres vías en el extremo inferior del tubo colector permite, según se desee, operar a total reflujo por retro

no del líquido condensado a la columna, o bien separar la muestra líquida. El reflujo se introduce a una altura de 610 mm. en la columna.

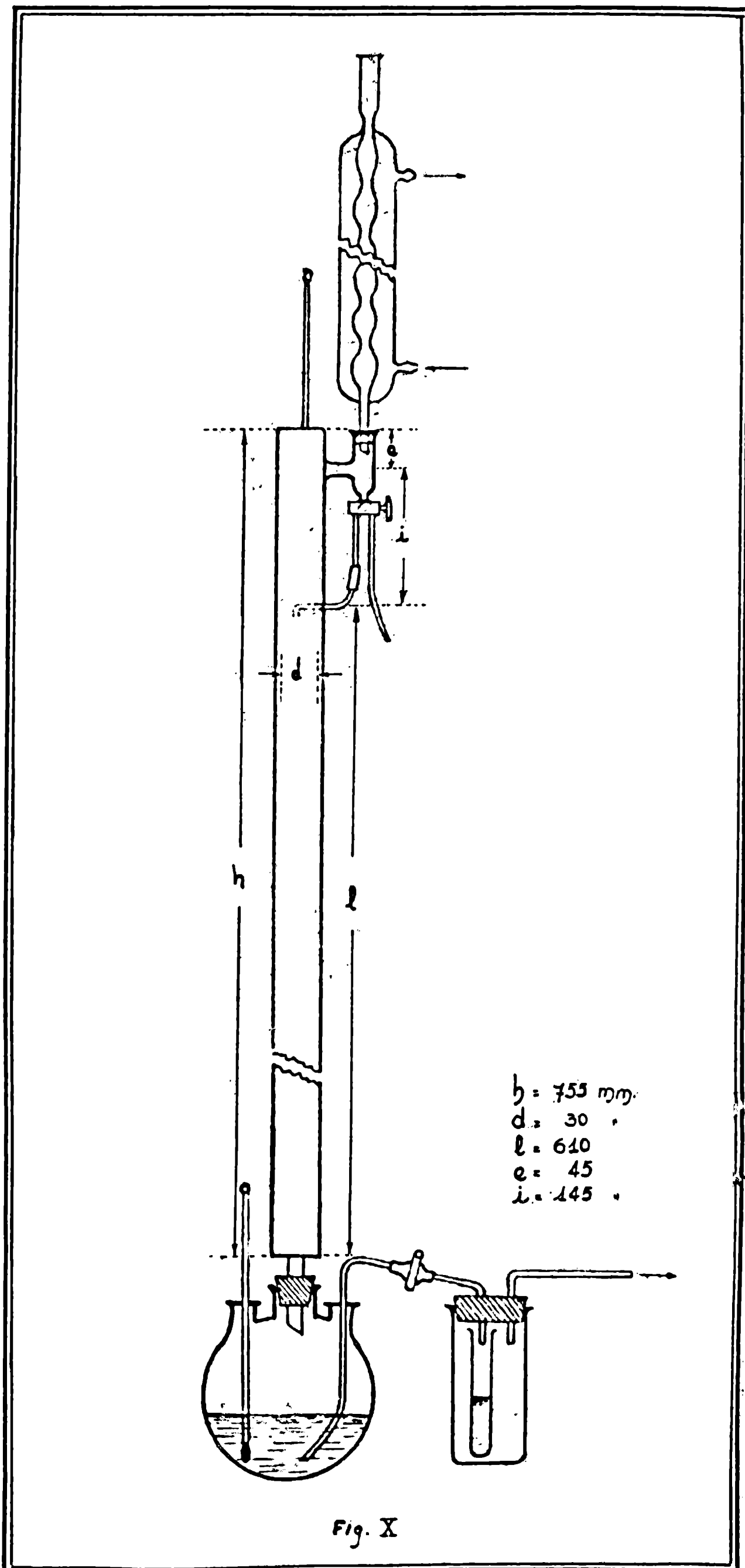


Fig. X

Esquema de la columna de fraccionamiento ensayada.

Determinación del número de platos teóricos de la columna.-

De los numerosos métodos conocidos para la determinación rápida del número de platos teóricos de una columna de fraccionamiento tipo Laboratorio, hemos optado por el método gráfico de comparación simple dado por Norton (69) como así también la determinación del H.E.T.P. (Altura Equivalente de un Plato Teórico) que, para el caso de torres rellenas, este valor representa la longitud de un plato teórico.

La determinación la hemos realizado empleando mezclas de Benceno-Tetracloruro de Carbono puro y anhídrido que resulta ser las mezclas más apropiadas para estos ensayos de columna como la empleada, ya que presentan en menor error (70).

" Una muestra de vapor condensado tomado en la parte superior de la columna debe estar en la fase de equilibrio con una muestra del líquido tomado del fondo ", - Lewis (71) establece que para líquidos que poseen punto de ebullición próximos, pertenecientes a una misma clase, vale decir, dos líquidos que se asocien o no, por cada mol de constituyente de punto de ebullición más bajo que se volatiliza se condensará un mol de constituyente de punto de ebullición más alto.

Con este tipo de mezcla se hace uso de los datos de Rosanoff y Basley (70) para la composición de las fases gaseosas y líquidas que con los resultados obtenidos se trazan los gráficos sobre papel milimetrado.

Para esta determinación son requeridos compuestos anhidros, como generalmente ello no es asequible, se hace necesario librarlos de toda traza de agua, cosa que se

se realizó días antes de la experiencia. El CCl_4 se secó colocándolo en un matraz de destilación con CaCl_2 fundido, manteniéndose en contacto durante algunos días, tiempo en el cual fué frecuentemente agitado. Filtrado luego el líquido, se destiló reuniéndose el producto en un frasco con tapa al cual se le agregó una pequeña cantidad de CaCl_2 .

Para secar el benceno puede emplearse igual método, pero en nuestro caso no fué necesario, dado que se empleó un producto purísimo. Las constantes físicas del benceno y del CCl_4 empleado son las siguientes:

	<u>Dens. 25°C</u>	<u>P. de Ebull.</u>	<u>Ind. Refrac. 25°C.</u>
Benceno	0.8790	80.36	1.49779
Tetracl. de carbono	1.5845	76	1.45732

Procedimiento.

Se monta el matraz de destilación en forma que puedan tomarse una muestra en rapidez, al mismo tiempo que se toma otra de la parte superior de la columna. Se añaden 300 cc. de una mezcla de 35 mol % de CCl_4 y 65 mol % de C_6H_6 . Se hace trabajar la columna a reflujo total, es decir, sin recoger líquido condensado en el colector. Espérese bastante tiempo, una hora por ejemplo, para alcanzar el equilibrio, antes de tomar las muestras para su análisis. Determinese el Índice de Refracción de las muestras procedentes del extremo superior y del fondo de la columna y trasládese estos valores a la gráfica (que tendrá un tamaño mínimo de 50 por 75 cm.) de Rosanoff y Easley. Entre los dos puntos se trazarán una serie de líneas verticales y horizontales, tal como se indica en la fig. XI. El número de escalones menos uno, (descuento que se hace por el matraz que hace las

veces de plato), es el número total de platos de la columna. La altura equivalente de un plato teórico (H.E.T.P.) se obtiene dividiendo la altura de la columna por el número de platos.

La curva de equilibrio, del gráfico que se acompaña ha sido en nuestro caso, trazada de acuerdo a los datos de Perry (73), coincidentes con los datos de Rosenoff y Masley.

Por otro lado, para que los datos tengan valor, se realizaron varias determinaciones.

Los datos prácticos obtenidos son los siguientes:

Ensayo	Temperaturas °C		I. de refrac. n_{68}^D	CO ₂ moles	Nº de platos	H.E.T.P. cm.
1	En vapor	77.2	1.4874	74	30	2,5
	En líq.	80	1.4925	12,5		
2	En vapor	77.5	1.4872	74,5	30	2,5
	En líq.	81,5	1.4920	14		
3	En vapor	77,5	1.4876	75,5	30	2,5
	En líq.	81	1.4924	12,5		
4	En vapor	77.6	1.4871	74,5	30	2,5
	En líq.	81.2	1.4925	12,5		
5	En vapor	77	1.4878	76	30	2,5
	En líq.	81	1.4921	14		
6	En vapor	77,5	1.4872	74,5	30	2,5
	En líq.	80.6	1.4918	14,5		
7	En vapor	77.4	1.4868	73,8	30	2,5
	En líq.	81	1.4922	13		

Se observará que en todos los ensayos, los valores son prácticamente coincidentes; valores estos que llevados a la gráfica acusan 30 escalones (se descuenta uno por el matraz), que es de acuerdo al cálculo, el número de platos teóricos de la columna ensayada y con un H.E.T.P. de 2,5 cm.

GRAFICO PARA UNA MEZCLA DE : C_6H_6 , 65 % en mol
 CCl_4 , 35 % en mol

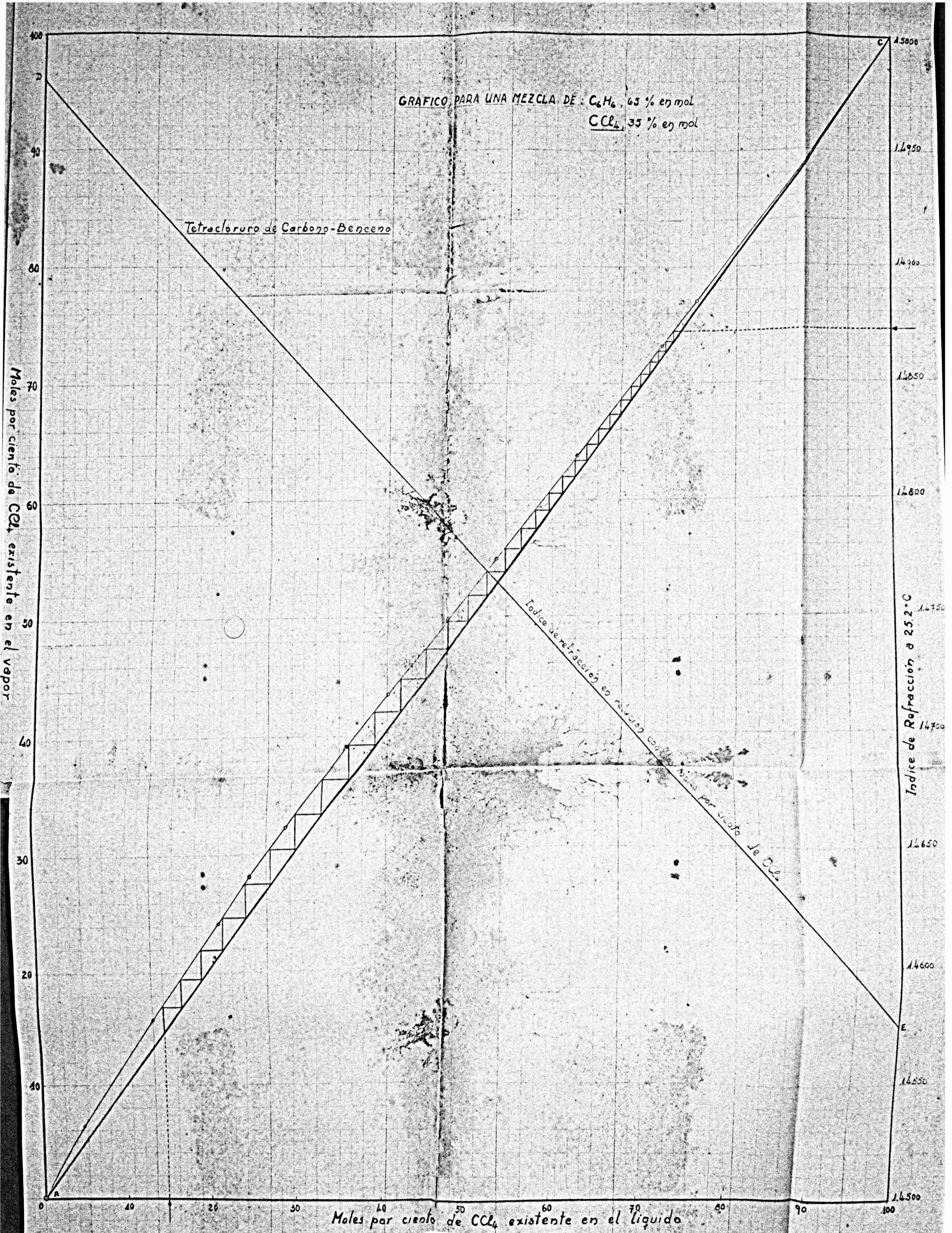
Tetracloruro de Carbono-Benceno

Indice de refracción en relación con el benceno por ciento de CCl_4

Moles por ciento de CCl_4 existente en el vapor

Indice de Refracción a 25.2 °C

Moles por ciento de CCl_4 existente en el líquido



Destilación de una mezcla hidroalcohólica en la columna de fraccionamiento.

A continuación nos hemos propuesto estudiar la eficiencia práctica de la columna anterior, cuyo número de platos fué calculado, cuando se la destina a la rectificación de mezclas hidroalcohólicas y obtener por otra parte un margen de seguridad en su futura aplicación.

Se someten a la destilación 100 cc. de mezclas en la proporción 1:1 y 1:0,5 en volumen de agua y alcohol etílico de 95,5° de acuerdo a la técnica siguiente:

Colocamos el líquido en el balón, en este caso de 500 ml., agregándole unos trozos de vidrio para regularizar la ebullición. Dispuesto todo el aparato de la manera conocida calentamos suavemente hasta que líquido entre en ebullición y comienza a destilar. En ese momento leemos la temperatura del termómetro superior y, con un régimen de 40 gotas por minuto continuamos la operación recogiendo todo el líquido que destila hasta 73°C.

En los líquidos de destilación se determinó por densimetría, la riqueza alcohólica a 15°C, empleando un picnómetro de Regnault de cuello graduado, haciéndose las correcciones correspondientes a las temperaturas. Con los datos de las densidades a 15°C obtenemos los porcentajes de alcohol en volumen (73).

Los valores obtenidos figuran en el cuadro. El análisis de los mismos nos permite asegurar de que la columna cumple para el caso de mezclas hidroalcohólicas, un fraccionamiento perfecto en lo que a riqueza del producto respecta, no así en los rendimientos que son ser del todo ba

jos no permiten la separación cuantitativamente exacta.

Muestra	% Alcohol en vol.	Vol.obten. hasta 78°5	Dens. del dest.a 15°	% Alcohol en vol.	Rend. %
1	50	45,0 cc.	0.8151	95.3	90,0
2	50	45,2 "	0.8149	95,4	90,4
3	50	43,5 "	0.8149	95,4	87,5
4	25	22,5 "	0.8150	85,33	90,0
5	25	22,5 "	0.8153	95.13	90,0

Destilación de mezcla ternaria en columna de fraccionamiento.

Operando con la columna rectificadora anterior, hemos creído oportuno extender su aplicación a la separación de los componentes de una mezcla ternaria compuesta de Acetona, alcohol metílico y agua, en las proporciones que aproximadamente se hallan los dos primeros en el líquido pirrolésico.

Se hizo uso de acetona y metanol puro de las siguientes características físicas:

Densidad a 15°C del Metanol: 0.9676

Densidad a 15°C del Acetona: 0.792

En todos los casos, se determinó la cantidad de Acetona en gramos que poseía la mezcla a ensayar por el método volumétrico de Messinger. En cuanto al alcohol metílico, la pureza del mismo nos exigió realizar su determinación previa en la mezcla, tomando como dato exacto la cantidad del volumen medido convenientemente.

Se destilan en cada caso, 500 ml. de mezcla conteniendo distintas proporciones de componentes, y operando en condiciones semejantes a los ensayos anteriores.

En ningún caso pudo separarse la fracción de Acetona (punto de ebullición : 56,5°C), ni la fracción correspondiente a Metanol puro. De ahí que se destilara hasta obtener 100 ml. de líquido destilado en el cual se determinó analíticamente el porcentaje de acetona y alcohol metílico. Este último, determinando la densidad del producto obtenido con picnómetro a 15°C. Para hallar la cantidad de alcohol metílico exacta, sabiendo la densidad de la mezcla alcohol-acetona-agua y la cantidad de acetona por ciento, se utilizó

el siguiente cálculo (74):

D : densidad de la mezcla

P : peso del alcohol

P' : peso del agua

P'' : peso de la acetona por ml. de líquido

V : peso de un volumen de agua igual al del alcohol.

V' : peso de un volumen de agua igual al del agua

V'' : peso de un volumen igual al de acetona.

Se tiene así que:
$$D = \frac{P + P' + P''}{V + V' + V''}$$

Haciendo $V + V' + V'' = 1$, resulta: $V + V' = 1 - V''$

Como resulta $D = \frac{P + P' + P''}{V + V' + V''}$, tenemos que: $D - P'' = \frac{P + P'}{V + V'}$

Hallando los valores de $\frac{P + P'}{V + V'}$ y de $\frac{D - P''}{1 - V''}$ y dividiendo tendremos:
$$D' = \frac{D - P''}{1 - V''}$$

densidad que se obtendría si no hubiera acetona.

De la densidad y valiéndose de la tabla adjunta, se obtiene el volumen de alcohol por ciento que multiplicado por la densidad a 15°C se obtiene el peso. El método resulta ser riguroso y exacto (75).

Los datos obtenidos en los ocho ensayos realizados son los que se anotan en el cuadro. Se observará que el tenor porcentual de acetona en el destilado es muy bajo. Los rendimientos de metanol en el mismo líquido son satisfactorios, si bien no se ha conseguido su separación al estado puro.

DESTILACION DE LA MEZCLA ACETONA - METANOL - AGUA EN COLUMNACUADRO DE VALORES

ENS. NR	MEZCLA DE ALIMENT.				LIQUIDO DESTILADO				RENDIMIENTO	
	% ACETONA		% METANOL		% ACETONA		% METANOL		ACET.	MET.
	Vol.	Peso	Vol.	Peso	Vol.	Peso	Vol.	Peso		
1	0.4	0.316	4	3.17	0.45	0.36	19.5	13.85	23.2	97.5
2	0.4	0.316	4	3.17	0.636	0.524	19.53	13.93	35	97.3
3	0.4	0.316	4	3.17	0.934	0.73	13.33	17.77	50.3	91.9
4	0.35	0.27	5	3.98	0.935	0.73	24.33	23.52	57.7	97.3
5	0.35	0.27	5	3.98	1.02	0.80	24.5	23.69	59.2	97.9
6	0.35	0.27	5	3.98	0.702	0.556	21.96	21.23	41.2	97.8
7	0.35	0.27	5	3.98	0.702	0.556	24.3	23.49	41.2	97.2
8	0.35	0.27	5	3.98	0.702	0.556	24.33	23.4	41.2	97.3

Para el caso de la mezcla acetona-metanol-agua en las proporciones que se han tomado, la columna no realiza fraccionamiento, pues las variaciones continuas de temperatura del vapor que destilaba no permitió establecer límites de separación.

DENSIDAD DE LAS MEZCLAS DE AGUA Y ALCOHOL METILICO
(según Doroshevski y Rozdestvenski, Dittmar y Tausch)

% ALCOHOL METILICO.	D 15°C	% ALCOHOL METILICO.	D 15°C	% ALCOHOL METILICO.	D 15°C
1,25	099727	40,48	094734	74,25	087203
2,50	099543	41,59	094570	75,17	087073
3,75	099370	42,71	094404	76,08	086939
4,99	099198	43,82	094237	76,98	086807
6,22	099029	44,92	094097	77,86	086677
7,45	098864	46,02	093894	78,75	086548
8,68	098701	47,11	093720	79,62	086420
9,91	098547	48,20	093543	80,48	086293
11,13	098394	49,28	093365	81,34	086167
12,35	098241	50,35	093185	82,18	086042
13,58	098093	51,42	093001	83,02	085918
14,80	097945	52,49	092815	83,86	085794
16,03	097792	53,54	092627	84,68	085671
17,25	097760	54,60	092436	85,50	085548
18,48	097518	55,64	092242	86,31	085425
19,70	097377	56,68	092048	87,11	085302
20,93	097237	57,71	091852	87,90	085179
22,15	097096	58,74	091653	88,68	085056
23,38	096955	59,76	091451	89,45	084933
24,60	096814	60,77	091248	90,21	084810
25,83	096673	61,78	091044	90,97	084687
27,05	096533	62,78	090839	91,72	084564
28,28	096392	63,78	090631	92,46	084441
29,50	096251	64,77	090423	93,19	084318
30,73	096108	65,75	090210	93,92	084194
31,95	095963	66,73	089996	94,63	084071
33,18	095817	67,69	089781	95,33	083948
34,40	095668	68,65	089563	96,02	083825
35,63	095518	69,61	089341	96,70	083702
36,85	095366	70,55	089117	97,37	083579
38,08	095213	71,49	088890	98,04	083456
39,30	095056	72,42	088662	98,70	083333
	094896	73,34	088433	99,35	083210
				100,00	083087

DESTILACION PIROGENADA DE MADERA PARA LA OBTENCION DEL LIQUIDO
PIROLENOSO

Para operar con líquido piroléñoso de obtención reciente (puesto que éste con el tiempo forma sedimento por alteración de sus componentes) se ha procedido a la realización de dos destilaciones pirogenadas de Quebracho Blanco en la Planta Piloto de la Escuela Industrial de la Nación -

La descripción y la vista general de la planta, han sido tratadas por A. U. Giacaglia (x), como también la técnica operatoria de la destilación, que en nuestro caso se ajustó exactamente a la marcha indicada en ese trabajo.

Se dan a continuación los datos de análisis de la madera; de las dos destilaciones realizadas y del análisis del piroléñoso obtenido en cada caso. Las variaciones de la marcha de las temperaturas respecto al tiempo, ya sea dentro de la retorta, ya sea a la salida de los gases totales se interpretan en los gráficos que también se acompañan.

Datos del análisis de Quebracho Blanco

Humedad.....	6,82 %
Volátiles totales.	74,35 %
Volátiles.....	67,53 %
Cenizas.....	1,48 %
Coke.....	25,65 %
Carbón fijo.....	24,17 %

(x) Giacaglia A. U.; Tesis, Fac. de Qca. y Farmacia (1949).

MARCHA DE LA PRIMERA DESTILACION DE MADERA

Madera destilada: Quebracho Blanco.

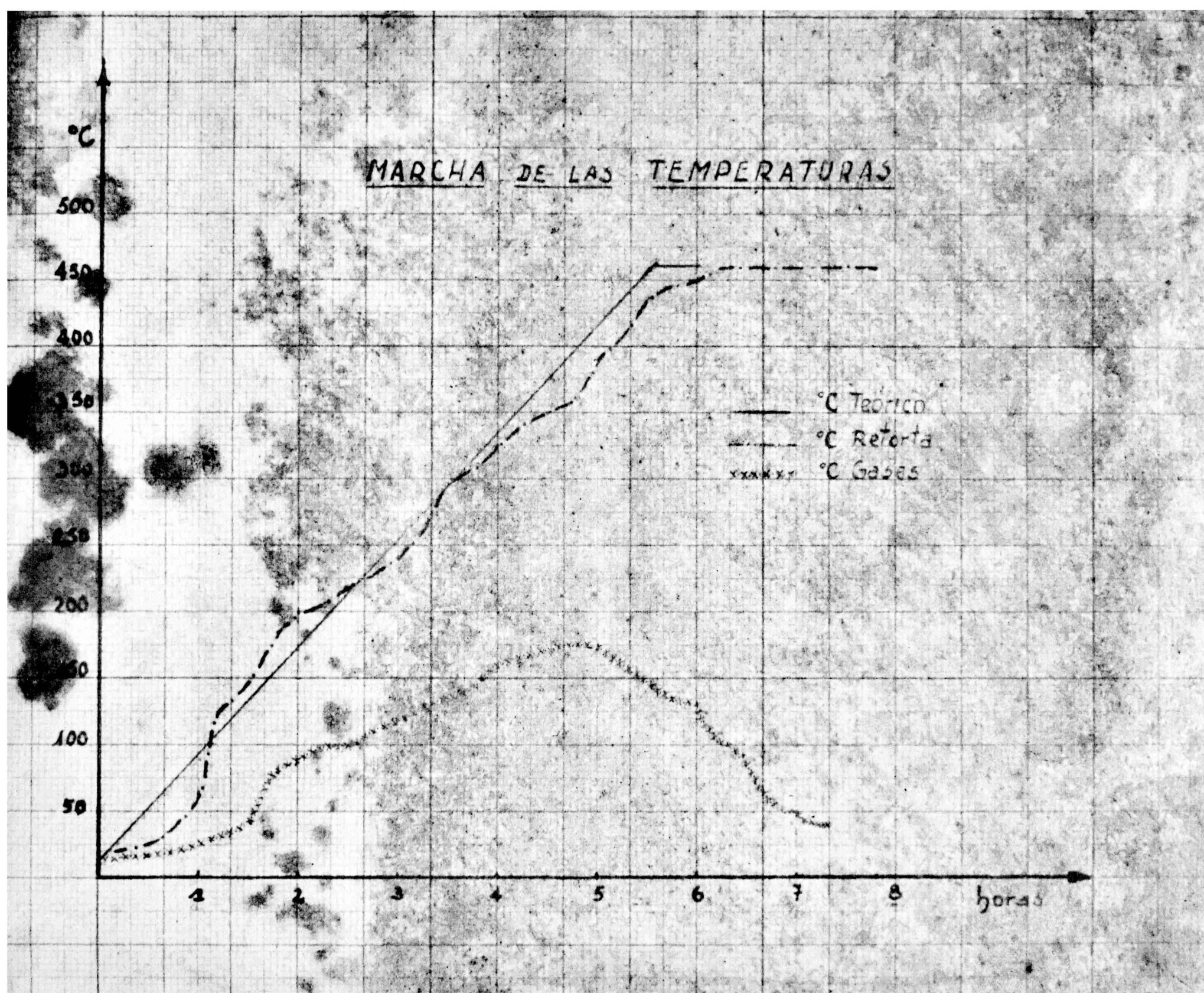
Cantidad destilada: 60 kg.

Temperatura de destilación: hasta 460°C.

HORA	TEMPERATURA DE LAS TERMOCUPLAS	
	1	2
8.30	-	-
9.00	25	35
9.15	25	45
9.30	25	65
9.45	30	130
10.00	45	145
10.15	80	180
10.30	90	200
10.45	100	210
11.00	100	215
11.15	110	230
11.30	120	240
11.45	125	265
12.00	130	290
12.15	140	310
12.30	160	325
12.45	165	340
13.00	170	350
13.51	175	360
13.30	170	380
13.45	155	410
14.00	145	430
14.15	140	445
14.30	130	450
14.45	110	460
15.00	90	460
15.15	65	460
15.30	50	460
15.45	45	460

1 - Temperatura de los gases de salida sobre la retorta.

2- Temperatura anterior de la retorta.



RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DESTILACION HASTA 460°C

Volumen total destilado.....	22 litros
Pirolenoso.....	18,5 "
Alquitrán.....	3,5 "
Carbón.....	15,2 Kg.

ANALISIS DEL LIQUIDO PIROLENOSO

Densidad a 22°C.....	1,0234
Acidez total..(en.ácido.acético).....	5,88 g.%
Acidez acética.....	4,625 g.%
Alcohol metílico.....	3,51 % en vol.
Acetona.....	0,125 g.%
Alquitrán soluble.....	11,2 ml. %

MARCHA DE LA SEGUNDA DESTILACION DE MADERA.

Madera destilada: Quebracha Blanco.

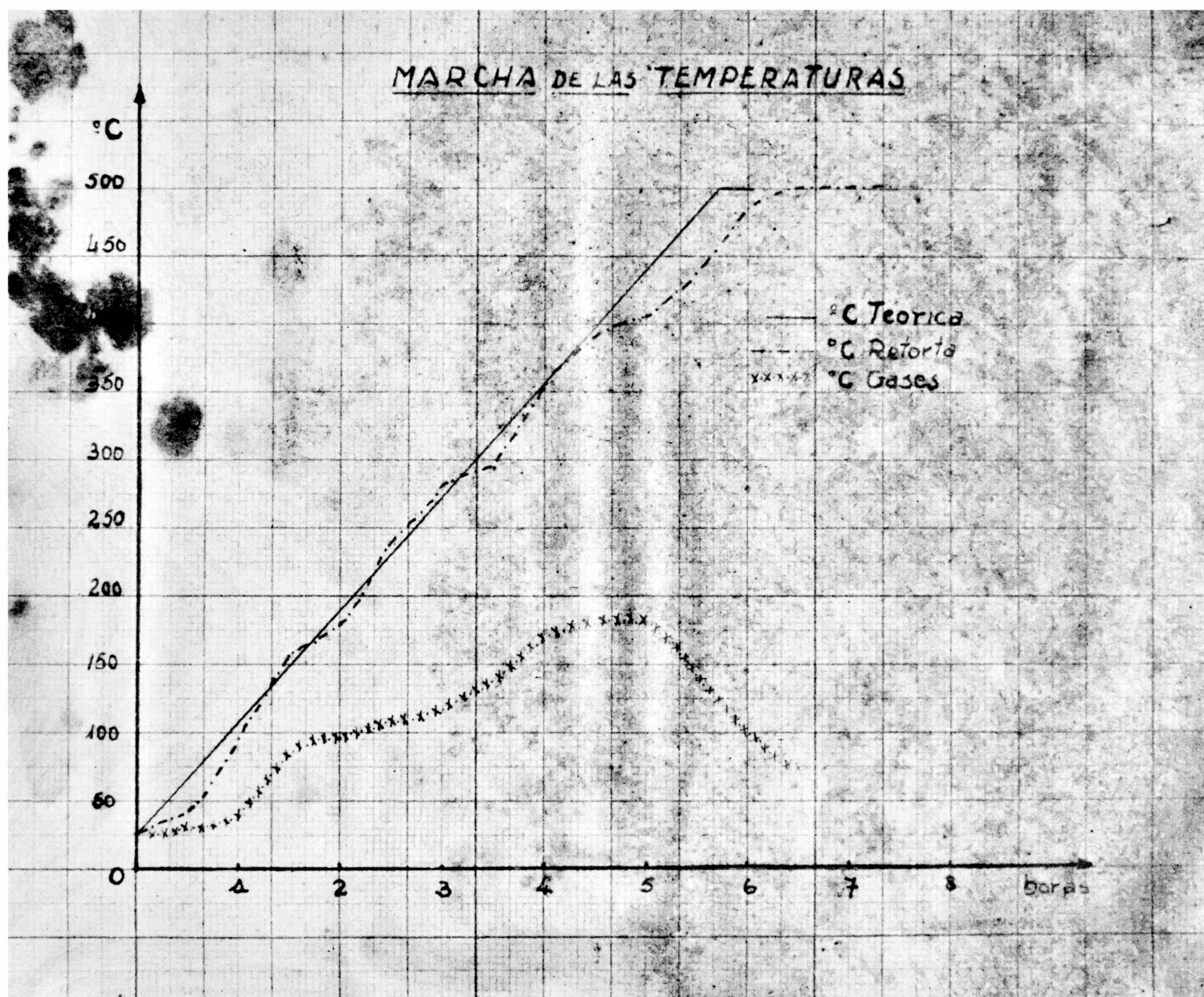
Cantidad destilada: 60 kg.

Temperatura de destilación: hasta 500°C.

HORA	TEMPERATURA DE LAS TERMOCUPLAS	
	1	2
10.00	-	-
10.15	-	30
10.30	25	40
10.45	25	55
11.00	35	95
11.15	70	135
11.30	85	150
11.45	90	160
12.00	95	175
12.15	100	180
12.30	100	235
12.45	100	255
13.00	115	275
13.15	125	280
13.30	133	285
13.45	140	325
14.00	155	350
14.15	165	370
14.30	175	380
14.45	180	400
15.00	180	410
15.15	170	420
15.30	145	430
15.45	130	460
16.00	110	480
16.15	95	485
16.30	75	500
16.45	60	500
17.00	50	500
17.15	45	500

1 - Temperatura de los gases de salida sobre la retorta.

2 - Temperatura anterior de la retorta.



RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DESTILACION HASTA 500°C.

Volumen total destilado.....	22,5 litros
Piroleñoso.....	18,7 "
Alquitrán.....	3,8 "
Carbón.....	15,5 kg.

ANALISIS DEL LIQUIDO PIROLEÑOSO.

Densidad a 22°C.....	1,031
Acidez total (en ácido acético).....	5,73 g. %
Acidez acética.....	4,58 g. %
Alcohol metílico.....	4,048 % en vol.
Acetona.....	0,127 g. %
Alquitrán soluble.....	12,2 ml. %

DESTILACION DE LIQUIDO PIROLENOSO EN COLUMNA

Disponiendo la columna de fraccionamiento en la misma forma que para los ensayos realizados con mezclas hidroalcohólicas, y procediendo en las mismas condiciones de calefacción, regimen, etc., se destilan cada vez 500 ml. de líquido piroleñoso (de la primera destilación de quebracho blanco).

En los ensayos que se realizaron y como se da a conocer, en ningún caso pudo lograrse la separación de la fracción perteneciente a la acetona. Con respecto al alcohol metílico (metileno) fracción comprendida entre 60°-75°C. (x) no se logró separarlo con rendimiento satisfactorio, pues el escaso volumen destilado hasta la temperatura indicada, nos llevó a tomar como primera fracción el volumen destilado hasta los 25°C., y como segunda fracción el destilado comprendido entre 85°-95°C.

Estas fracciones son analizadas siguiendo las técnicas analíticas dadas a conocer oportunamente, determinando sobre la misma el contenido de acetona, alcohol metílico y acidez.

En todos los ensayos realizados, no obstante haberse tomado como límite de fraccionamiento temperaturas que están muy por encima de la temperatura de destilación de la acetona y del metanol, los resultados que se dan en los cuadros permiten apreciar que toda la acetona ha pasado junto al líquido destilado, desigualmente repartida en las dos fracciones separadas. El alcohol metílico, en cambio, sólo una parte de él ha sido separado por la columna, encontrándose también como componente de ambas fracciones. La acidez (x) Villavecchia: Qca. Anal. Aplicada. Tomo I, pág. 109.-

del destilado ha sido determinada directamente por titulación con una solución 0,1N de hidróxido de sodio en presencia de fenolftaleína.

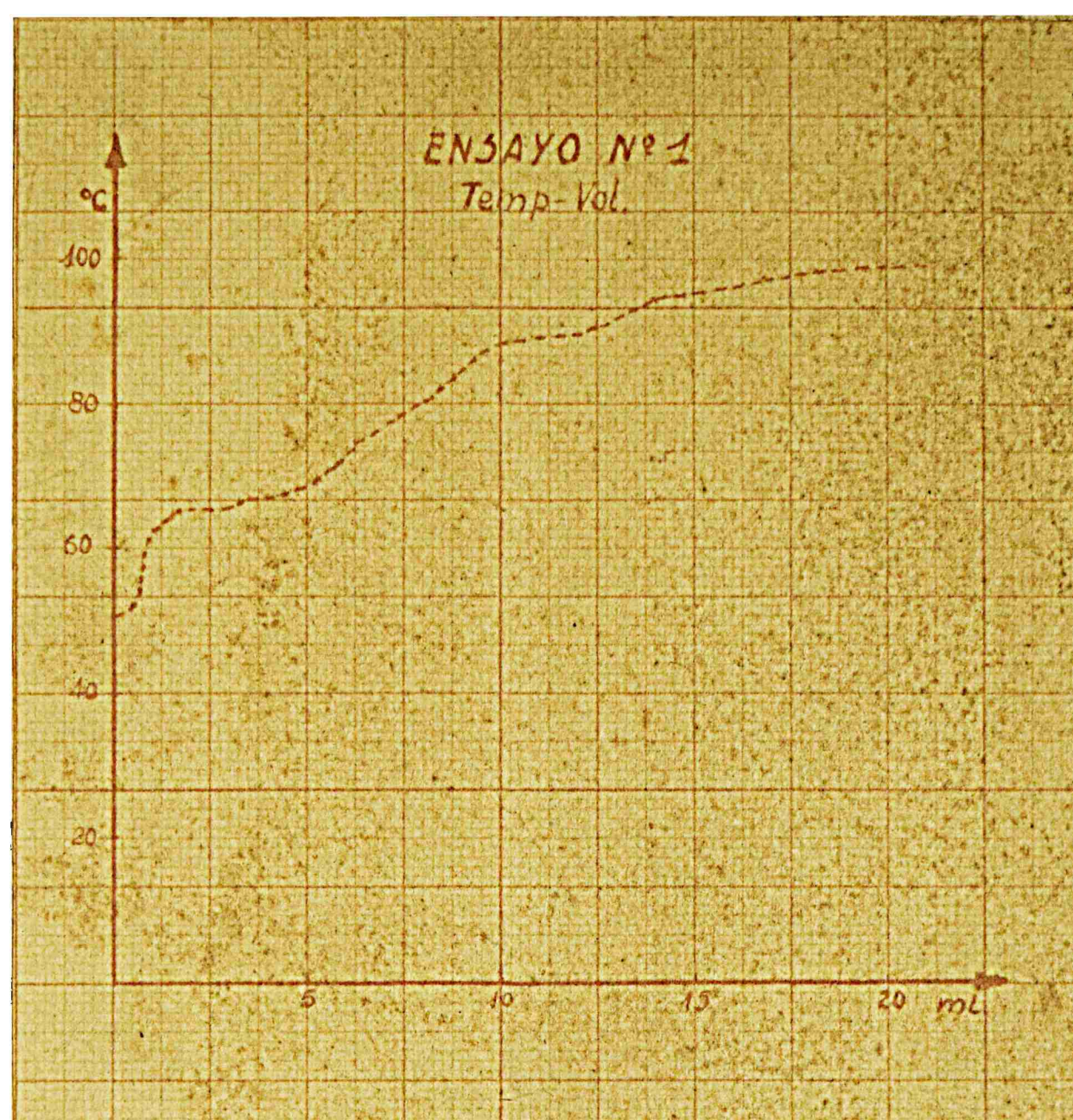
ENSAYO Nº 1

Tiempo (min.)	Temperaturas		Volumen dest. (ml.)
	Líqu.	Vapor	
9.00	21.5	-	-
9.05	52.0	-	-
9.10	73.5	--	-
9.15	96.5	52	-
9.20	98.5	55	0.4
9.25	99.0	63	0.3
9.30	99.0	64.5	1.5
9.35	99.2	67.5	3.5
9.40	99.5	70	5.2
9.45	99.8	75.2	6.5
9.50	100.0	82.5	8.5
9.54	100.0	85.0	10.2
10.00	100.0	90.5	12.5
10.05	100.5	95.0	14.0
10.10	100.5	98.8	17.0
10.15	100.5	99.5	26.5
10.20	101.0	99.5	30.1
10.25	101.0	100	40.0

(x)

(xx)

(x) Primera fracción.
(xx) Segunda fracción.



ANÁLISIS DEL PRODUCTO DESTILADO

	En muestra g. %	En destilado (g.)		
		1a. fracción (hasta 85°C)	2a. fracción (85-95°C)	Total
ACETONA	0.125	0.522	0.096	0.618
METANOL	2.79	6.8	0.8	7.6
ACIDEZ TOTAL	5.83	0.014	0.11	0.124

ENSAYO No. 2

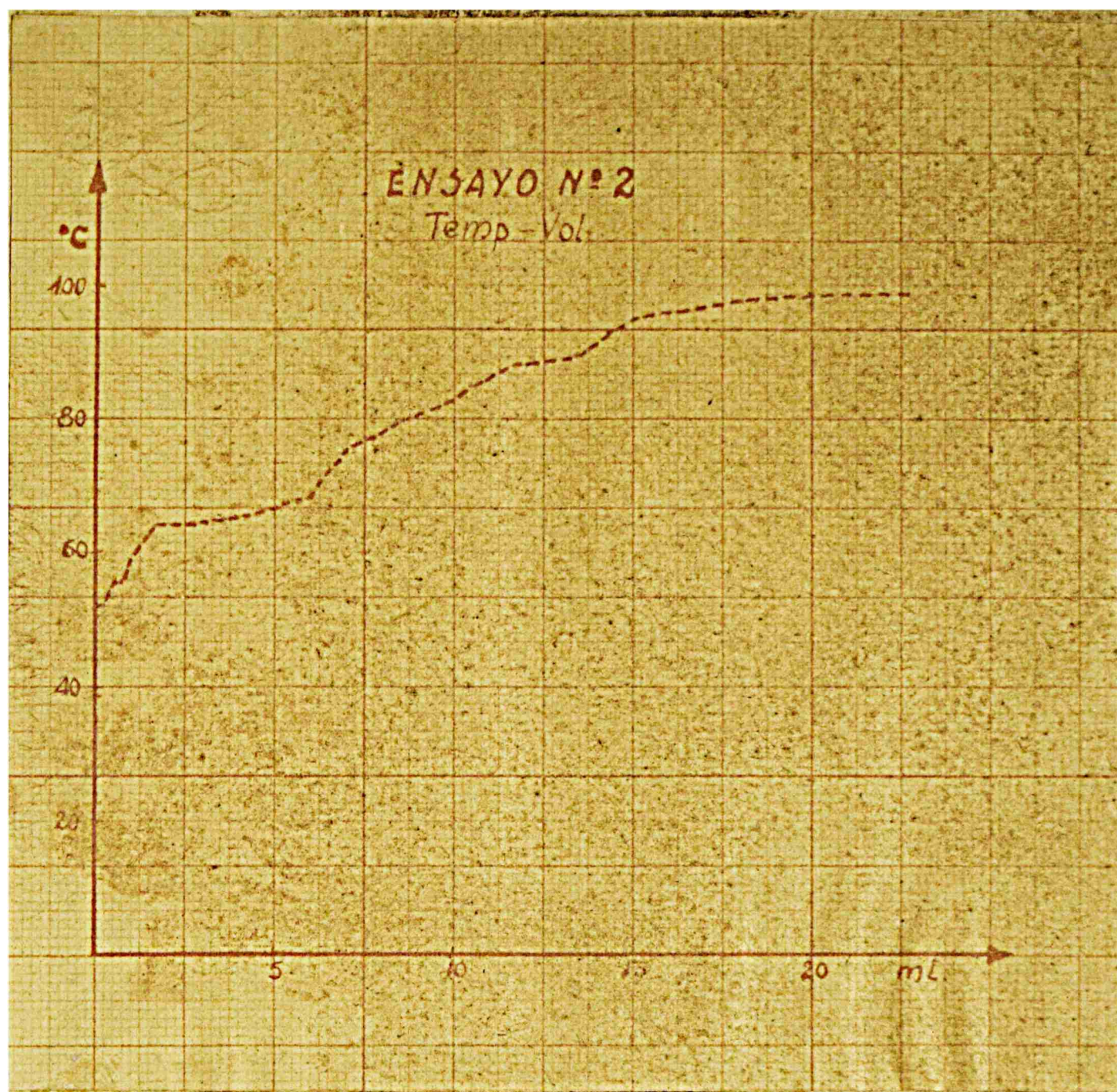
Tiempo (min.)	Temperaturas		Volumen destil. (ml.)
	Liqu.	Vapor	
10.25	-	-	-
10.30	45	-	-
10.35	65.5	-	-
10.40	80.2	-	-
10.47	98	52.5	-
10.50	98.5	54.5	0.3
10.55	99	55	0.5
11.00	99	60	1.0
11.05	99.5	64.5	1.8
11.10	99.5	65.5	3.2
11.15	100	67.5	5.2
11.20	100	69	6
11.25	100.5	75.2	6.8
11.30	100.5	79.5	8.5
11.35	100.5	85.	10.5
11.40	100.5	89.5	11.8
11.45	101.0	90	13.5
11.50	101	93.5	14.2
11.55	101	95	15.5
12.00	101	98	18
12.05	101	99.5	25
12.10	101.5	99.5	31
12.17	101.5	100	42

(x)

(xx)

(x) Primera fracción.

(xx) Segunda fracción.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO

	En Muestra g. %	En destilado (g.)		
		1a. fracción (hasta 85°C)	2a. fracción (85-95°C)	Total
ACETONA	0.125	0.530	0.084	0.614
METANOL	2.79	7.08	1.22	8.30
ACIDEZ TOTAL	5.88	0.012	0.135	0.147

ENSAYO Nº 3

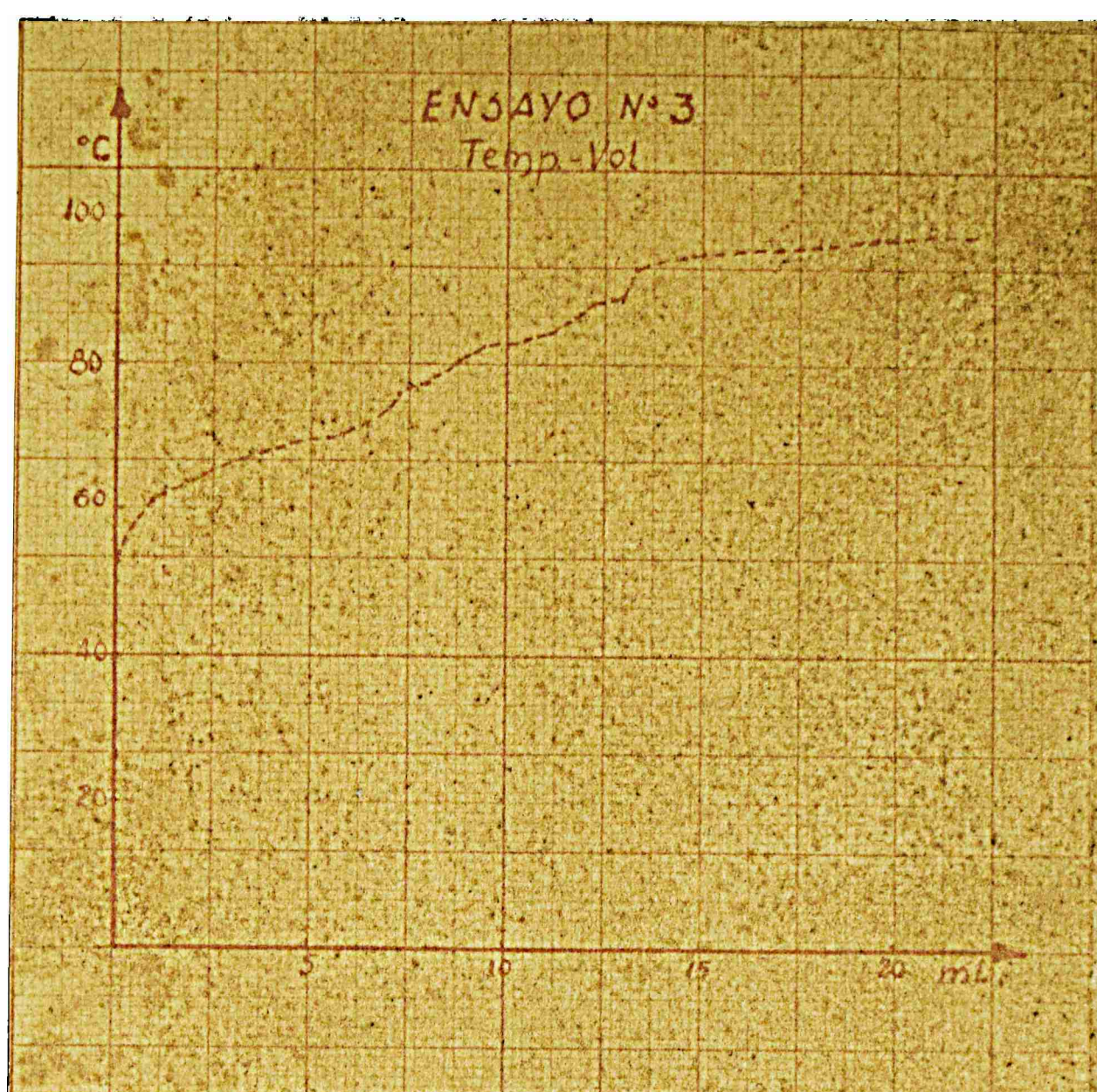
Tiempo (min.)	Temperaturas		Volumen destil. (ml.)
	Liq.	Vapor	
8.30	22.5	-	-
8.40	55	-	-
8.45	81.5	-	-
8.50	94.8	28.0	-
8.53	96.5	52	-
8.55	98.2	54.5	0.2
9.00	98.5	56.2	0.4
9.05	99	61.5	0.8
9.10	99.5	65	2.2
9.15	100	68.8	4.5
9.20	100	70.5	6.0
9.25	100	75.5	7.2
9.30	100	80.2	8.8
9.35	100.5	83.5	9.5
9.40	101	85	11.0
9.45	101	89.2	12.2
9.50	101	90	13
9.55	101	93.5	13.5
10.02	101	95	14.8
10.05	101.5	97.5	19.5
10.10	101.5	99.0	24
10.12	101.5	99.5	29.5
10.15	101.5	100	46

(x)

(xx)

(x) Primera fracción.

(xx) Segunda fracción.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO

	En Muestra g. %	En destilado (g.)		
		1a. fracción (hasta 85°C)	2a. fracción (85 - 95°C)	Total
ACETONA	0.125	0.518	0.038	0.606
METANOL	2.79	8.43	0.82	9.25
ACIDEZ TOTAL	5.88	0.018	0.16	0.168

ENSAYO Nº 4

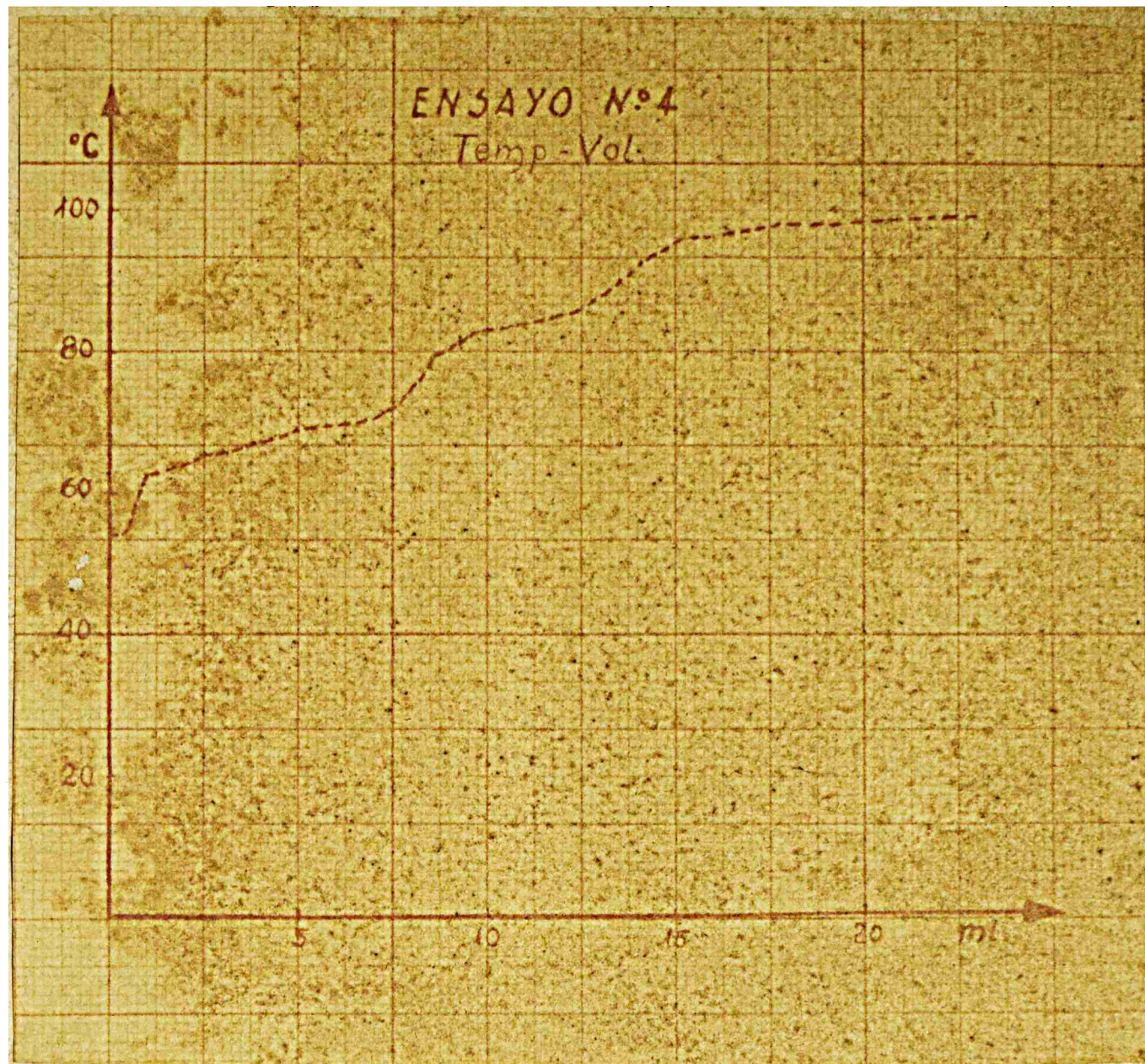
Tiempo (min.)	Temperaturas		Volumen destil. (ml.)
	Liq.	Vapor	
8.30	21.5	-	-
8.35	50	-	-
8.40	82.5	-	-
8.45	93	31.0	-
8.48	96	53	-
8.55	98.5	54.5	0.3
9.00	99	57	0.5
9.05	99	62.5	0.8
9.10	99.5	66.5	2.5
9.15	99.5	69	5
9.20	100	71.5	7.2
9.25	100	79.5	8.5
9.30	100	83.5	9.8
9.34	100.5	85	11.2
9.40	100.5	90	13.5
9.45	100.5	92.5	14
9.51	101	95	15.2
9.55	101	97.5	17.8
10.00	101.5	99.5	27.5
10.05	101.5	99.5	35
10.14	101.5	100	45

(x)

(xx)

(x) Primera fracción.

(xx) Segunda fracción.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO

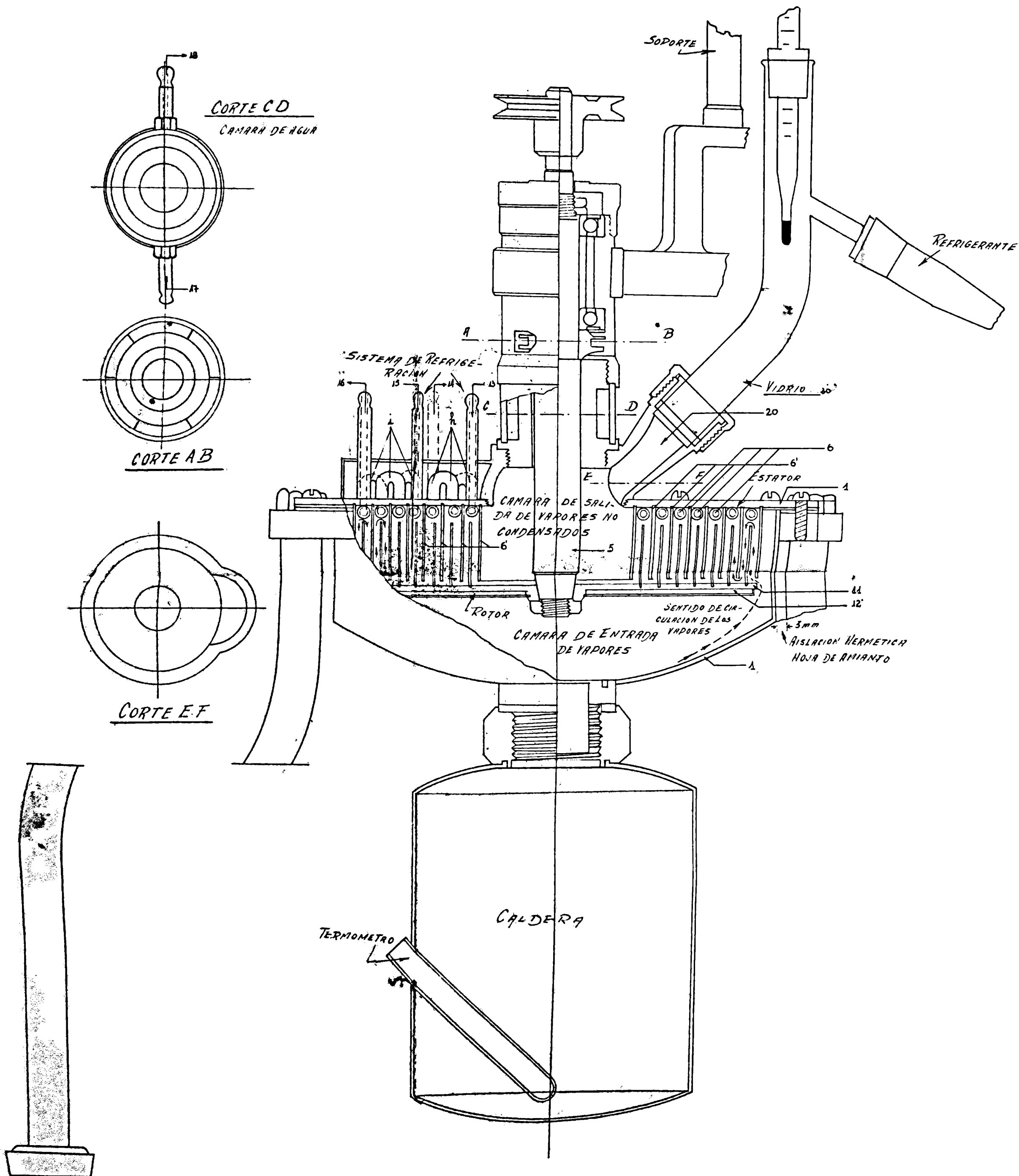
	En Muestra g. %	En destilado (g.)		
		1a. fracción (hasta 85°C)	2a. fracción (85-95°C)	Total
ACETONA	0.125	0.534	0.081	0.615
METANOL	2.79	7.47	1.45	8.92
ACIDEZ TOTAL	5.8	0.018	0.136	0.154

Dispositivo experimental de Piazza

El dibujo que se acompaña, representa en su tamaño natural, el dispositivo de Piazza empleado en muchas realizaciones prácticas. Se observa el rotor (11) con su eje central (5) que está formado por siete anillos concéntricos fijos a un disco aislado parcialmente por una placa de amianto ajustada por una chapa (12'). El estator representado por la caja metálica (1), la tapa (4) y el sistema de anillos concéntricos (3'). Un sistema de caños igualmente concéntricos (6) permite la circulación del agua de enfriamiento de los reflujos, estando el aparato provisto de dos reflujos; y uno central, formado por tres caños concéntricos (h) colocados en serie y donde el agua entra por (13) y sale por (14); y el periférico (i) con cuatro anillos concéntricos donde el agua de enfriamiento entra por (15) y sale por (16). En ambos casos el caudal de agua a temperatura regulada recorre sucesivamente los anillos. Una camisa de agua con caño de entrada y salida (17), (18), impide el escape axial de los vapores cuando llegan a la cámara superior.

Los vapores no condensados por efecto del enfriamiento escapan por el tubo de salida (20), el cual está conectado a un tubo de vidrio (30) que lleva un termómetro al 1/10 de °C, y que por medio de una tuba lateral de desprendimiento une al aparato a un refrigerante metálico.

APARATO DE DESTILACION PIAZZA TIPO LABORATORIO



Destilación de mezclas hidroalcohólicas en el aparato de Piazza

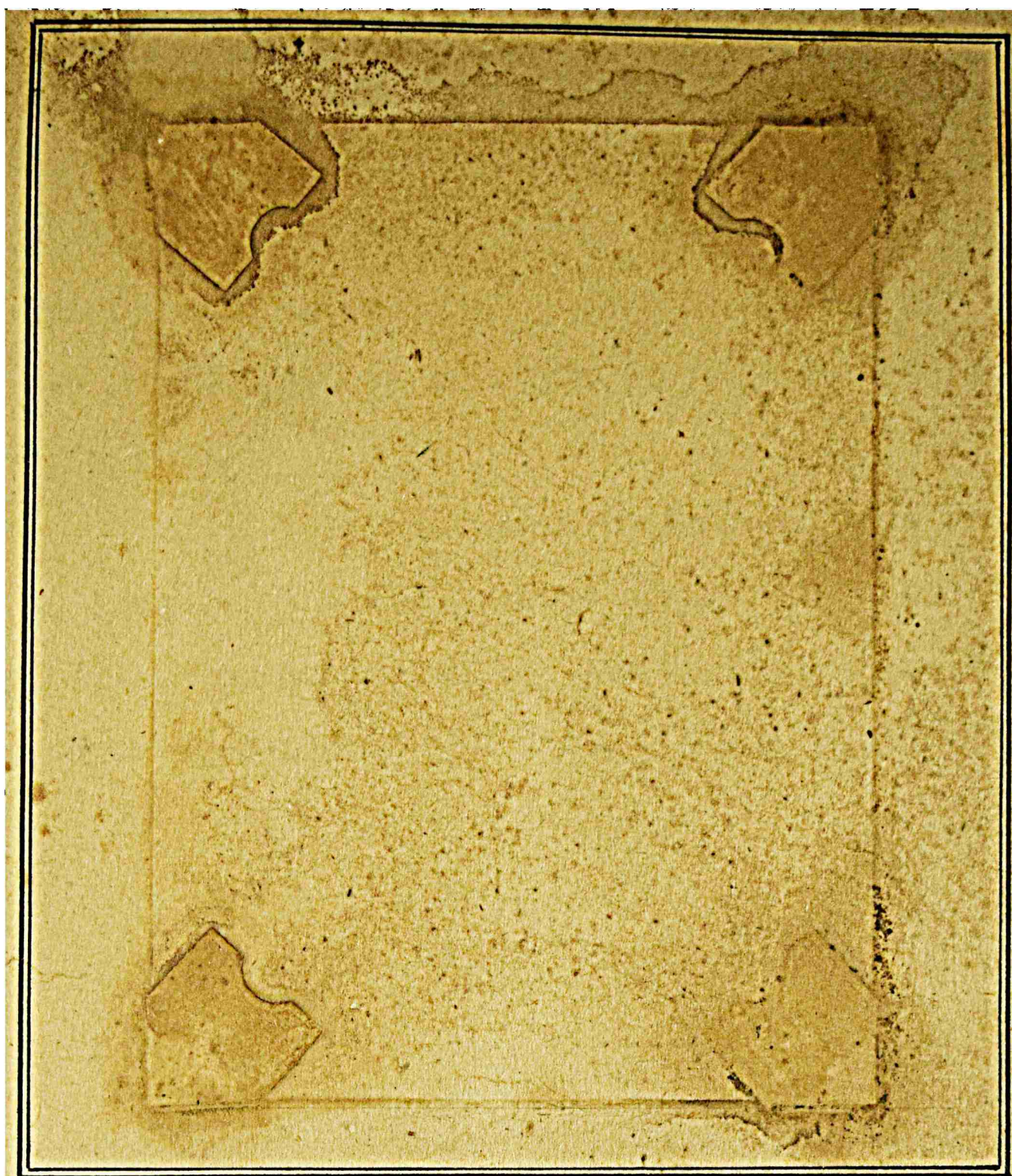
Descripción e instalaciones necesarias

El aparato Piazza empleado en nuestros ensayos, nos fué facilitado por "Duperial" Industrias Químicas S.A. En la fotografía de la instalación completa utilizada en nuestras experiencias, aparece el aparato Piazza donde se pueden apreciar los detalles del mismo. El esquema del aparato en su tamaño natural fué anteriormente explicado.

Acompañan al aparato dos calderitas de 1 y 2½ litros de capacidad, ajustable mediante rosca a la parte inferior de la caja metálica. A la misma rosca puede adaptarse, un balón de vidrio conectado a un tubo intermedio. De esta manera se reemplaza la caldera metálica, según convenga.

Con el fin de regular la entrada de agua de refrigeración en el doble sistema anular de enfriamiento, se trabaja con dos frascos de Mariotte de 10 litros de capacidad.

El agua de reflujo circulante en cada uno de los sistemas anulares fué recogida por separado para medir luego los volúmenes finales de agua circulante. Termómetros convenientemente dispuestos a la entrada y salida del agua de los reflujos nos registran las variantes de temperaturas experimentada por el agua en su pasaje interior.



Fotografía del Dispositivo

El movimiento giratorio del plato rotor está dado por un pequeño motor eléctrico "Sewing Motor Singer" de 0,3 Ampere con resistencia regulable y con correa de transmisión de goma. El motor y la resistencia, sólidamente acoplados al dispositivo, pueden desplazarse sobre una corredera fija, permitiéndole de esta manera variar la distancia entre el motor y el eje giratorio del "rotor".

Las velocidades de rotación fueron tomadas con un contador de vueltas (Tacómetro) que indicaba a cada momento, el número de revoluciones por minuto a que la máquina funcionaba.

Sobre el eje giratorio, provisto en su extremo superior de una polea fija anasalada, se realizaron

previamente ensayos para establecerse la velocidad de giro - capas de desarrollarse por acción del motor eléctrico. Se comprobó así que es posible operar hasta 2.100 r.p.m., pero en la práctica nunca se llegó a esta velocidad por cuanto a 1.800 r.p.m. se hacen ya notables movimientos vibratorios en el aparato (76).

La velocidad de rotación una vez regulada en la experiencia, fué a veces ligeramente alterada al disminuir la tensión de corriente, por lo tanto, transitoriamente, se observaron algunas variantes en dicha velocidad.

Marcha de la Destilación

En el deseo de familiarizarnos y conocer las dificultades que pudieran surgir en la práctica con el dispositivo que por primera vez se nos ofrece, hemos comenzado por efectuar ensayos con mezclas hidroalcohólicas de igual concentración, variando en cada caso la velocidad de rotación los efectos de establecerse aproximadamente, la velocidad más propicia para lograr un alcohol de máxima graduación, precisando de los tiempos parciales de destilación.

Como disponíamos de una mezcla hidroalcohólica de 27,66 % en volumen de alcohol, hemos creído oportuno hacer uso de ella, dándole así aplicación. En cada ensayo hemos empleado 300 ml. de la misma.

En reemplazo de la caldera de cobre, hemos empleado un balón de 500 ml. de capacidad adaptable en forma hercúlica a la base convexa de la caja metálica y a través del intermedario.

Estando el balón sobre tela metálica, el calentamiento se hizo en todos los casos con mechero Teclú de llama regulable.

La refrigeración del condensador, se realizó independientemente con agua proveniente de un grifo. El caudal de los reflujos circulantes empleado en cada caso, es el necesario como para equilibrar en la mayor proximidad, la temperatura de los vapores que destilan.

El calentamiento del dispositivo se lleva a cabo de manera que la temperatura se mantenga constante en el momento que destila una primer fracción y varíe bruscamente al agotarse esta, para continuar con la siguiente de

punto de ebullición más elevado (77).

A pequeños intervalos se determinan las temperaturas del agua de entrada y salida de los reflujos, recogiénlose por separación, el volumen total de las mismas por cada fracción destilada.

Técnica operatoria. (77) (78)

Se carga el balón con 300 ml. de la mezcla hidroalcohólica; se adapta al dispositivo de Piazza mediante el intermediario a rosca. Simultáneamente se comienza el calentamiento, la circulación de los reflujos y el movimiento del rotor a la velocidad deseada. Se hacen lecturas de temperatura cada cinco, diez minutos o fracción, en los termómetros colocados en el tubo de destilación y en las entradas y salidas del agua de los reflujos. Cuando se utiliza la calderita de cobre, se puede determinar además, las temperaturas del líquido de alimentación.

Separadamente, se tomaron los volúmenes parciales de líquido destilado hasta las temperaturas de 73,25° y 73,55°C. y en estas se buscó la riqueza alcohólica en volumen, determinándose la densidad a 15°C mediante un pequeño picnómetro. Con el valor de la densidad, las tablas del Handbook nos daban el valor alcohólico.

La operación de destilación se daba por finalizada, cuando, agotada la fracción alcohólica final, la temperatura ascendía muy por encima de su temperatura normal de destilación.

Los valores hallados se observarán en el cuadro que se acompaña.

DESTILACION DE UNA MEZCLA HIDROALCOHOLICA EN EL DISPOSITIVO
DE PIAZZA

CUADRO DE VALORES

ENS. Nº	rpm	1a. FRACC. DEST. (HASTA 78.25°C)		2a. FRACC. DEST. (78.25-78.5°C)		REFLUJO TOTAL ml/h.	ALCOHOL PROM. % vol.	REND.
		ml. dest.	% vol. alcohol	ml. dest.	% vol. alcohol			
		1	250	42.8	95.2			
2	600	51.5	94.3	14.2	94.2	4224	94.25	74.6
3	800	55.5	94.5	10.6	94.2	4425	94.35	75.2
4	960	65.7	95	9.2	94.3	4305	94.65	85.4
5	1200	70.5	95.3	7.8	94.5	4475	94.8	89.5
6	1400	73.8	95.3	7.2	95	4390	95.15	92.0
7	1500	73.3	95.5	6.8	95	4416	95.25	94.3
8	1650	75.4	95.5	6.7	95.2	4404	95.35	94.3
9	1800	75.4	95.5	6.6	95.4	4390	95.45	94.3
10	1800	75.3	95.5	6.7	95.5	4428	94.35	95.5

El examen de los valores que se observan en el cuadro anterior nos permite establecer que para una misma mezcla alcohólica sometida a destilación en el aparato destilador de Piazza, en el que sólo se varían las velocidades de rotación y eventualmente los reflujos, los líquidos destilados más ricos en alcohol, se obtienen cuando se opera a velocidades comprendidas entre 1500 y 1800 revoluciones por minuto; valores que coinciden con los ensayos experimentales realizados por Piazza (76). Se creyó innecesario operar a mayor velocidad de rotación por cuanto en los ensayos realizados se obtuvo un producto de máxima riqueza alcohólica asquible por el método físico de destilación. Por otra parte se comprobó que en las condiciones operantes y a una mayor velocidad, el dispositivo entraba en vibración. Se observó además, que, introduciendo mínimas variantes en el caudal de agua de los reflujos (central o periférico) se establecían notables variantes en el ritmo destilatorio.

DESTILACION DE LA MEZCLA BINARIA METANOL - AGUA

Estos ensayos comprenden la separación del metanol en la mezcla. En este caso dado que el alcohol metílico no forma azeótropo con el agua, nos proponemos separarlo cuantitativamente con el dispositivo de Piazza, de acuerdo a lo estipulado por su autor (76).

Las proporciones de metanol en la muestra corresponden a un 5 y 6 % en volumen. En los tres ensayos realizados se emplearon 500 ml. de la mezcla sintética. La operación se realiza en condiciones definidas de alimentación, reflujo, calefacción, etc., respetándose estrictamente dichas condiciones.

El balón de vidrio (caldora), es aquí reemplazado por una caldera metálica de 1000 ml. de capacidad parte integrante del dispositivo Piazza y que se ajusta herméticamente al "contator" mediante una rosca. La caldera provista de un dedal interior colocado lateralmente permite introducir el bulbo de un termómetro y conocerse así la temperatura del líquido interior durante la operación de destilación (ver fotografía del dispositivo).

La destilación se comienza cuando el agua de entrada y salida de los reflujo permaneco constante. Se opera a una velocidad de rotación de 1500 revoluciones por minuto, por ser la velocidad más conveniente para una mezcla alcohólica, según se ha comprobado en los ensayos precedentes. Los volúmenes del reflujo comienzan a medirse desde el momento en que la temperatura del líquido de la caldera llega a los 60°C. (P.É Metanol: 64.65°C.).

Como la primera fracción contendrá el metanol tomamos como tal el destilado hasta 68°C. Para confeg

cionar los cuadros No 1, 2 y 3, que van a continuación, cada 5 minutos se hacen lecturas de temperaturas, volúmenes destilados y de caudal.

Para evitar pérdidas por volatilización se recogen los líquidos que destilan en probeta de medida, enfriada exteriormente en baño de agua-hielo.

La riqueza alcohólica en volumen del -- destilado, se calculó determinando rápidamente la densidad con pignómetro de tubo lateral y termómetro esterilado, a - 15°C. Con los valores de la densidad, las tablas del manual nos proporcionan el valor porcentual alcohólico (79).

USO DE LOS GRAFICOS

Los valores hallados en cada una de las operaciones, son llevados sobre un sistema de ejes, en los cuales las abscisas representan los volúmenes y las ordenadas las temperaturas y los tiempos.

El gráfico superior permite observar las variaciones de temperatura con respecto a los volúmenes destilados y se comprobará así que, mientras destila uno de los componentes la temperatura permanece constante para ascender luego. Pero en los primeros ensayos se encontró que al término de la primera fracción hay un marcado descenso en los valores de las temperaturas. Ello se debía a que, agotada la primera fracción, se enfriaba suficientemente el tubo de vidrio exterior de salida de los vapores (S0). Para evitar dicha anomalía en los sucesivos ensayos se cubrió el tubo con una camisa de amianto a modo de material aislante.

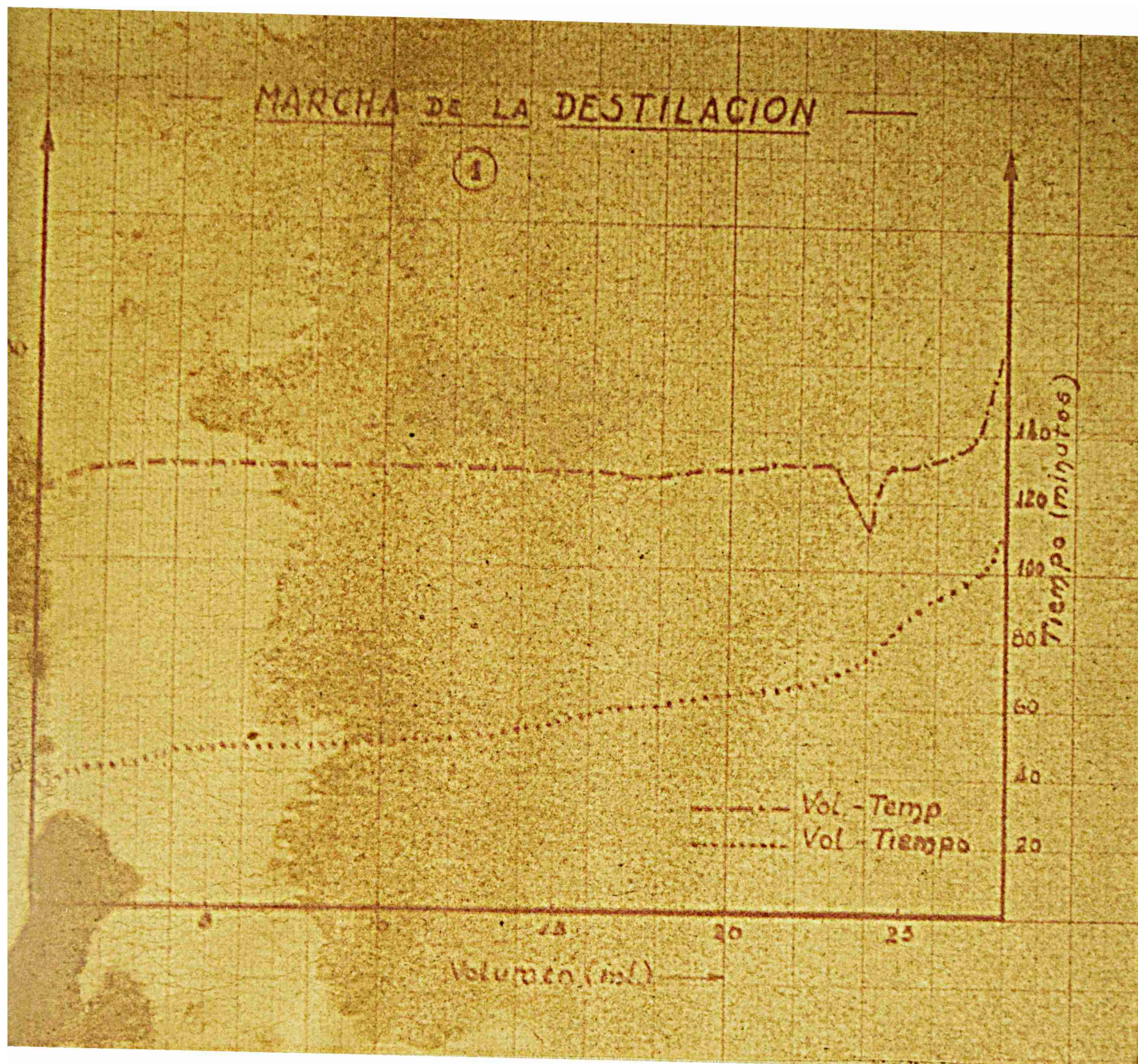
El gráfico inferior indica la relación, volumen destilado, y tiempo en minutos. Este último valor sobre abscisa se tomó a diferente escala que el valor de las temperaturas.

CUADRO Nº 1

Líquido destilado: 500 ml. mezcla metanol-agua (Metanol 6 % en vol.)

tº Cald.	tº Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.	Veloc. rpm
		tº ent.	tº sal.	Caud. cc/h	tº ent.	tº sal.	Caud. cc/h	Got.	Perc.		
25	-	24,5	24,5	2273	24,5	24,5	2710	-	-	15,25	1500
58,5	-	"	27,5	"	"	26,5	"	-	-	15,30	"
97,8	60,5	"	31,5	"	"	46	"	-	-	15,36	"
98,5	63	"	61,5	"	"	56	"	1,5	-	15,40	"
98,8	64,6	"	62,5	"	"	59	"	5	3,3	15,45	"
99,2	64,5	"	62,5	"	"	60,2	"	11	6	15,50	"
99,5	63,3	"	62,5	"	"	60,5	"	16	4	15,55	"
100	62,6	"	-	"	"	80,5	"	17	2	16,00	"
100	65,5	"	62,5	"	"	60,5	"	21	4	16,05	"
100	65,5	"	62,5	"	"	60,5	"	23	2	16,10	"
100	54,5	"	62,5	"	"	-	"	24	1	16,15	"
100	65,5	"	66,5	"	"	66,2	"	24,5	0,5	16,20	"
100	65	"	73,5	"	"	70,8	"	25	0,5	16,25	"
100	67,5	"	78,5	"	"	73,5	"	25,5	0,5	16,30	"
100	67,5	"	82,5	"	"	78,5	"	26,5	1	16,35	"
100	68	"	85	"	"	80,5	"	27	0,5	16,40	"
100	70	"	88	"	"	86	"	27,2	0,5	16,45	"
100	72	"	90	"	"	80,5	"	27,5	1,3	16,50	"
100	72	"	90	"	"	-	"	28	0,5	16,50	"
100	72	"	90	"	"	huye.	"	38,5	10,6	16,55	"
100	72	"	90	"	"	"	"	40	1,5	17,57	"

Comienza



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 600 ML. DE LA MEZCLA

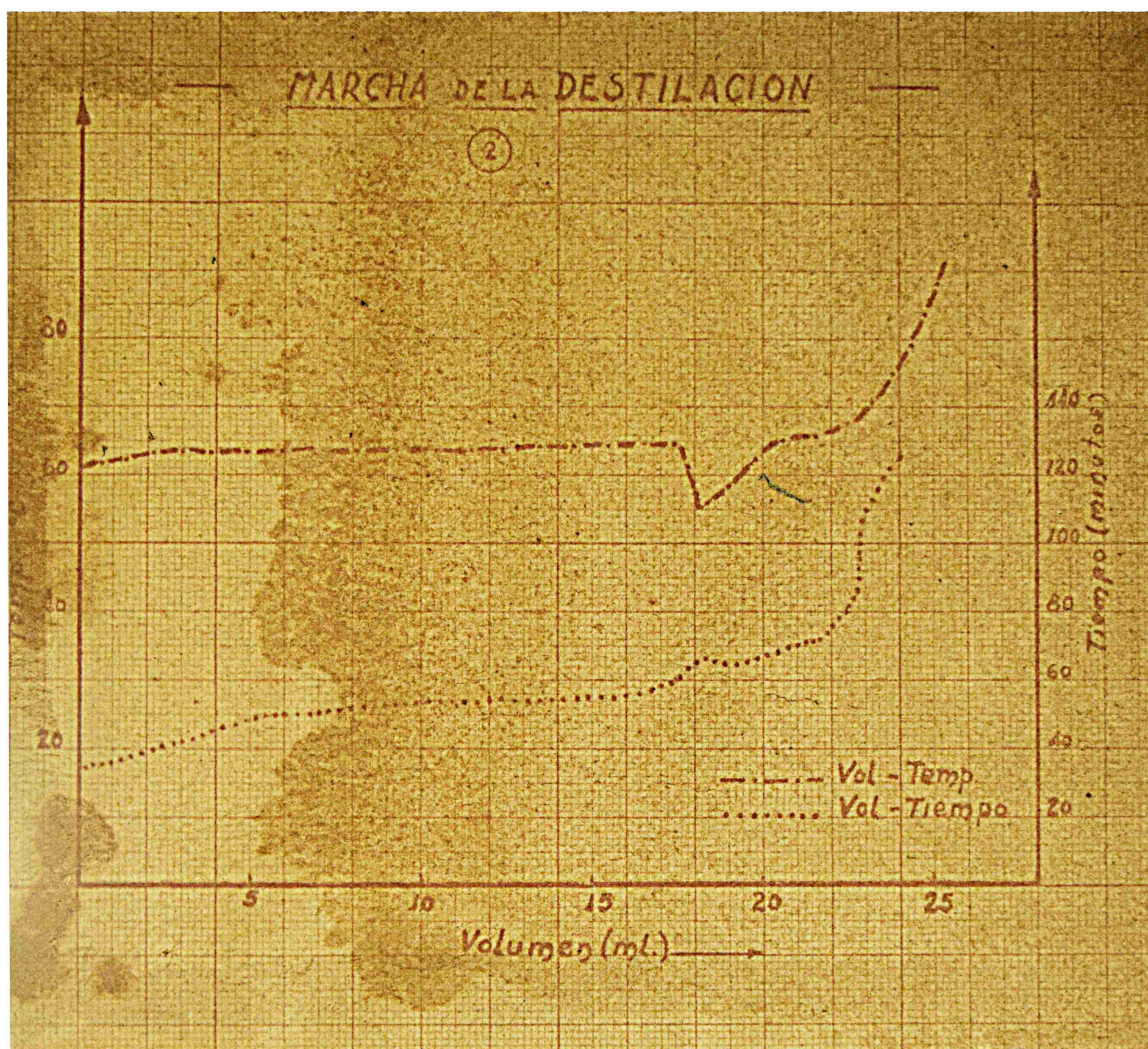
FRACCION	METANOL		
	EN MUESTRA	EN DESTILADO	RENDIMIENTO
HASTA 68°C.	6 ml. %	25.73 ml.	85.76

C H A T R O N O 2

Líquido destilado: 500 cl. mezcla metanol-agua (Metanol 5% en vol.)

t ₂ Gald.	t ₁ Vap.	Refrige 1			Refrige 2			Vol. c		Tiempo min.	Veloc. rot.
		t ₂ ent.	t ₁ sal.	Caud. cc/h	t ₂ ent.	t ₁ sal.	Caud. cc/h	Tot.	Paro.		
25	-	22	30	3700	22	32	31,15	-	-	9,10	1500
25,5	-	"	30	"	"	30,5	"	-	-	9,15	"
26	28	"	31,5	"	"	31,5	"	-	-	9,20	"
27,5	31,5	"	30,5	"	"	49,6	"	-	-	9,25	"
27,5	36	"	32,5	"	"	54	"	-	-	9,30	"
29	61,6	"	60,5	"	"	59,2	"	-	-	9,34	"
29	63,5	"	61,5	"	"	60	"	2,5	-	9,40	"
29	63,8	"	62,2	"	"	60,5	"	4	1,5	9,45	"
29	64,2	"	62,5	"	"	60,5	"	6	2,0	9,50	"
29	64,5	"	62,2	"	"	60,2	"	12	6,0	9,55	"
29,8	64,5	"	62,2	"	"	60,2	"	17,5	8,5	10,00	"
29,9	55	"	61,8	"	"	60	"	18	0,5	10,05	"
100	65	"	70,5	"	"	63	"	20,8	2,8	10,10	"
100	66,5	"	70,5	"	"	64,5	"	22	1,2	10,15	"
100	67	"	71	"	"	69,5	"	22,2	0,2	10,20	"
100	67,8	"	79,5	"	"	76	"	22,8	0,6	10,25	"
100	68	"	87	"	"	82,5	"	22,8	-	10,35	"
100	76,5	"	83	"	"	88,5	"	24,0	1,2	10,40	"
100	89	"	hrve.	"	"	hrve.	"	25,2	1,2	10,42	"
100	99	"	"	"	"	"	"	-	-	10,50	"

Comienza a destilar.



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LA MEZCLA

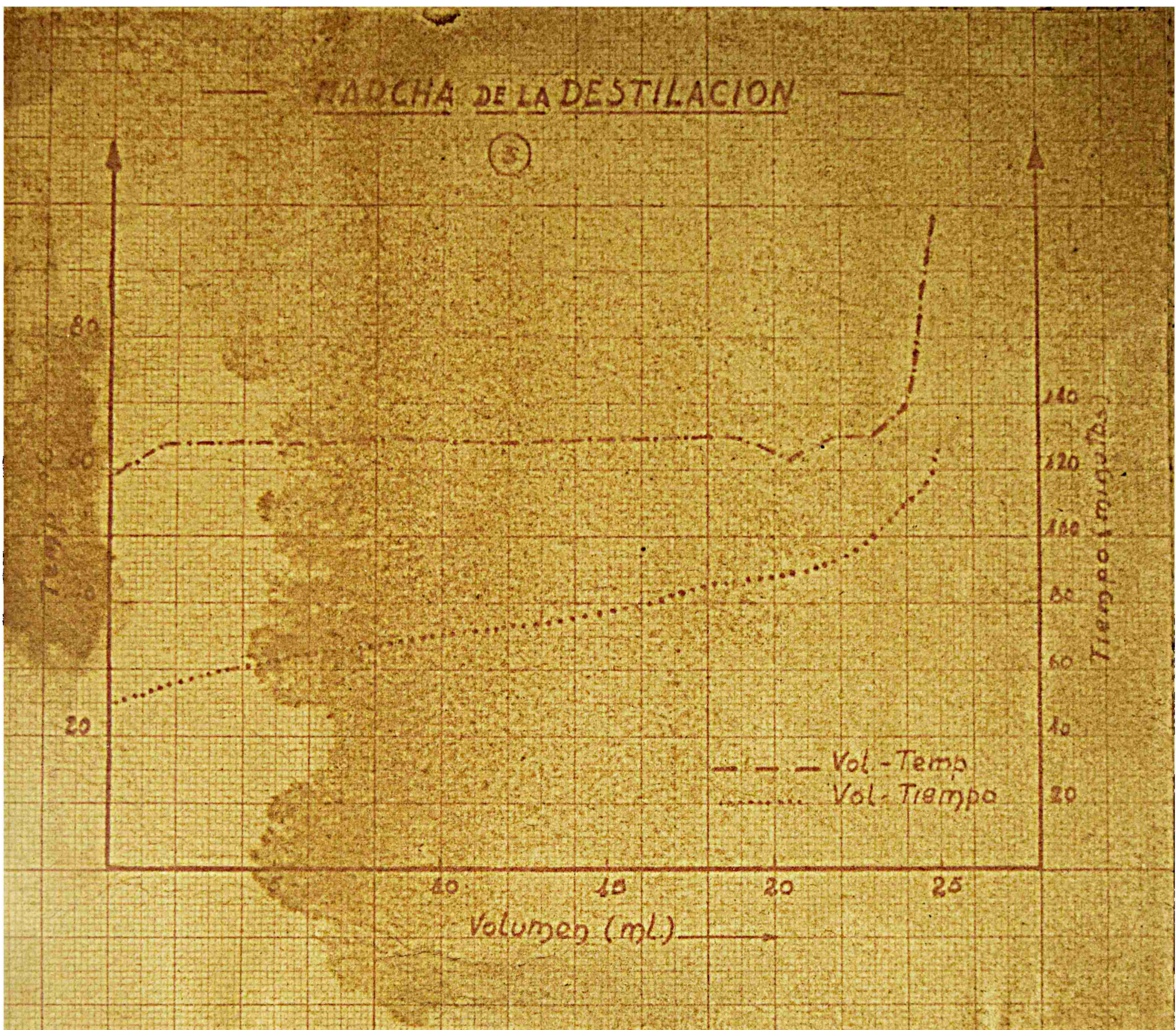
FRACCION	N E T A N O L		
	EN MUESTRA	EN DESTILADO	RENDIMIENTO
HASTA 68°C.	6 ml. §	22.04 ml.	88.16

EXPERIMENTO N.º 2

Líquido destilado: 20 ml. mezcla metanol-éter (1:1) vol 5 ca. 20

t ₂ Cald.	t ₂ Vap.	Reflujo 1		Reflujo 2		Fl. s.		Flama min.		
		t ₁ ent.	t ₁ sal.	Caud. cc/h	t ₁ ent.	t ₁ sal.	Caud. cc/h		Pat.	Puro.
24,5	-	18,2	18,2	4300	18,5	18,2	4350	-	-	8,33
49,5	-	"	"	"	"	19,2	"	-	-	8,40
64,5	38	"	"	"	"	24	"	-	-	8,45
68,8	59,5	"	60	"	"	34,5	"	-	-	8,50
	63,5	"	61,5	"	"	59,2	"	1,5	-	8,56
99,5	64,0	"	62,0	"	"	59,5	"	4,5	2,3	8,00
99,5	64,2	"	62,5	"	"	59,6	"	5,5	2,7	8,05
99,5	64,5	"	63,0	"	"	60,2	"	9,5	3,0	8,10
99,5	64,5	"	64,5	"	"	-	"	13	3,5	8,15
99,8	65,5	"	65	"	"	60,2	"	16	3,0	8,20
99,8	65	"	62,5	"	"	60,5	"	18,5	2,5	8,25
99,8	62,5	"	63,5	"	"	60,5	"	20,5	2,0	8,30
100	65,2	"	67,5	"	"	62	"	22,9	1,6	8,35
100		"	76,5	"	"	69	"	23	0,7	8,40
100		"	83	"	"	73,6	"	23,5	0,5	8,45
100		"	91,5	"	"	80,5	"	24,0	0,3	8,50
100	89	"	hrve.	"	"	hrve.	"	24,5	0,5	8,55
100	95	"	"	"	"	"	"	24,7	0,2	10,00
100	99,5	"	"	"	"	"	"	"	"	10,05

x-Contenido del condensador.



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LA
MEZCLA

FRACCION	M E T A N O L		
	EN MUESTRA	EN DESTILADO	RENDIMIENTO
HASTA 68°C.	5 ml. %	22.96 ml.	01.84

DESTILACION DE LA MEZCLA TERMINIA ACETONA - METANOL - AGUA.

Procediendo en condiciones iguales a los anteriores ensayos, se someten a destilación en el dispositivo de Piazza, la mezcla acetona-metanol-agua, en las proporciones que se consignan en cada cuadro, proporción que se estableció respetando, aproximadamente, la relación que guardan entre sí dichos componentes, en el líquido piroléonoso, objetivo de nuestro próximo fraccionamiento.

A veces en el deseo de querer separar un apreciable volumen de acetona, se sometió a destilación un volumen mayor de la mezcla (1500 y 2000 ml.). En estos ensayos debió emplearse una caldera de cobre de 2,5 ls. de capacidad, que como la anterior, se une a rosca al "contator". Corresponden a estos ensayos los cuadros nº 8, 9, 10, 11, 12 y 13.

En los ensayos nº 4, 5, 12 y 13 no se separó la fracción acetónica, sino que expresamente, se obtuvo como única fracción todo el producto destilado, hasta 63°C sobre el cual se realizó la determinación analítica del contenido de acetona y metanol.

En los ensayos nº 6, 7, 8, 9 y 10 y 11, se obtiene separadamente dos fracciones principales. La primera es la correspondiente a la acetona, tomándose como tal, todo el líquido que destiló hasta los 57,5°C y 53,5°C (si la destilación no se realizara lentamente, podría llegarse, estima Rouzant /x/ para esa fracción, hasta los 60°C.). Teniendo presente que la acetona forma con el metanol el azeótropo de punto de ebullición igual a 55,7°C /xx/, en dichas fracción

/x/ Rouzant, R.; An. Inst. Invest. Cient. y Tecnol. T.X-XL, pág. 121-125; (1940 - 41).

/xx/ "Handbook"; Perry, pág. 633 (1950).

se tendrá la acetona más que el azeótropo. La segunda fracción está constituida por el líquido que destiló entre aquellas temperaturas y 68-63,5°C. Por lo tanto es la fracción rica en metanol. En algún ensayo pudo recogerse una tercer fracción comprendida entre esta última temperatura y 100°C.

Ya sea en las muestras que se sometieron al ensayo como en las fracciones obtenidas por destilación, se determinó la cantidad de acetona existente, mediante el método analítico de Messinger, fundado en la absorción del yodo por la acetona (81). El metanol se determinó analíticamente en la fracción correspondiente mediante el método densimétrico, enunciado primeramente (74).

Alcohol destilado: Mezcla sintética Agua-Metanol Acetona. (Metanol: 50% en volumen; Acetona: 0,198 % en volumen)

Alcohol destilado: 500 ml.

Cald.	to Vap.	Refract.			Refracto-2			Vol. cc.		Tiempo min.	V. de
		ent.	sal.	se/m.	ent.	sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Parc.		
-	-	18.5	19	1250	11.5	19	1050	-	-	15.05	1500
-	-	"	29	"	"	27	"	-	-	15.10	"
30	"	"	"	"	"	25	"	-	-	15.15	"
97.2	35	"	40.5	"	"	43.5	"	-	-	15.20	"
97.5	44.5	"	51.5	"	"	48	"	-	-	15.25	"
97.5	53.8	"	57	"	"	50	"	-	-	15.27	"
98.5	63.5	"	61.5	"	"	56	"	-	-	15.36	"
99	64	"	62	"	"	58.5	"	7.5	3.5	15.40	"
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60.5	"	11.0	3.5	15.45	"
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60.5	"	15	4.0	15.50	"
99.5	64.5	"	62.5	4920	"	60.5	4000	18.5	4.5	15.55	"
99.5	59.0	"	-	"	38	59.5	"	20.2	0.7	16.00	"
99.8	60.5	"	66	"	"	63.5	"	22	1.8	16.05	"
99.8	66.5	"	72	"	"	67.5	"	23.5	1.0	16.10	"
100	68	"	81.5	"	"	71.5	"	24.5	1	16.17	"
100	79	"	90.5	"	"	84	"	25.5	1	16.25	"
100	89	"	fr. ve.	"	"	89	"	26	0.5	16.30	"
100	99.5	"	"	"	"	frve.	"	-	-	16.35	"
100	100	"	"	"	"	-	"	-	-	16.40	"

x-comienza a destilar



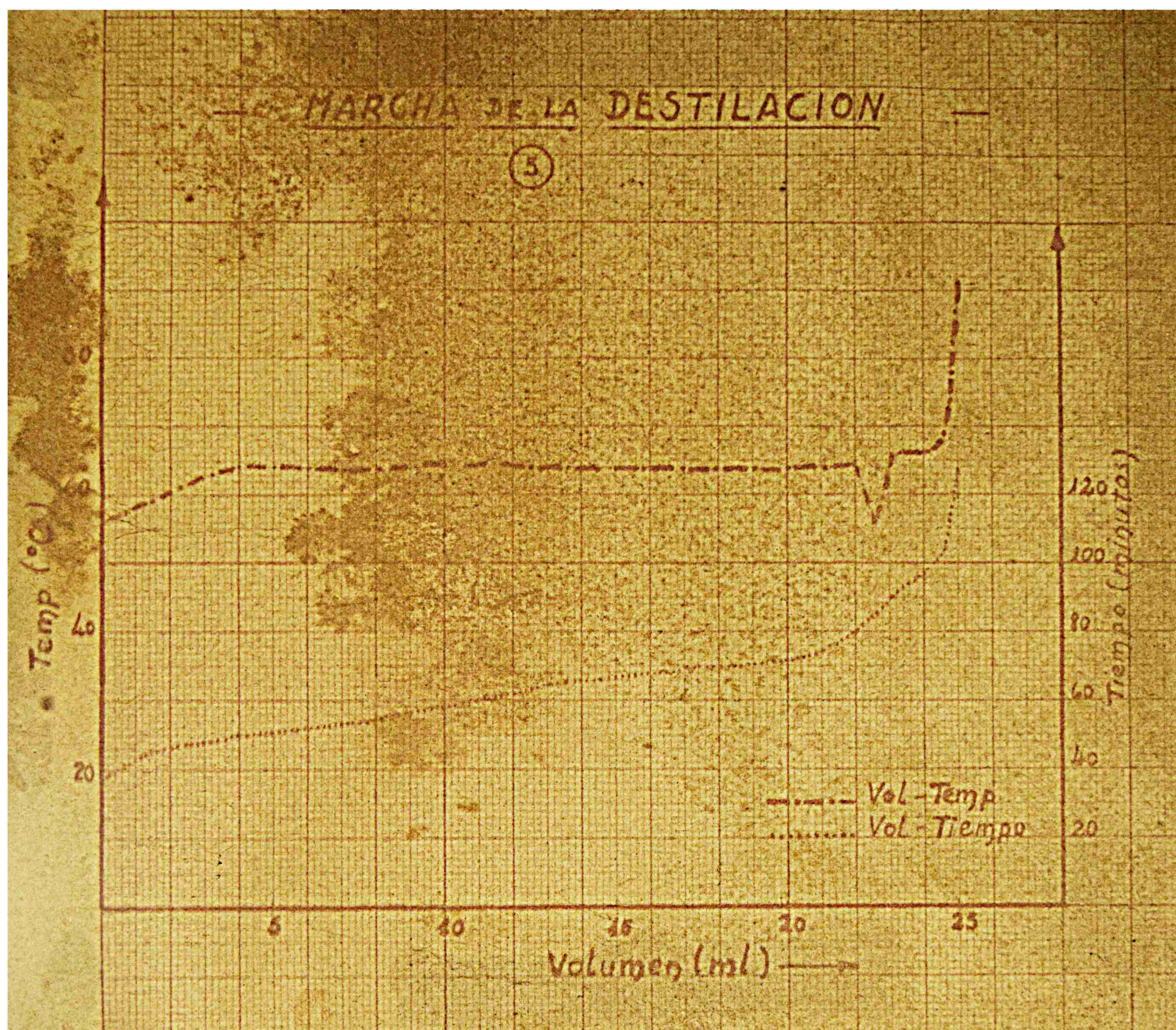
ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0.157 g. %	8 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HASTA 68°C.	0.458 g.	24 ml.	53.34	96

Destilado de la mezcla de Agua-Metanol-Acetona. (Metanol: 0,262 % en volumen; Acetona: 0,262 % en volumen).

Temperatura de Vap.	Refractómetro			Refractómetro			Vol. cc.		Tiempo min.	Valeo rmb.
	Temperatura	Índice	Temperatura	Índice	Caud. cc/h.	Tot.	Para.			
-	24.5		21.5	25.0	4210	-	-	15.20	1500	
-	"		"	23.0	"	-	-	15.25	"	
41.5	"	45	"	43	"	-	-	15.30	"	
96.5	56	57	"	54	"	-	-	15.23	"	
97	59.5	60	"	57.2	"	1.5	-	15.45	"	
98	64.2	62	"	55.5	"	4	2.5	15.50	"	
98.5	63.2	62.5	"	59.2	"	8	4	15.55	"	
98.5	64	62.2	"	59.2	"	13	5	16.05	"	
98	63.5	62.5	"	-	"	17	4	16.10	"	
98.5	64.2	62.5	"	59.5	"	21	4	16.15	"	
99.5	65	62.8	"	59.5	"	22	1	16.20	"	
99.8	56.5	"	"	-	"	22.5	0.5	16.25	"	
100	65	63.5	"	66.5	"	23	0.5	16.30	"	
100	66.2	77.5	"	74.5	"	24	1	16.35	"	
100	68	82	"	79	"	24.5	0.5	16.43	"	
100	72.5	87.5	"	87.5	"	24.8	0.3	16.50	"	
100	93.5	hrve.	"	92	"	25	0.2	16.55	"	
100	99.5	"	"	hrve.	"	40	15	17.07	"	

x-Comienza a destilar.



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO, PROVENIENTE DE 500 ml. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0.208 g. %	5 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HASTA 63°C.	0.6236 g.	23.5 ml.	62.6	94

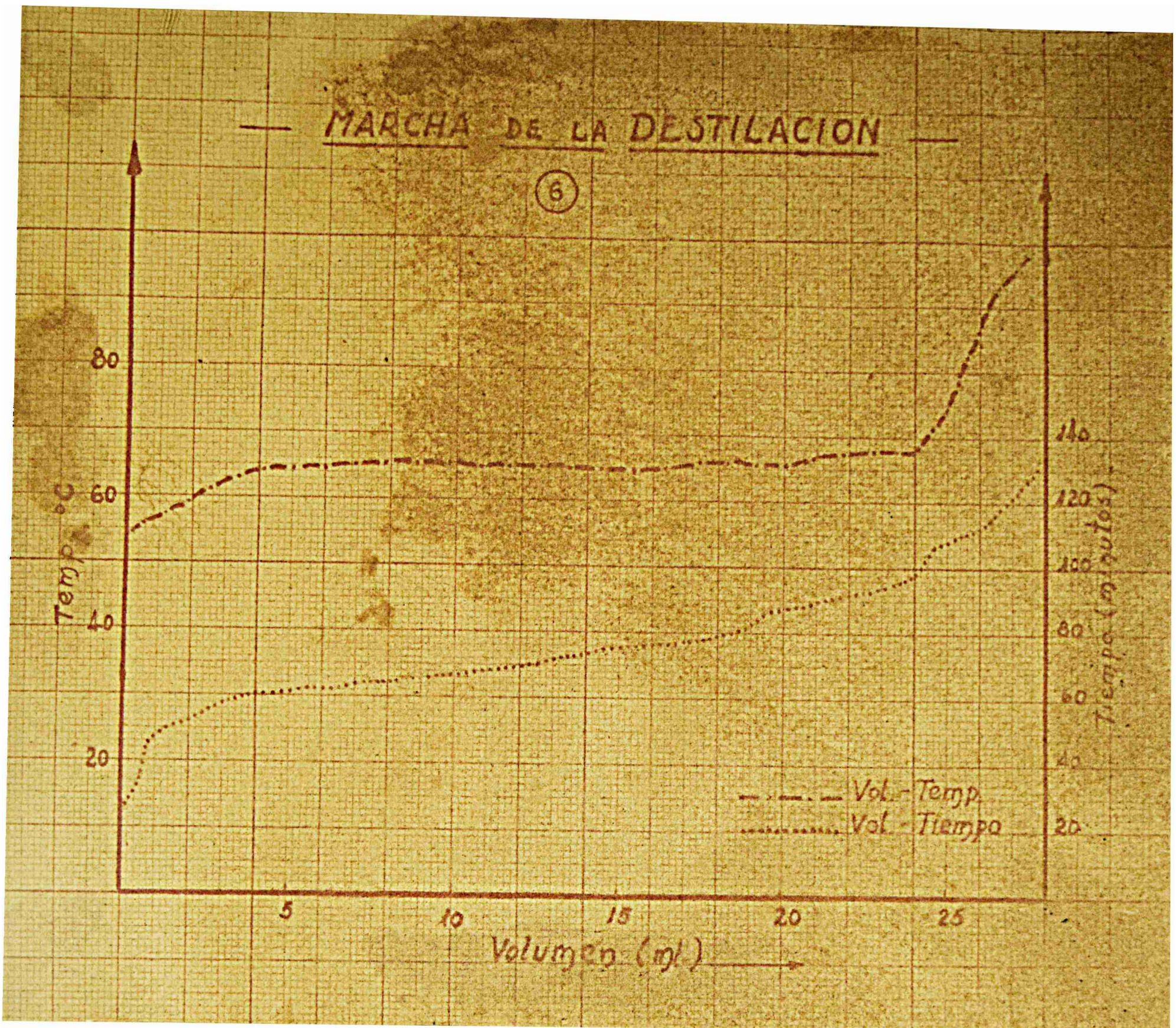
C. A. D. B. O. N. 2

Líquido destilado: *[illegible]* (Análisis: *[illegible]*).

[illegible] (retención: 0,19 % en volumen).

Volumen destilado:

Temperatura líq. Vap.	Reflujo		Caudal líq. Vap.	Caudal líq. Vap.		Caudal líq. Vap.	Volumen		Tiempo min.	Velocidad
	temperatura ant.	temperatura sal.		temperatura líq. Vap.	temperatura líq. Vap.		Tot.	Vap.		
-	22.5	-	"	"	"	"	-	-	14.55	"
-	"	25.5	"	"	"	"	-	-	15.00	"
95	25	"	"	"	"	"	-	-	15.05	"
97.5	28	"	"	"	"	"	-	-	15.10	"
98.2	37.2	"	"	"	"	"	-	-	15.15	"
97.6	46.5	"	"	"	"	"	-	-	15.19	"
99	51.5	"	"	"	"	"	0.1	-	15.25	"
99.6	55.5	"	"	"	"	"	0.3	0.2	15.30	"
99.6	56.2	"	"	"	"	"	2.0	0.2	15.35	"
99.8	56.5	"	"	"	"	"	0.3	0.3	15.40	"
99.8	58.5	"	"	"	"	"	1.5	0.7	15.45	"
100	64.5	"	"	"	"	"	4	2.5	15.50	"
100	65.6	"	"	"	"	"	2.5	4.5	16.00	"
100	67.5	"	"	"	"	"	12.2	8.7	16.10	"
100	64.5	"	"	"	"	"	14.5	9.3	16.15	"
100	66	"	"	"	"	"	19.5	4.00	16.20	"
100	65.5	"	"	"	"	"	19.5	1.00	16.25	"
100	67.5	"	"	"	"	"	21	1.5	16.30	"
100	68	"	"	"	"	"	24	3.0	16.35	"
100	72	"	"	"	"	"	24.5	0.5	16.40	"
100	81	"	"	"	"	"	25.5	1.0	16.50	"
100	90	"	"	"	"	"	26.2	1.3	16.55	"
100	96.5	"	"	"	"	"	30	19.5	17.05	"
100	100	"	"	"	"	"	50	20.0	17.15	"



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0.157 g. %	5 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HAS TA 58,5°C.	0.5224 g.	---	66.54	---
FRACCION 58,5-68°C.	0.048 g.	23.52 ml.	---	94

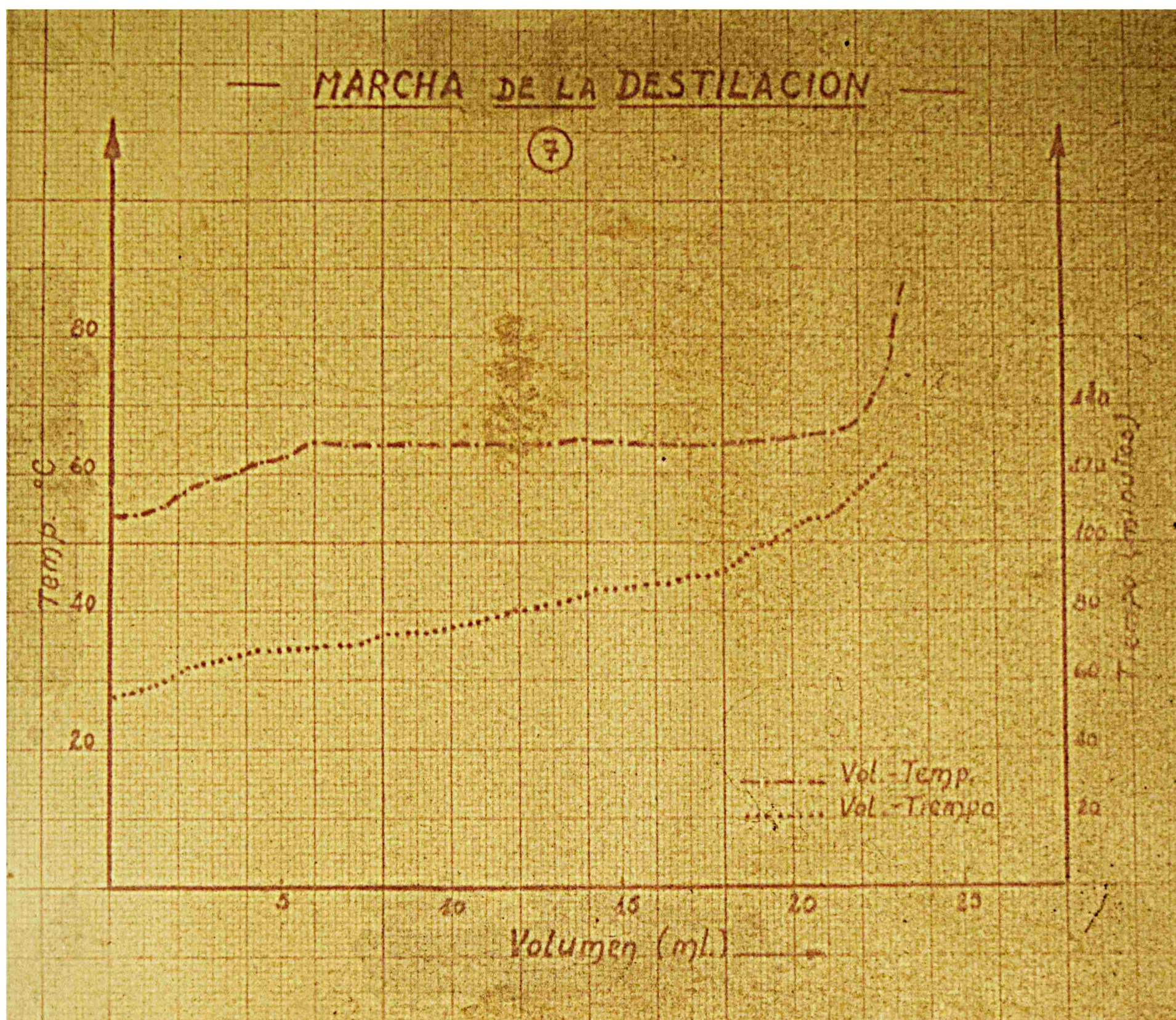
C U A D R O N O 7

Líquido destilado: Mezcla sintética Agua-Metanol-Acetona. (Metanol 5 % en volumen; Acetona: 0,15 % en volumen).

Volumen destilado: 500 ml.

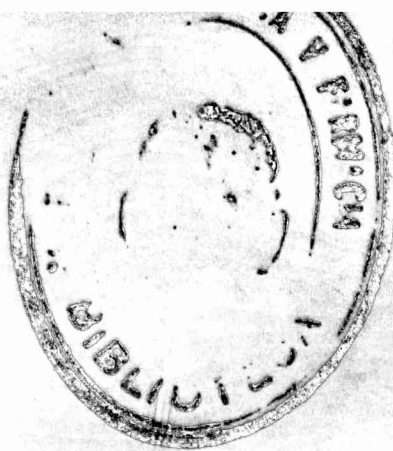
t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.	Veloc. rpm.
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Parc.		
25	-	23.5	-	-	23.5	-	-	-	-	17.35	1500
66.5	-	"	21	3236	"	23.5	3150	-	-	17.40	"
89	-	"	42	"	"	40	"	-	-	17.45	"
98.2	33.5	"	52.5	"	"	49.5	"	-	-	17.50	"
98.6	54.5	"	54	"	"	52	"	-	-	17.55	"
99.5	55	"	54.5	"	"	53	"	1.7	-	18.00	"
99.6	58	"	59.5	"	"	55.8	"	2.2	0.5	18.03	"
99.8	64.5	"	61.5	3345	"	59.5	3180	6	3.3	18.10	"
99.8	64	"	62.2	"	"	60.2	"	9.5	3.5	18.15	"
99.8	64.5	"	62.2	"	"	60.2	"	11.8	2.3	18.20	"
100	65	"	62.2	"	"	60.5	"	14.2	2.4	18.25	"
100	64.2	"	62.5	"	"	60.5	"	17.2	3	18.30	"
100	64	"	62.5	"	"	61	"	18.5	1	18.35	"
100	65	"	64	"	"	61.2	"	19.5	1	18.40	"
100	66.5	"	68	"	"	64.3	"	20.5	1	18.45	"
100	67.5	"	70	"	"	71.5	"	21.5	1	18.50	"
100	68	"	81	"	"	76	"	21.8	0.3	18.55	"
100	72	"	88	"	"	80.5	"	23.5	0.7	19.00	"
100	81	"	hrve.	"	"	91	"	23	0.5	19.05	"
100	90	"	"	"	"	hrve.	"	-	0.5	19.10	"
100	99.5	"	"	"	"	"	"	-	-	19.15	"
100	100	"	"	"	"	"	"	-	-	19.20	"

x-Comienza a destilar.



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0.1133g. %	5 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HAS TA 53°C.	0.406 g.	---	63.35	---
FRACCION 53-68°C.	0.174 g.	19.97 ml.	23.3	75.3



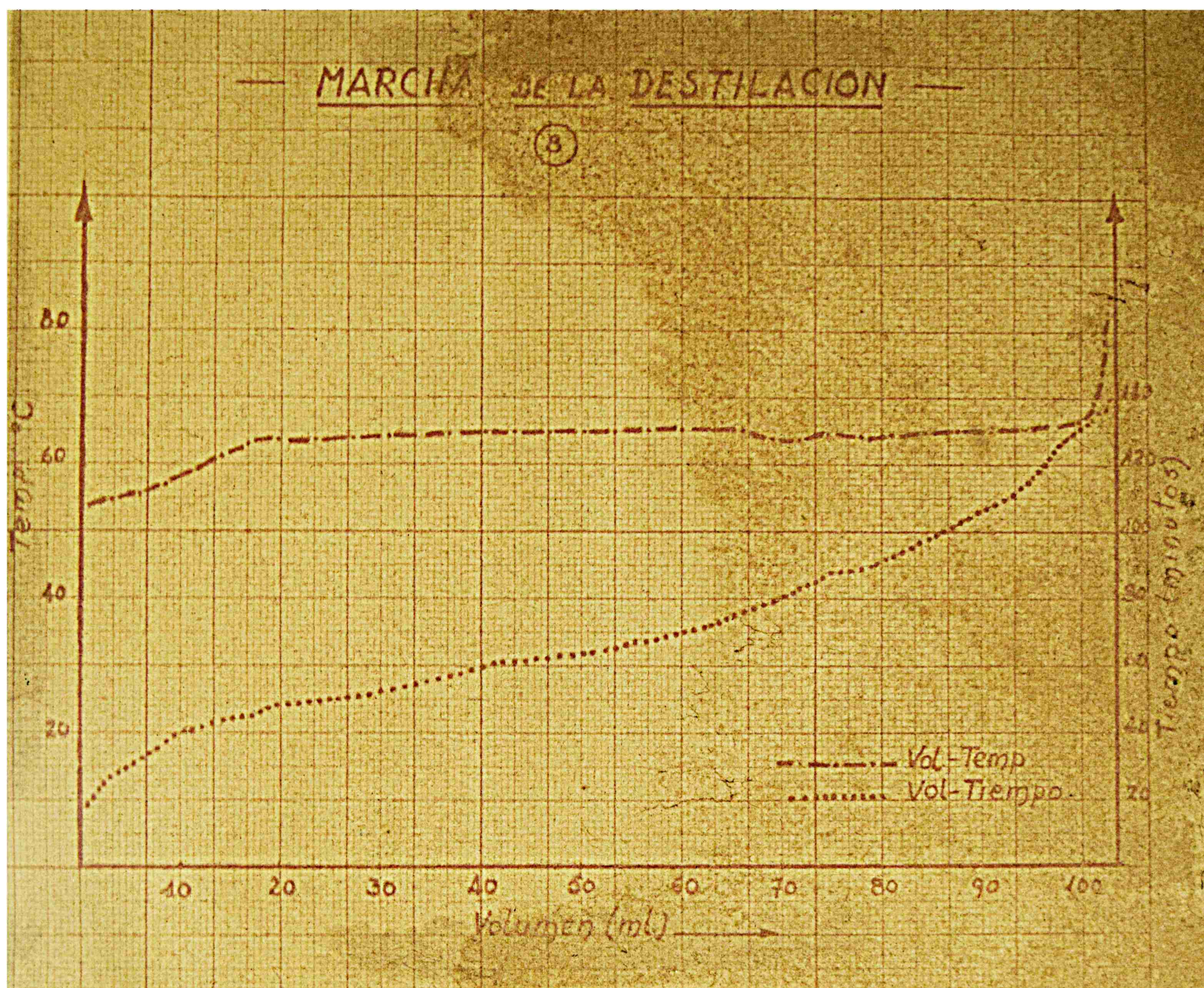
C U R S O

Líquido destilado: Mezcla de alcohol-agua-etanol-...
 en vol. ...

Volumen destilado: 2000 ml.

t _o Cald.	t _v Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.	Veloc. mm.
		t _o ent.	t _v sal.	Caud. cc/h.	t _o ent.	t _v sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Pasc.		
26	-	24.5	24	-	24.5	24	-	-	-	16.00	1500
48	-	"	24.5	4670	"	24.5	4465	-	-	16.05	"
72.5	28	"	25.5	"	"	25	"	-	-	16.10	"
91.5	28.5	"	37.5	"	"	32.5	"	-	-	16.15	"
98.2	54	"	41.5	"	"	39.5	"	-	-	16.18	"
98.2	54.5	"	54.5	"	"	49	"	2.5	-	16.25	"
98.5	56.5	"	57	"	"	52.5	"	4.5	2.0	16.30	"
99	56	"	58.5	"	"	53	"	7.0	2.5	16.35	"
99.2	57.5	"	60.2	"	"	57	"	9.5	2.5	16.39	"
99.5	64	"	62	4670	"	59.5	4465	13.0	2.5	16.45	"
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60.5	"	26	8	16.50	"
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60.8	"	33.5	7.5	16.55	"
99.8	65	"	62.5	"	"	60.8	"	41.5	8.0	17.00	"
99.8	65.5	"	62.8	"	"	61	"	55.5	10.0	17.05	"
100	65	"	62.8	"	"	61	"	59.5	8.0	17.10	"
100	64.5	"	62.5	"	"	61.2	"	65	6.3	17.15	"
100	63.5	"	62.5	"	"	61	"	70	5.0	17.20	"
100	63.5	"	62	"	"	61.2	"	74.2	4.2	17.25	"
100	63.2	"	62	"	"	61.2	"	79	4.8	17.30	"
100	64.5	"	64	"	"	61.5	"	83	4	17.35	"
100	65	"	66	"	"	62.5	"	86.5	3.5	17.40	"
100	65.2	"	67.5	"	"	63	"	89.5	3	17.45	"
100	66	"	69	"	"	63	"	92	2.5	17.50	"
100	65.8	"	70.8	"	"	63.5	"	94.5	2.5	17.55	"
100	66	"	74	4470	"	-	"	96.3	1.8	17.60	"
100	66	"	77	"	"	68	"	98.2	1.9	17.65	"
100	66	"	79.5	"	"	71.5	"	100	1.8	17.70	"
100	67	"	82	"	"	79.2	"	101	1	18.15	"
100	68	"	85.5	"	"	83	"	101.5	0.5	18.20	"
100	72.5	"	91.5	"	"	87	"	102	0.5	18.25	"
100	89	"	hve.	"	"	hve.	"	102.8	0.8	18.35	"
100	95.5	"	"	"	"	"	"	103.5	0.7	18.40	"
100	99.9	"	"	"	"	"	"	105.5	2.5	18.45	"
100	-	"	"	"	"	"	"	108.5	3.0	18.48	"

x-Comienza a destilar.



ANALISIS DEL LIQUIDO DESTILADO PROVENIENTE DE 2000 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0.1183g. %	5 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HASTA 57,5°C.	1,5853 g.	---	66,62	---
FRACCION 57,5-68°C.	0,4894	88,92 ml.	2	88,92
FRACCION 68-100°C.	0.0043 g.	---	---	---

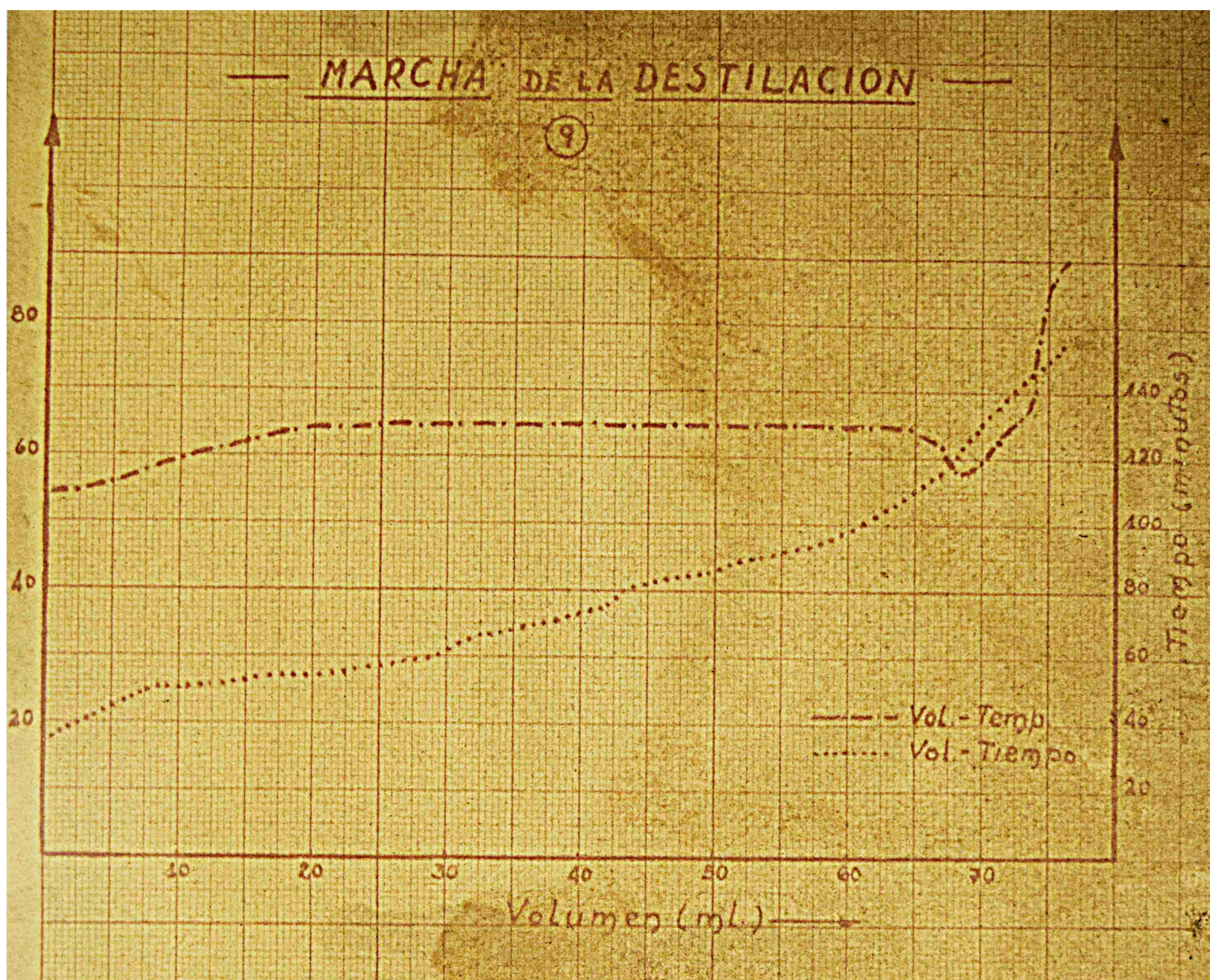
C U P O

Líquido destilado: Mezcla de Metanol-Etanol-Acetona. (Metanol 5% en volumen, Etanol 10,15% en volumen).

Volumen destilado: 1.5

t ₁ Cald.	t ₂ Vap.	Reflujo 1		Caud. cc/h.	Reflujo 2		Caud. cc/h.	Vol. cc.		Tiempo min.	Veloc. rpm.
		t ₁ ent.	t ₂ sal.		t ₁ ent.	t ₂ sal.		Tot.	Pare.		
22	-	21	22	3310	21	22	3450	-	-	16.15	100
59	-	"	23.5	"	"	24	"	-	-	16.20	"
97	25	"	42	"	"	40	"	-	-	16.25	"
98	51.5	"	50	"	"	50.5	"	-	-	16.33	"
98.8	54	"	55	"	"	52	"	0.5	-	16.35	"
99	54.6	"	57.5	"	"	54.5	"	2.2	1.7	16.40	"
99	56.5	"	59	"	"	56	"	5.5	2.8	16.45	"
99.6	58	"	59.5	"	"	57.2	"	7.5	2	16.50	"
99.8	64.4	"	61	3420	"	59	3510	20	2.2	16.55	"
100	64.5	"	62.5	"	"	60	"	20	3	17.00	"
100	64.5	"	62.2	"	"	60.2	"	31.5	2.5	17.05	"
100	64.5	"	62.2	"	"	60.5	"	36.5	5	17.10	"
100	64	"	62.2	"	"	60.5	"	41.5	5	17.15	"
100	64.8	"	62.5	"	"	60.2	"	43	2	17.20	"
100	64.5	"	62	"	"	60	"	48.5	5.5	17.25	"
100	65.2	"	62.2	"	"	60	"	53.5	5	17.30	"
100	63.8	"	62.2	"	"	60.5	"	58.5	5	17.35	"
100	63.5	"	63	"	"	60.8	"	61.5	3	17.40	"
100	64.5	"	65	"	"	62.2	"	63.7	2.2	17.45	"
100	63	"	68	"	"	65	"	65.5	2.2	17.50	"
100	58	"	69.5	"	"	67	"	67.3	2.0	17.55	"
100	57.5	"	70.5	"	"	68.2	"	68.5	1	18.00	"
100	58	"	71	"	"	-	"	69	0.5	18.05	"
100	60.0	"	77	"	"	74.5	"	70.5	1.5	18.10	"
100	62.3	"	82.5	"	"	80	"	71.5	1	18.15	"
100	65.5	"	87	"	"	83	"	72.6	1	18.20	"
100	68	"	93	"	"	-	"	73.5	1	18.25	"
100	84	"	hrve.	"	"	90.5	"	75	1.5	18.30	"
100	89	"	"	"	"	hrve.	"	76	1	18.35	"
100	99.5	"	"	"	"	"	"	100	2.4	18.40	"

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 1500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0,1544g. %	6 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HAS TA. 53°C.	1,8382 g.	---	79,2	---
FRACCION 53-63°C.	0,43537g.	64,53 ml.	18,7	86,1

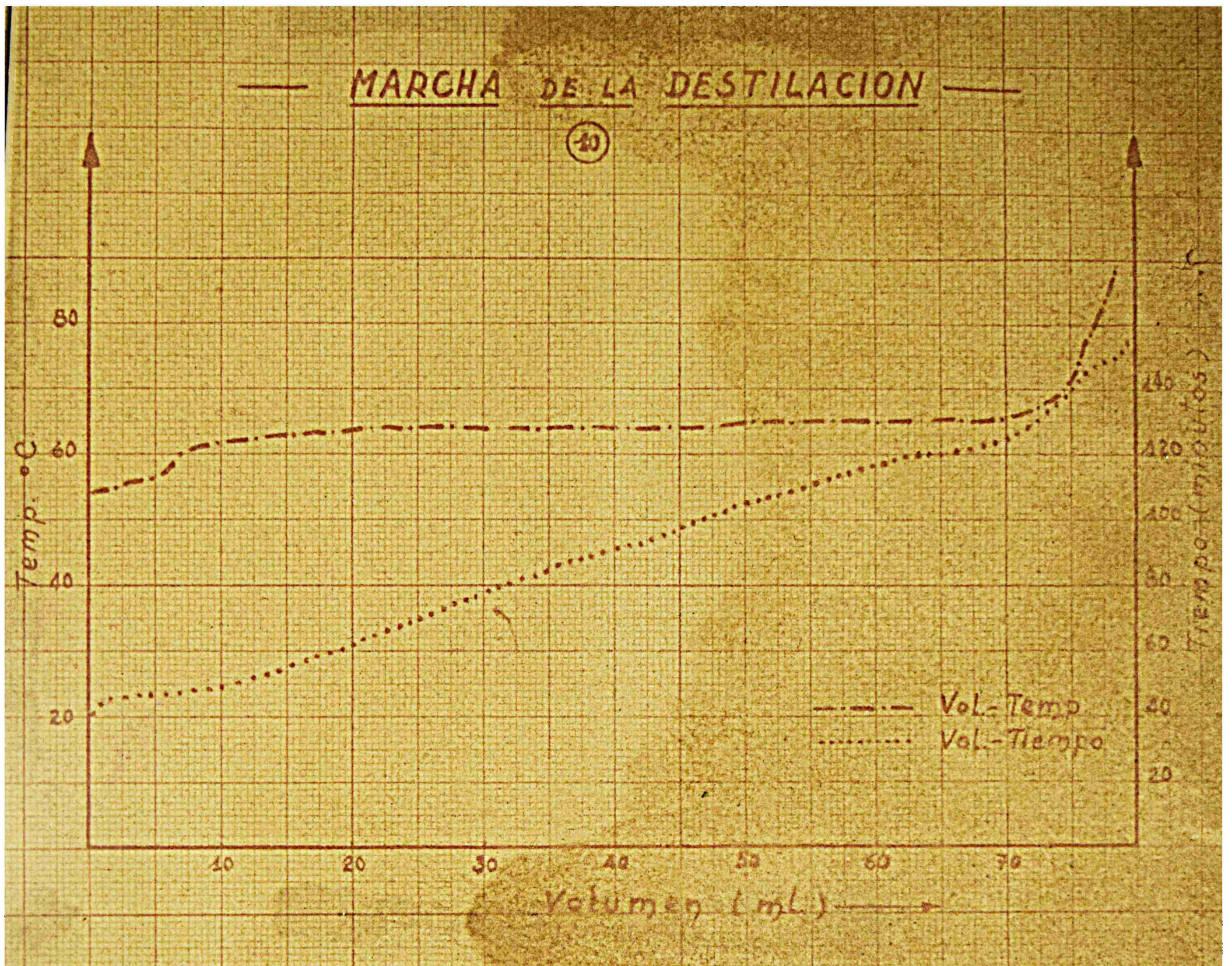
C U A D R O N O 10

Líquido destilado: Mezcla de metanol-acetona. (Metanol 5% en volumen, acetona 0,195% en volumen)

Volumen destilado: 1500 ml.

t ^o Calor.	t ^o Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.	Velocidad rpm.
		t ^o ent.	t ^o sal.	Caud. cc/h.	t ^o ent.	t ^o sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Paro.		
24	-	22	22	4292	22	22	4100	-	-	15.25	1850
54.5	-	"	23.5	"	"	23	"	-	-	15.30	"
84	25	"	43.5	"	"	40	"	-	-	15.35	"
97	51.5	"	51	"	"	49.5	"	-	-	15.40	"
98.5	54	"	55.5	"	"	53	"	1	-	15.42	"
98.8	57.5	"	59.5	"	"	58	"	5.5	4.5	15.45	"
99	58.5	"	61.5	"	"	58.5	"	6.5	1	15.48	"
99	62	"	61.5	"	"	60	"	10.5	4	15.50	"
99.5	63.5	"	62	4348	"	60.2	4220	14	3.5	15.55	"
99.5	63.5	"	62	"	"	60.5	"	17.5	3.5	16.00	"
99.5	64.5	"	62.2	"	"	60.5	"	21.0	3.5	16.05	"
99.8	64.5	"	62.2	"	"	60	"	24.5	3.5	16.10	"
99.8	64	"	62	"	"	60	"	28.5	4.0	16.15	"
99.8	64.5	"	62	"	"	60.1	"	31.5	3.8	16.20	"
100	64	"	62.2	"	"	60.5	"	35.8	4	16.25	"
100	64	"	63	"	"	60.8	"	39.2	3.7	16.30	"
100	64	"	65	"	"	61.5	"	43.7	4	16.35	"
100	64.5	"	69	"	"	64	"	46.7	3.5	16.40	"
100	65	"	71	"	"	67.5	"	50.2	3.5	16.45	"
100	65.5	"	76	"	"	70.5	"	54.5	4.2	16.50	"
100	65.5	"	75.5	"	"	71	"	59.5	5.0	16.55	"
100	66.2	"	75	"	"	72	"	65.0	6.3	17.00	"
100	66.5	"	75.5	"	"	71.5	"	70.5	4.7	17.05	"
100	67.1	"	82	"	"	77.5	"	72.2	1.7	17.10	"
100	68	"	83	"	"	75.5	"	73.5	1.3	17.20	"
100	71	"	88	"	"	81	"	75	1.5	17.25	"
100	77.5	"	92.5	"	"	87.5	"	76.3	1.2	17.30	"
100	89	"	hve.	"	"	hve.	"	77.5	1.3	17.35	"
100	99	"	"	"	"	"	"	-	-	17.40	"

x-Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROCEDENTE DE 1500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0,1544g. %	5 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HASTA 53,5°C.	1,8563 g.	---	80,1	---
FRACCION 53-63°C.	0,145 g.	66,3 ml.	6,2	88,4

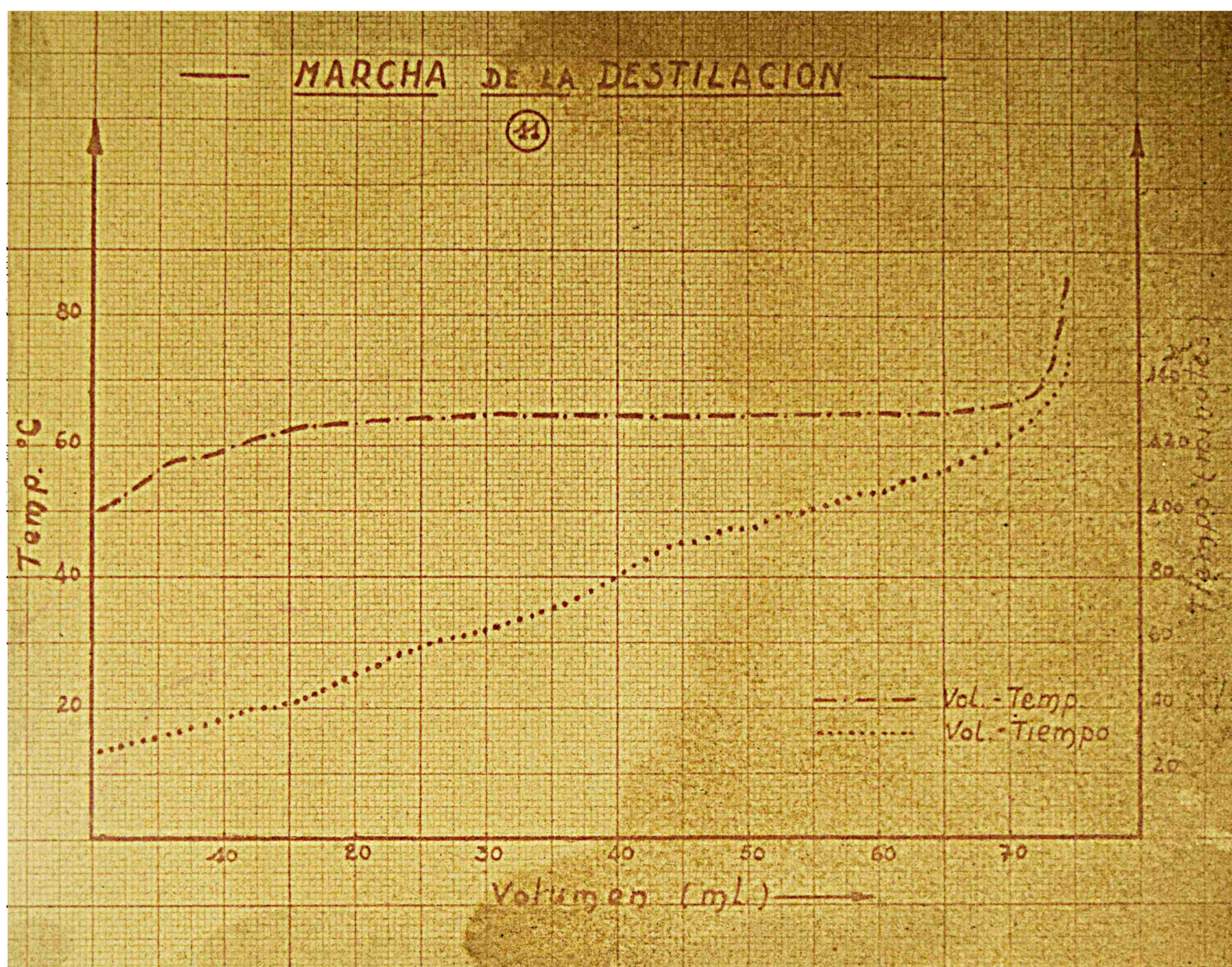
C U A R T A

Líquido destilado: Mezcla de alcohol-acetona. (Metanol 50% en volumen, acetona 50% en volumen.)

Volumen destilado: 1.500 ml

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.	Veloc. cm/h.
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Parc.		
24	-	23	23	4300	23	23	4250	-	-	14.05	
52	-	"	25	"	"	24	"	-	-	14.10	
82.5	-	"	41	"	"	38	"	-	-	14.13	
96.8	50.5	"	54	"	"	50	"	-	-	14.20	
77.5	54	"	56.5	"	"	52.8	"	3.5	-	14.25	
98.5	56.5	"	59	"	"	56	"	4.8	4.3	14.30	
99	58	"	61.5	"	"	58.5	"	6.2	1.4	14.35	
99	58.6	"	62	"	"	59.5	"	7.4	1.3	14.40	
99	61.8	"	61.8	"	"	60	"	12	4.6	14.45	
99.2	63	"	62	"	"	60.5	"	17	5	14.50	
99.5	63.5	"	61.5	"	"	60.5	"	19	2	14.55	
99.5	64.5	"	62	"	"	60.5	"	22.5	3.5	14.55	
99.5	64.5	"	62.2	"	"	60.5	"	26.5	4	15.00	
99.8	65	"	62.2	"	"	60.8	"	31	4.5	15.05	
99.8	64.5	"	62.5	"	"	60.8	"	34	3.0	15.10	
100	64.5	"	62.2	"	"	60.6	"	37	3.5	16.15	
100	64	"	62.3	"	"	60.6	"	40	2.5	15.20	
100	64.5	"	64	"	"	61	"	43	3	15.25	
100	64.5	"	69	"	"	65	"	46.5	2.5	15.30	
100	65	"	72	"	"	68	"	50	3.5	15.35	
100	65.5	"	75	"	"	70.5	"	54	4.0	15.40	
100	65.5	"	-	"	"	72	"	58.5	4.5	15.45	
100	65.5	"	76.5	"	"	71.5	"	62.6	4.1	15.50	
100	66	"	77	"	"	72.5	"	66	3.4	15.55	
100	67.2	"	77.5	"	"	74.5	"	69	3.0	16.00	
100	67.5	"	82	"	"	77	"	71.5	2.5	16.05	
100	68.0	"	85.5	"	"	78.5	"	72.8	1.3	16.10	
100	72	"	89.5	"	"	80.5	"	74.2	1.4	16.15	
100	85.5	"	hrve.	"	"	85.6	"	75.8	1.6	16.20	
100	94.5	"	"	"	"	hrve.	"	87.5	-	16.25	
100	98	"	"	"	"	"	"	91.5	-	16.30	
100	100	"	"	"	"	"	"	100	-	16.35	

x-Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 1500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
			ACETONA	METANOL
EN MUESTRA	0,1649g. %	5 ml. %		
FRACC. HAS TA 58°C.	1,8494 g.	---	74,7	---
FRACCION 58-68°C.	0,2176 g.	64,85 ml.	8,88	86,62

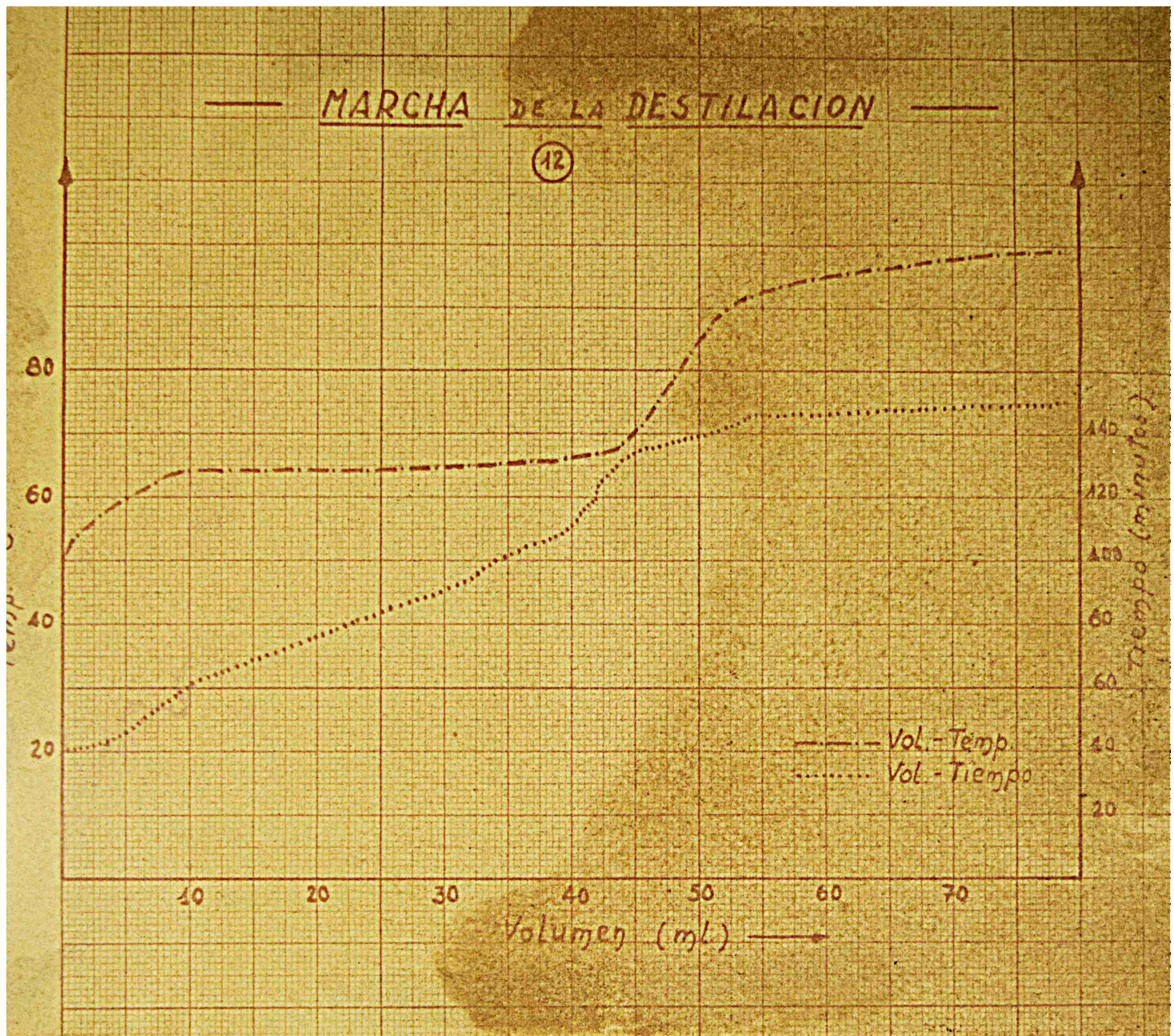
2 U A

Líquido destilado: Mezcla de *Phenol* y *Acetona*, (destilado a 100°C y volumen de 1.500 ml.)

Volumen destilado: 1.500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. or.		Temperatura	Volumen
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc.h.	t° ext.	t° ent.	Caud. cc.h.	Vol.	Peso.		
24.5	-	24	24	4356	24	24	330	-	-		
54	-	"	25.5	"	"	28	"	-	-		
64.5	-	"	42.5	"	"	37.5	"	-	-		
93.5	50.8	"	49.5	"	"	51.5	"	-	-		
97.5	54.5	"	55.2	"	"	53	"	0.5	1.0		
98.5	59	"	59	"	"	54.5	"	0.5	1.0		
99	61.5	"	61	"	"	58.5	"	0.5	1.0		
99	63.5	"	62.5	"	"	59	"	0.5	1.0		
99	64	"	62.5	"	"	60.5	"	0.5	1.0		
99.2	64	"	63.5	"	"	60	"	0.5	1.0		
99.5	64	"	62	"	"	60.5	"	0.5	1.0		
99.5	64.5	"	62	"	"	60.5	"	0.5	1.0		
99.5	64	"	62.5	"	"	60.5	"	0.5	1.0		
99.8	64.5	"	63	"	"	60.5	"	0.5	1.0		
99.8	65	"	65.5	"	"	60	"	0.5	1.0		
99.8	65	"	68	"	"	60	"	0.5	1.0		
100	65.5	"	69.5	"	"	64.5	"	0.5	1.0		
100	66	"	72	"	"	67	"	0.5	1.0		
100	66.5	"	72	"	"	69.5	"	0.5	1.0		
100	66.5	"	73.5	"	"	71	"	0.5	1.0		
100	67	"	75.5	"	"	72.5	"	0.5	1.0		
100	67.2	"	77	"	"	73.5	"	0.5	1.0		
100	67.9	"	80	"	"	75.5	"	0.5	1.0		
100	68	"	84	"	"	77.5	"	0.5	1.0		
100	73	"	86	"	"	81.5	"	0.5	1.0	10.50	
100	82.5	"	91	"	"	82.5	"	0.5	1.0	10.50	
100	91.5	"	hrve.	"	"	88.5	"	0.5	1.0	10.50	
100	99	"	"	"	"	95	"	0.5	1.0	10.50	
100	99.5	"	"	"	"	hrve.	"	0.5	1.0	11.50	

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 1500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0,154 g. %	3 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HASTA 63°C.	1,74 g.	42,8 ml.	75,1	95

2

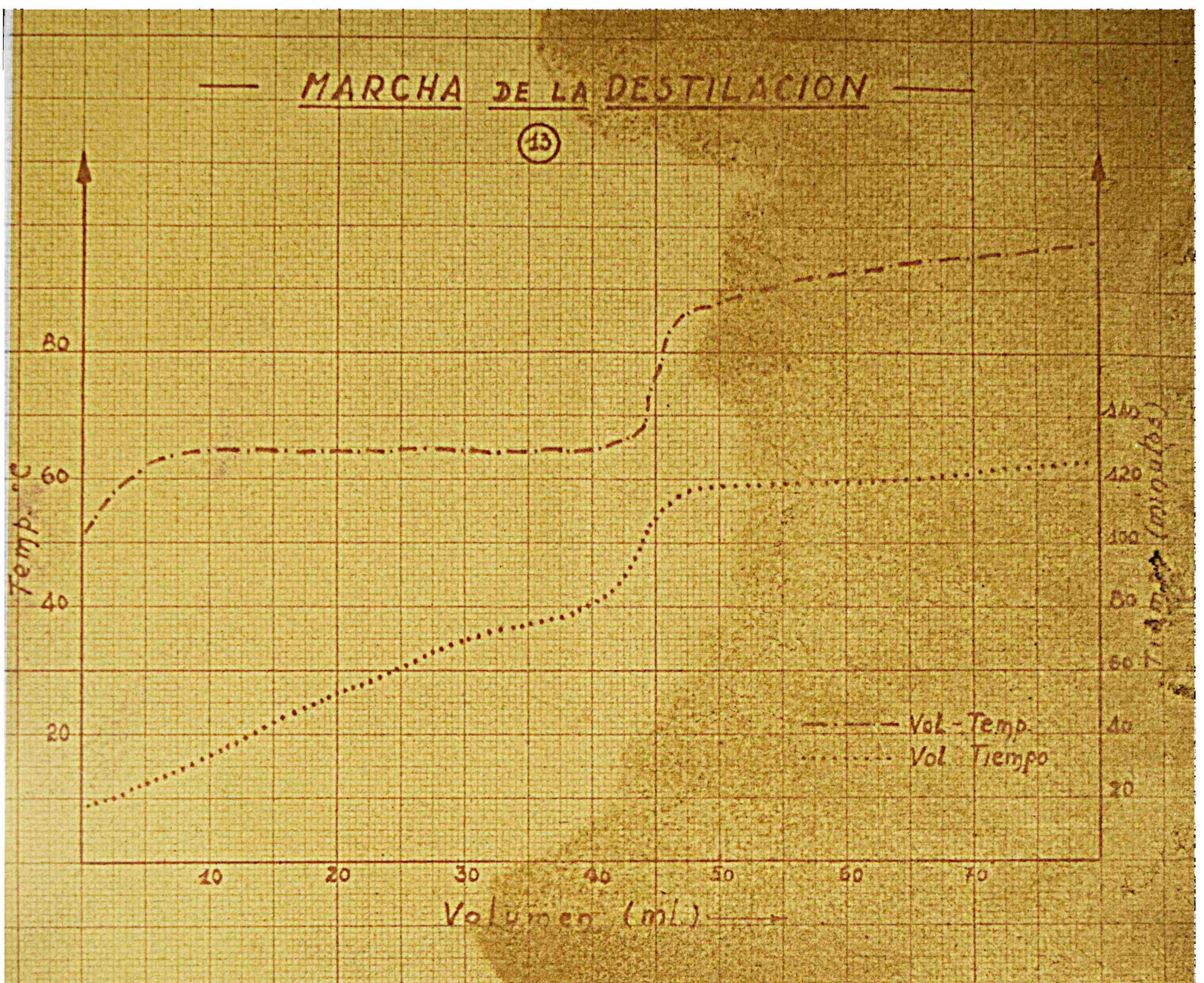
Líquido destilado: Resina

3% en volumen

Volumen destilado: 1.500 ml.

t° Gald.	t° Vap.	Reflujo		Gaud. cc/h.	Reflujo		Vol. cc.		Tiempo min.	Volumen
		t° ent.	t° sal.		t° ent.	t° sal.	Vol.	Vol.		
33.5		23	23	4360	23	23.5				10.10
59		"	28.5	"	"	27.2				10.13
66.5	51.2	"	50	"	"	46.3				10.13
98	64.5	"	53.5	"	"	50				10.13
98.5	66	"	59	"	"	53				10.13
98.5	63.5	"	60.5	"	"	57				10.13
99	64	"	61	"	"	58.7		3.0		10.13
99	64.2	"	61.5	"	"	60		3.0		10.13
99.5	64.5	"	62.2	"	"	60		3.0		10.13
99.5	64.5	"	62.2	"	"	60		3.0		10.13
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60		3.0		10.13
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60		3.0		10.13
99.8	64.5	"	62	"	"	60.5		3.0		10.13
100	65	"	64.5	"	"	62.5		3.0		10.13
100	64.8	"	65	"	"	62.5		3.0		10.13
100	64.8	"		"	"			3.0		10.13
100	64.5	"	67.5	"	"			3.0		10.13
100	65.5	"	68	"	"			3.0		10.13
100	66	"	70.5	"	"			3.0		10.13
100	66.5	"	72	"	"			3.0		10.13
100	68	"	68.5	"	"			3.0		10.13
100	74	"	84	"	"			3.0		10.13
100	79	"	92	"	"			3.0		10.13
100	85.5	"	brva.	"	"			3.0		10.13
100	94.5	"	"	"	"			3.0		10.13
100	100	"	"	"	"			3.0		10.13

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 1500 ML. DE LA MEZCLA

	ACETONA	METANOL	RENDIMIENTO	
EN MUESTRA	0,1699g. %	3 ml. %	ACETONA	METANOL
FRACC. HASTA 63°C.	1,8536 g.	43,33 ml.	77,2	06,3

DISTILACION DE LAS MEZCLAS METANOL-AGUA Y METANOL-ACETONA-AGUA.

(Resumen de los cuadros anteriores)

ENSA- YO N°	VOLUMEN DISTIL. (ml.)	VELOC. rpm.	TIEMPO DISTIL. (min.)	METANOL % en vol. en dest. hasta 68°	RENDIMIENTOS		
					ACETONA	METANOL	
1	500	1500	73	95.33	--	85.76	
2	500	1500	80	96.7	--	82.16	
3	500	1500	71	97.3	--	91.84	
4	500	1500	72	98.34	54.34	96	
5	500	1500	83	96	62.6	94	
12	1500	1500	112	96.2	75.1	95	
13	1500	1500	100	98.49	77.2	96.3	
					Fracc. hasta 58°C.	Fracc. 58°C- 68°C.	
6	500	1500	103	98.04	66.54	--	94
7	500	1500	79	97.65	68.35	29.3	75.8
8	2000	1500	140	97.74	66.62	2	88.92
9	1500	1500	130	97.86	79.2	18.7	86.1
10	1500	1850	115	98.97	80.1	6.2	88.4
11	1500	1650	127	97.37	74.7	8.88	80.52

DESTILACION DE LIQUIDO PIROLENOSO EN EL DISPOSITIVO DE PIAZZA

De una serie de ensayos experimentales, destilando en esta oportunidad, líquido pirolenoso en el dispositivo de Piazza, se han confeccionado los cuadros de valores que figuran a continuación.

Se emplearon para estos ensayos, dos clases de líquido pirolenoso, proveniente de la destilación de quebracho blanco, obtenido según se indicó primeramente.

Bajo condiciones experimentales análogas a los anteriores ensayos se destiló en el aparato 500 ml. de líquido cada vez, procediendo a diferentes velocidades de rotación, velocidades que se dan a conocer en cada cuadro. Cada 5 minutos se anotan los valores de las temperaturas, de los vapores que destilan, del líquido contenido en la caldera y de los reflujos. Se observará que llegado a una cierta temperatura de vapor, ha sido necesario incrementar el caudal de los reflujos para poder mantener a cierta constancia el valor termométrico del líquido que destilaba, de lo contrario la temperatura ascendía muy por encima del punto de destilación del metanol.

Sobre la primera fracción destilada, cuyo límite figura en cada cuadro, llegando en algún caso hasta los 63,8°C se hace la determinación analítica del contenido en acetona y metanol. Aquí tampoco pudo separarse la acetona de modo que nos hemos limitado a valorarla cuantitativamente en el líquido de primera fracción. En algunos ensayos se tomó como primera fracción el líquido destilado hasta 53°C en el afán de lograr la separación acetónica y como segunda fracción el destilado entre esa temperatura y 63°C.

Para evitar pérdidas por evaporación, el líquido de destilación fué recogido en pequeña probeta de medida enfriada exteriormente. El producto destilado es un líquido ligeramente amarillento, de olor más o menos empíreo y rático.

Junto a los gráficos que se dan a conocer de la marcha de la destilación, se verá en un cuadro los resultados del análisis porcentual de acetona, metanol y acidez total (en ácido acético), practicado sobre la muestra de piroloñoso a ensayar; los valores encontrados de iguales productos en la fracción separada y finalmente, los rendimientos.

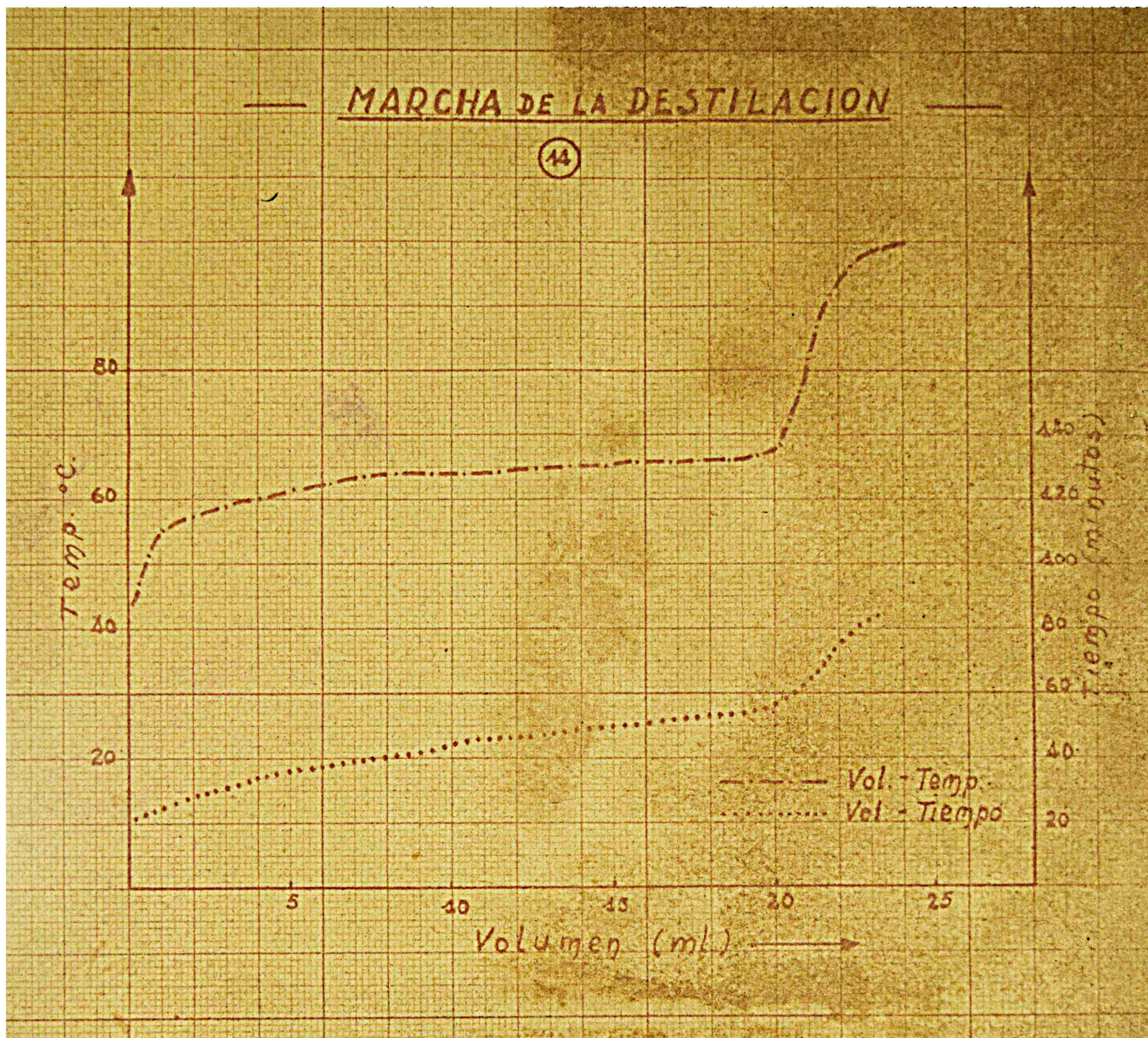
CUADRO

Producto destilado: Líquido

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2		Volumen destilado	Temperatura destilado	Observaciones
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.			
21	-	21.5	21.5	5200	21.5	21.5			
60	-	"	26	"	"	21			
94	33	"	46	"	"	43.5			
94.5	36	"	54.5	"	"	50			
98.5	43	"	58	"	"	55.2			
98.5	55.5	"	59.5	"	"	57			
98	58	"	61	"	"	60			
99	61.2	"	61.5	"	"	61			
99	64.5	"	62.5	"	"	61.5			
99	63.8	"	63	5418	"	62	3		
99.2	65.8	"	63.5	"	"	62.5	4		
99.5	65.8	"	63.5	"	"	62.5			
100	67.8	"	67	"	"	67			
100	79.5	"	80	"	"	80			
100.3	89	"	91	"	"	91			
100.5	90	"	99	"	"	99			
100.5	99.5	"	100	"	"	100			
100.5	99.5	"	"	"	"	"			

x - Condensa a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO.

AC	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 67,8°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,531 g.	83,6
METANOL	4,043 ml. %	19,04 ml.	94
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	--

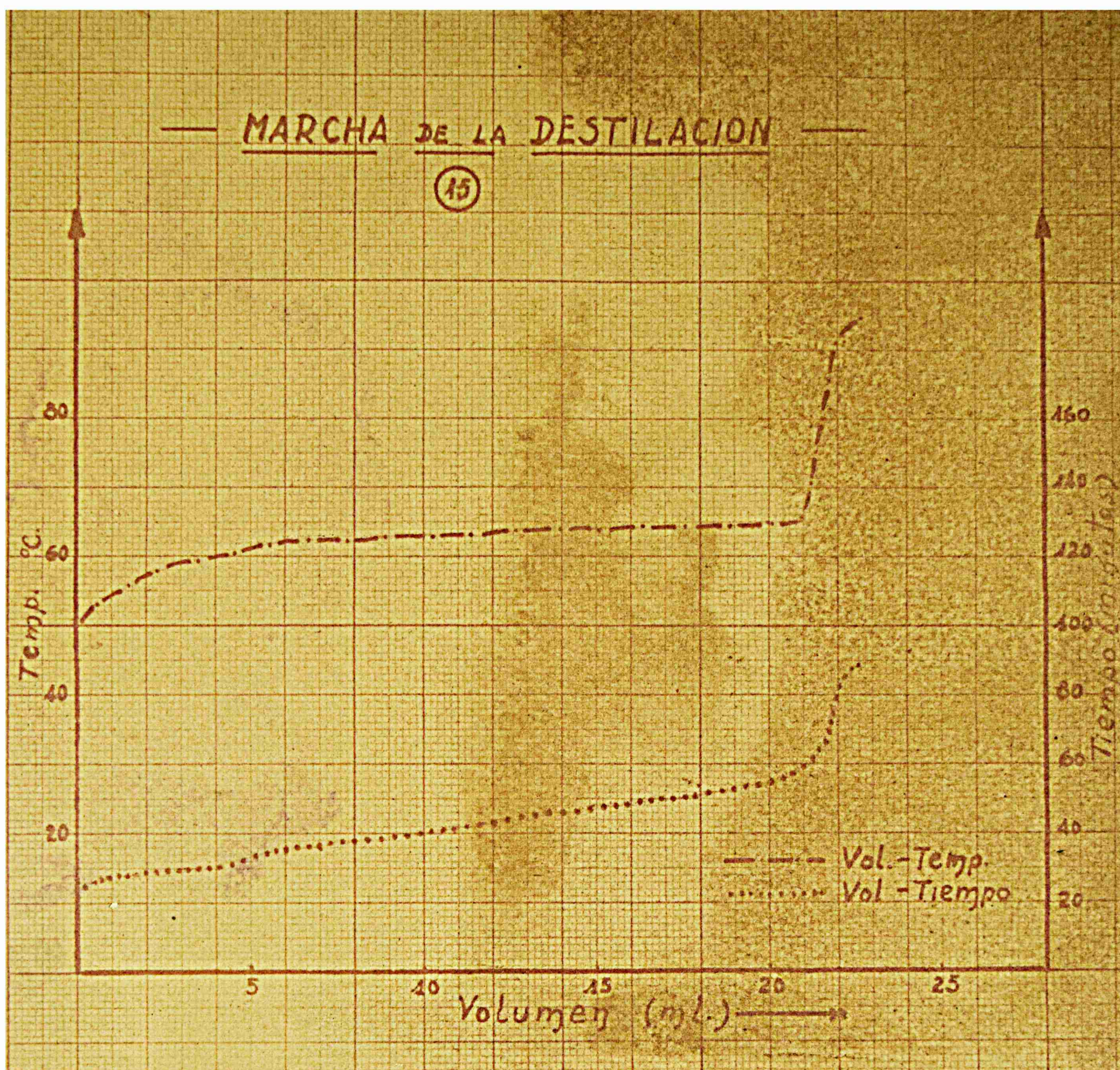
E U A

Producto destilado: Líquido pirogenoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Caud. cc/l.	Reflujo 2		t° Cald.	t° Vap.	Caud. cc/l.	t° Cald.	t° Vap.	Caud. cc/l.
		t° ent.	t° sal.		t° ent.	t° sal.						
19	-	19	19	5328	19	19	61	-	-	-	-	-
84	28	"	34	"	"	35.5	-	-	-	-	-	-
96.5	31.5	"	44.5	"	"	44.5	-	-	-	-	-	-
98	33.5	"	53	"	"	51	-	-	-	-	-	-
98	42	"	55	"	"	52.8	-	-	-	-	-	-
98	50.2	"	56	"	"	54	-	-	-	-	-	-
98.5	51	"	58.5	"	"	56.5	0.3	-	-	-	-	-
98.5	59.5	"	60	"	"	58.0	8	3.5	10.0	-	-	-
99	62.2	"	61.0	5450	"	59.5	20	16	3.0	18	-	-
99	63.5	"	61.8	"	"	60.5	20	16	3.0	16	-	-
99.5	64.5	"	62.5	"	"	60.5	"	15.0	-	-	-	-
99.8	64.5	"	65.5	"	"	60.5	20	16	3.0	16	-	-
100	65	"	68.2	"	"	60.5	20	16	3.0	10.0	-	-
100	65.5	"	72	"	"	60.5	20	16	3.0	10.0	-	-
100.5	79	"	86.3	"	"	81.5	1.5	0.7	1.5	-	-	-
100.5	86	"	94	"	"	92.5	20	16	3.0	11.0	-	-
100.5	-	"	hrve.	"	"	hrve.	-	-	-	-	-	-

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fraco. hasta 65,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,511 g.	80,4
METANOL	4,043 ml. %	19,5 ml.	96,3
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	--

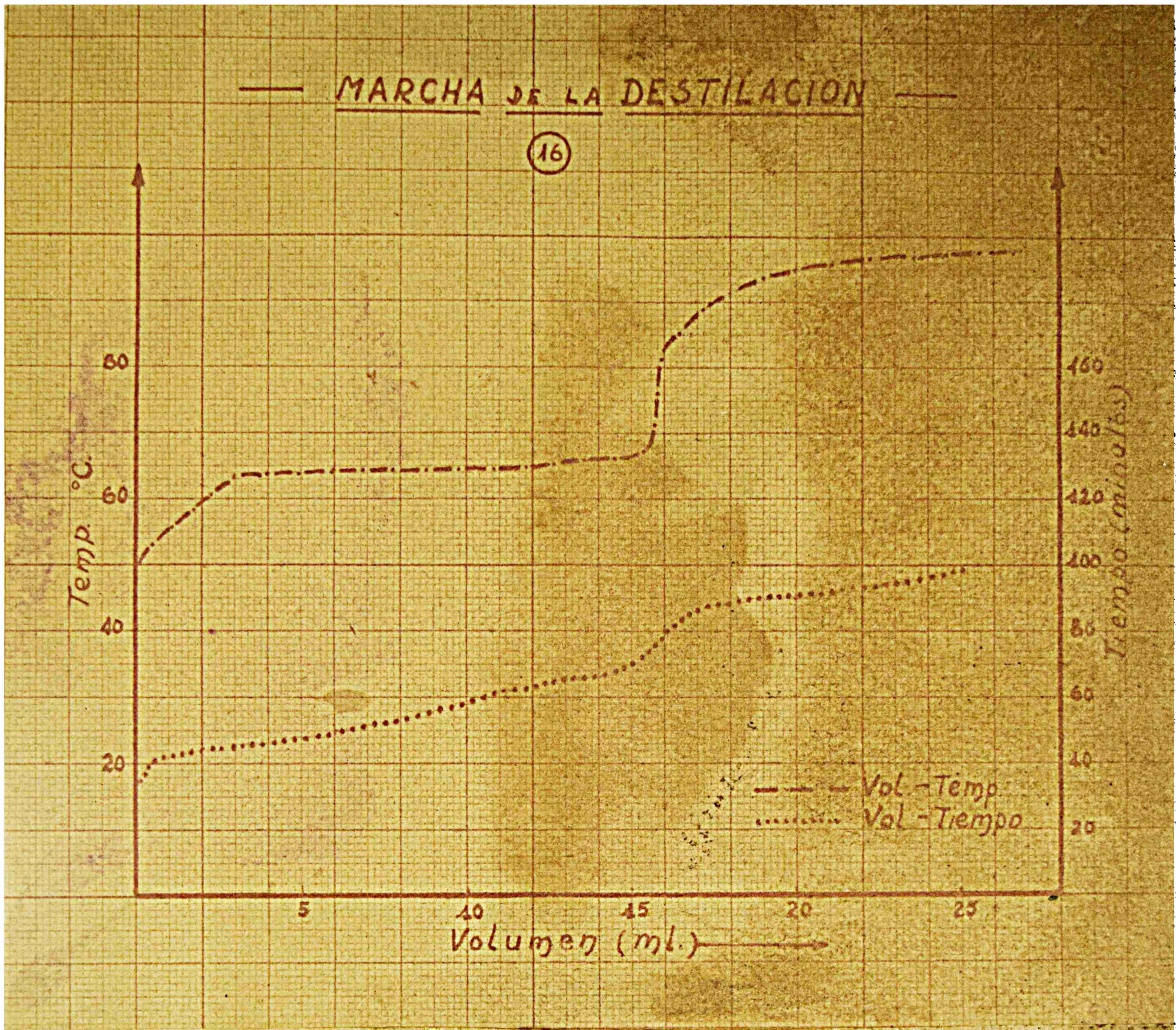
C U A D R O N° 13

Producto destilado: Líquido p...

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Caud. cc/h.	Reflujo 2		Caud. cc/h.	Vol. ml.	Dens. g/ml.	Punto ebul.
		t° ent.	t° sal.		t° ent.	t° sal.				
20	-	18	18	4300	18	18	4200			
24	-	"	22.5	"						
78.5	-	"	26	"						
85	-	"	32	"						
96	29	"	48	"						
97.5	55.5	"	55	"						
98.5	48	"	62.5	"						
98.5	50.5	"	60.5	4300			4310			
99	55	"	61.5	"			0.5			
99	63.5	"	65	"	"		2.0			
99	64.5	"	64	"	"		2.0			
99.5	64.5	"	64.5	"	"		2.5			
99.5	64	"		"	"		2.5			
99.5	65.8	"	65.5	"			15.0	2.7	13.15	
99.8	66.5	"	69	"			15.0	2.6	13.15	
100	68.2	"	76.5	"			15.5	0.5	13.15	
100	68.15	"	87.5	"			14	0.5	13.2	
100.5	88	"	92	"			17	1.0	13.2	
100.5	95	"	hrve.	"			30	3.6	13.3	
101	100	"	"	"			25	2.5	13.7/1	

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 68,2°C.)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,4311 g.	63,3
METANOL	3,511 ml. %	14,94 ml.	89,4
ACIDEZ	5,88 g. %	neutro	-----

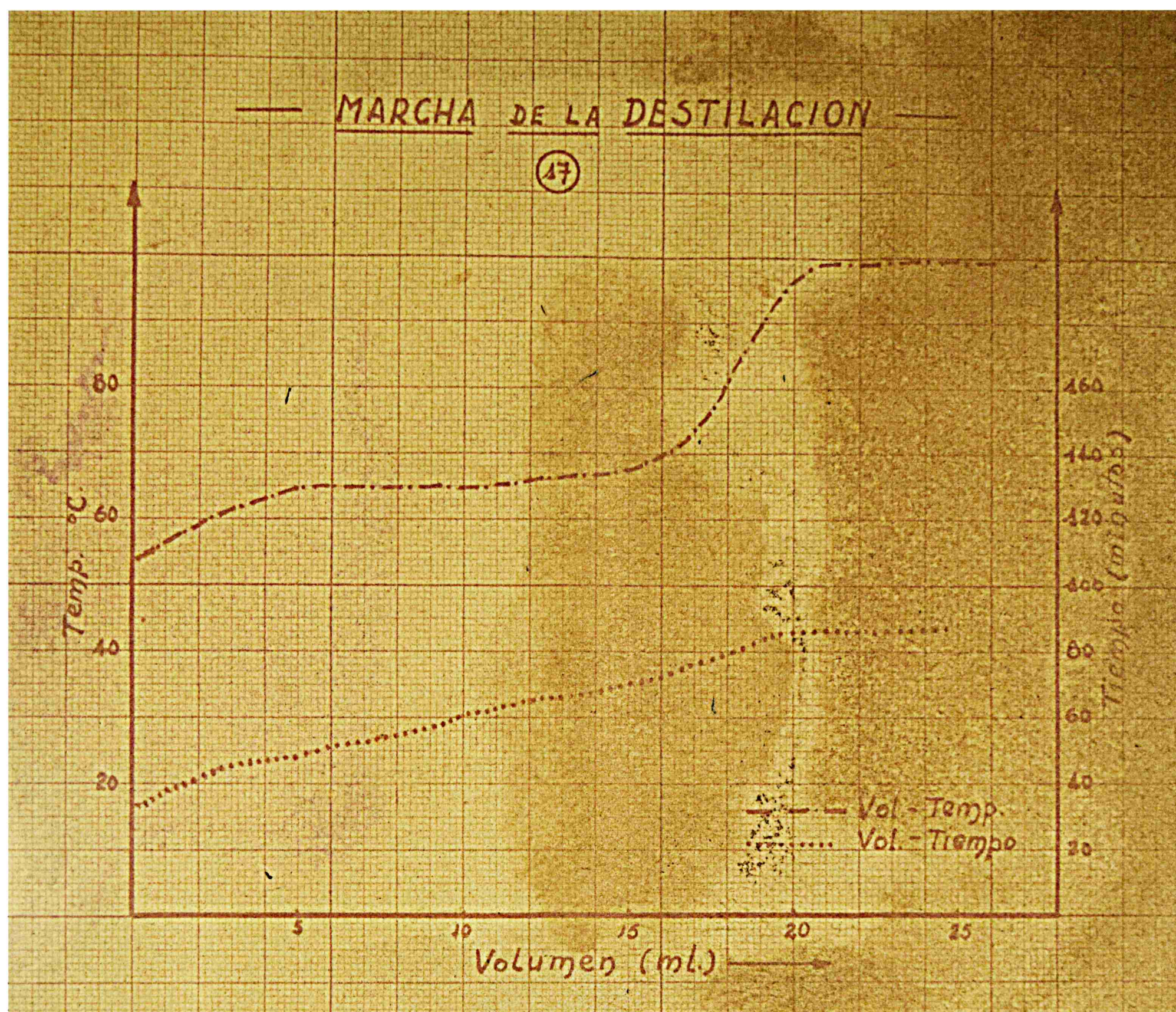
CUADERNO N° 17

Producto destilado: Líquido piro

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Card. cc/h.	Reflujo 2		Card. cc/h.	t° Cald.	t° Vap.	Card. cc/h.
		t° ent.	t° cal.		t° ent.	t° cal.				
93.5	-	23	23	400			400			
94	-	"	24	"			"			
94.5	"	"	26.5	"			"			
98	"	"	34	"			"			
99	34	"	50	"			"			
99	54.5	"	50	470			"			
99	60.5	"	58.2	"			"			
99.5	64.0	"	62	"			"			
99.8	64.8	"	63.1	"			"	7.8		
100	65.2	"	67.6	"			"	12		
100	67	"	69	"			"	65.4		
100.5	68	"	70.5	"			"	67.3	14	2.5
100.5	68.8	"	73	"			"	70		3.0
101	72	"	76	"			"	73	1	7.0
101	81.5	"	87	"			"	74	1.5	10
101	90	"	93.5	"			"	75	1	20
174	99.5	"	hrve	"			"	76	10	10
101	99.9	"	hrve	"			"	75	10	20

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PINOLINICO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 63,3°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,4541 g.	72,64
METANOL	3,511 ml. %	14,44 ml.	82
ACIDEZ	5,83 g. %	neutro	----

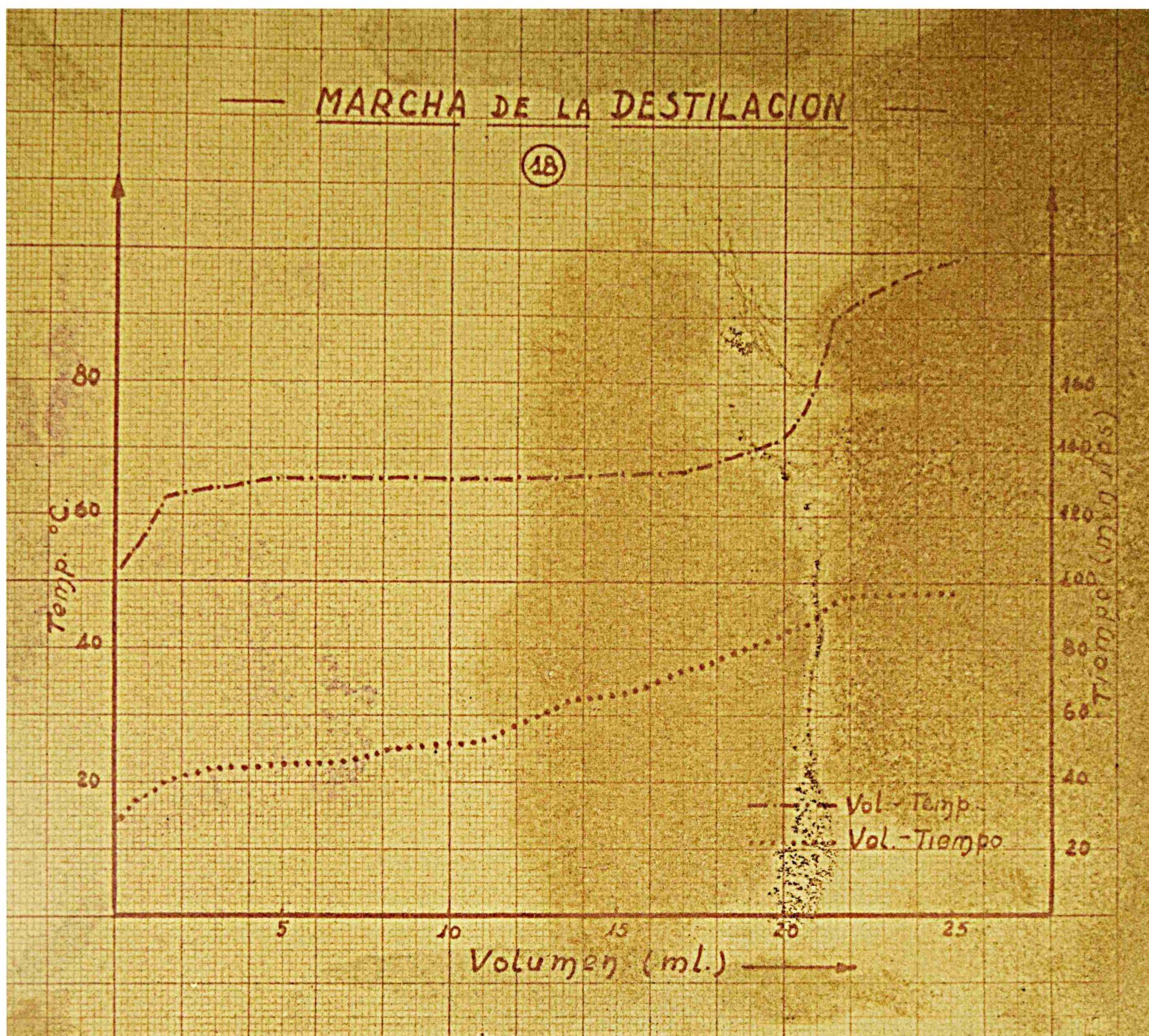
CUADRO N°

Producto destilado: Líquido pirrolidónico

Volumen destilado: 500 ml.

t° ald.	t° vap.	Reflujo l		Caud. cc/h.	p.	v.	t.
		t° ent.	t° sal.				
42.5	-	18	18	42.5			
45.5	-	"	19.5	"			
55.5	-	"	37.5	"			
57	-	"	50.5	"			
57	34	"	53.5	"			
57.5	52.5	"	55	"			
58.5	54	"	60	"			
58.5	55.5	"	61.5	"			
59	56.5	"	64	45.5			
59.5	56	"	65.2	"			
59.8	55	"	68	"			
100	55.5	"	62.8	"			
100	56.5	"	65	"			
100.5	67	"	67.5	"			
100.5	67.6	"	68.5	"			
100.5	68	"	74.5	"		0.5	17.5
101	72.5	"	79.2	"		0.5	17.5
101	80	"	86	"		1	17.5
101	90.5	"	90	"		31.5	6.8
101	100	"	hrve.	"		30	17.5
101	100	"	"	"		45	17.5

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 63°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,3916 g.	63,1
METANOL	3,511 ml. %	16,18 ml.	92,5
ACIDEZ	5,88 g. %	neutro	----

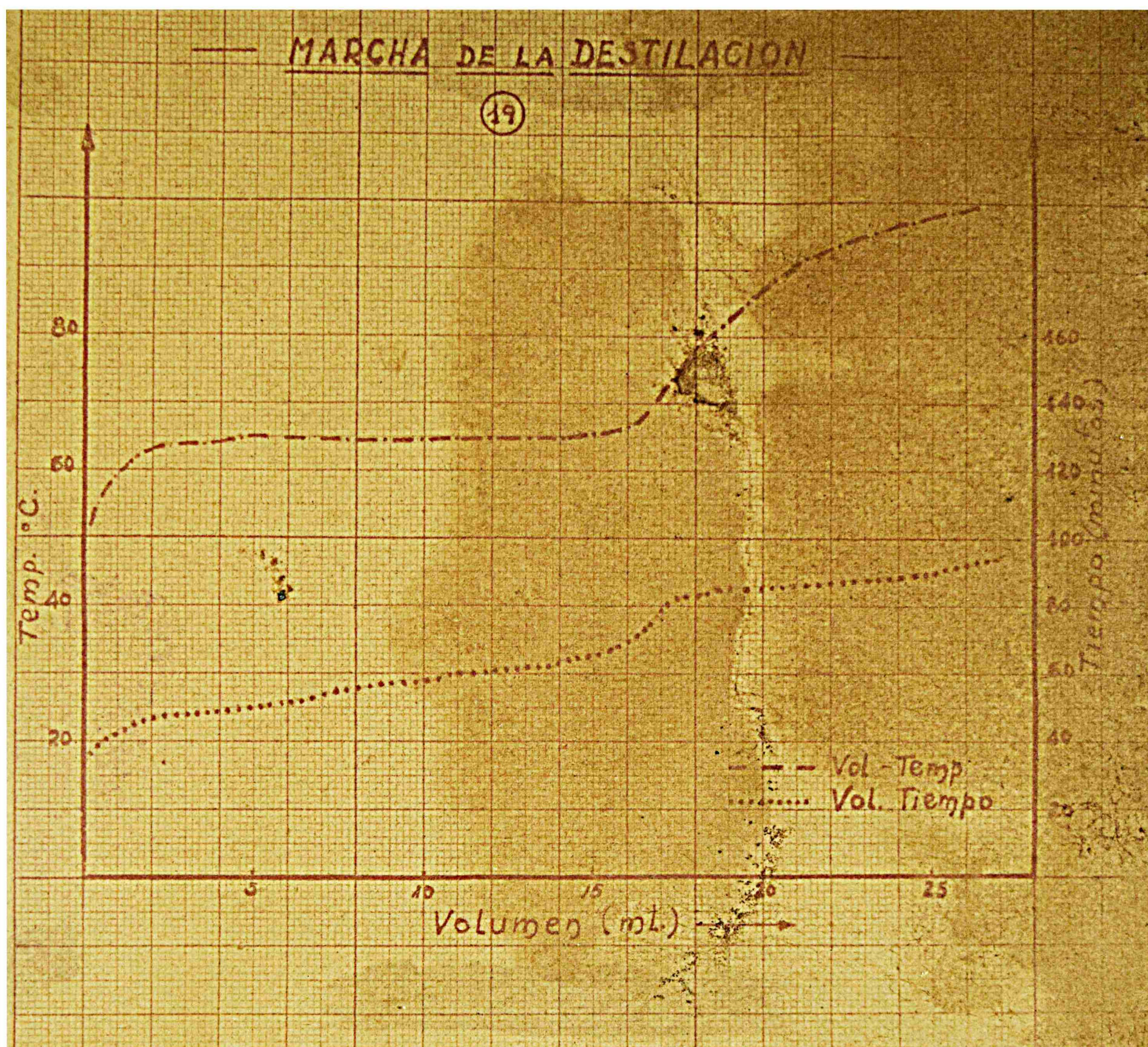
CUADRO N° 19

Producto destilado: Líquido Piroleñoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	total	apoc.	res.
22	-	17	17.5	4494	17	17.5	4425			
49.5	-	"	20	"	"	19.5	"			
70	-	"	22.5	"	"	21	"			
96	-	"	33.5	"	"	29.5	"			
96.5	-	"	44.5	"	"	36.5	"			
96.5	-	"	53	"	"	47.5	"			
96.8	31	"	55	"	"	48.5	"			
97.8	40.5	"	60.5	"	"	54.5	"			
98	56	"	61.6	"	"	58	"	0.5		10.15
98.5	62.5	"	62	4894	"	60	4725	1.5	1	10.35
98.8	65	"	62.2	"	"	61.5	"	4.5	3	10.55
99	64.2	"	63	"	"	61.5	"	7.5	3	10.75
99.5	65	"	63.5	"	"	62	"	11.5	4	10.95
99.5	66.5	"	67	"	"	65.5	"	14.5	3	11.15
100	67.5	"	70.8	"	"	68	"	16	1.5	11.35
100	68	"	76	"	"	73.5	"	16.5	0.5	11.55
100	72.5	"	85.5	"	"	81.5	"	17	1	11.75
100.5	81.5	"	94	"	"	89.6	"	18.5	1.5	11.95
101	98.5	"	hrve.	"	"	95.5	"	25	6.5	12.15
101	100	"	"	"	"	hrve.	"	45	20	12.35

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 63°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,4785 g.	78,5
METANCL	3,511 ml. %	15,63 ml.	89
ACIDEZ	5,88 g. %	neutro	----

27

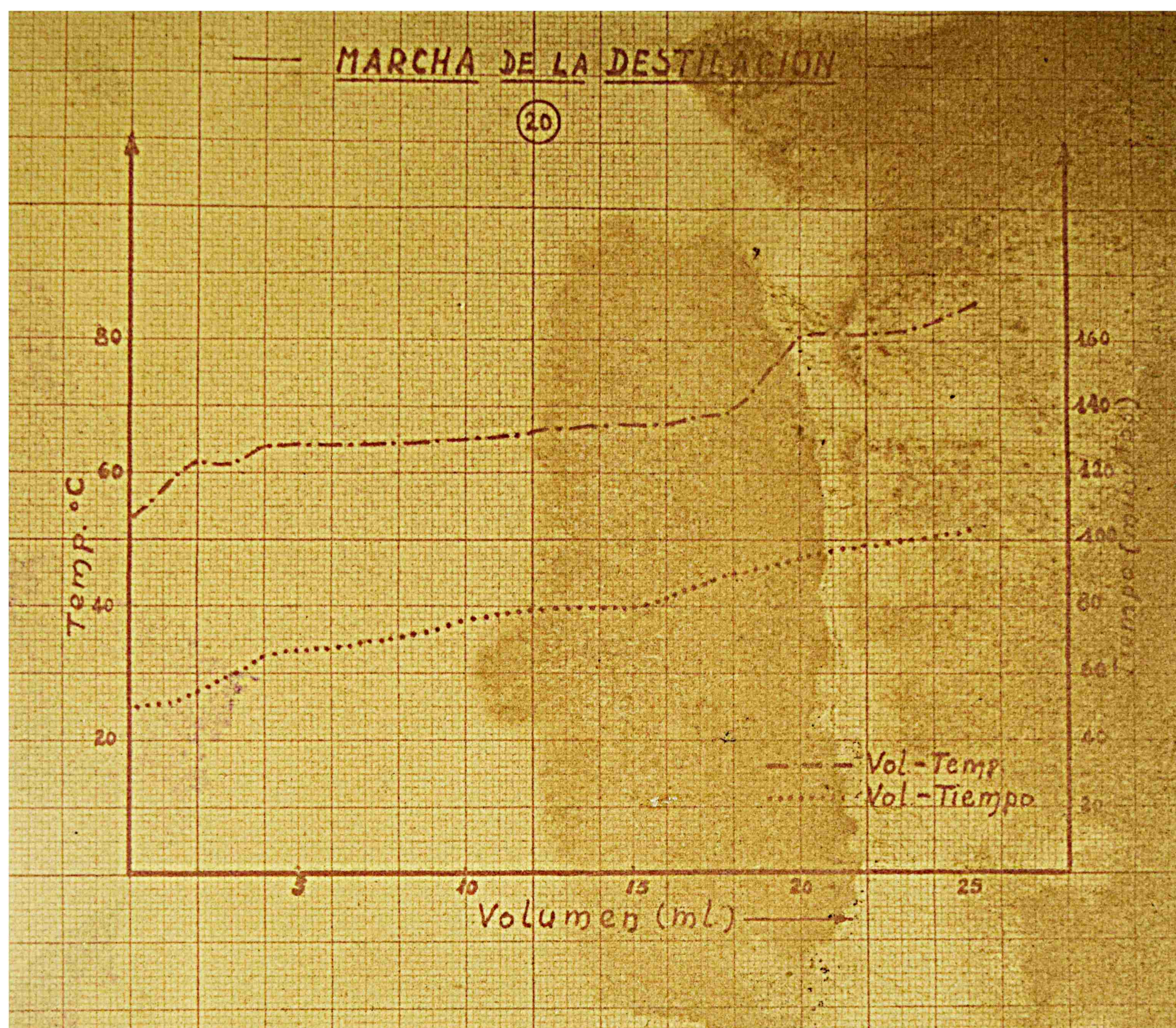
C U A D R O N° 20

Producto destilado: Líquido piroleñoso.

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.	Veloc. rpm
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Parc.		
25	-	22	22	4310	22	22	4275	1	-	15.05	"
45	-	"	22.5	"	"	23	"	-	-	15.15	"
98	-	"	49.5	"	"	43.5	"	-	-	15.25	"
99	-	"	54.2	"	"	52.5	"	-	-	15.40	"
99	35	"	57	4745	"	53	4332	-	-	15.50	"
99	53.5	"	56	"	"	54.2	"	-	-	15.55	"
99.5	61.5	"	58.5	"	"	55	"	2	-	16.00	"
99.5	61	"	60	"	"	57.5	"	3	1	16.05	"
99.8	64.2	"	61.5	"	"	59.8	"	4	1	16.10	"
100	64.6	"	62	"	"	60.5	"	7	3	16.15	"
100	65.2	"	62.5	"	"	60.6	"	9.5	2.5	16.20	"
100.5	66.5	"	63.5	"	"	61	"	12	2.5	16.25	"
100.5	68	"	67	"	"	62.8	"	15	3	16.30	"
100.5	68.5	"	71.5	"	"	66.5	"	16.5	1.5	16.35	"
101	70.5	"	76.6	"	"	70.8	"	18	1.5	16.40	"
101	81	"	80.5	"	"	75	"	20	2	16.45	"
101	81.5	"	82.5	"	"	79.5	"	23	1	16.50	"
101	94	"	94	"	"	86	"	30	7	17.00	"
101	100	hrve.	"	"	"	93	"	40	10	17.10	"
101	100	"	"	"	"	hrve.	"	45	5	17.12	"

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (FRACC. hasta 63,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,4735 g.	76,5
METANOL	3,511 ml. %	15,53 ml.	83,5
ACIDEZ	5,88 g. %	neutro	----

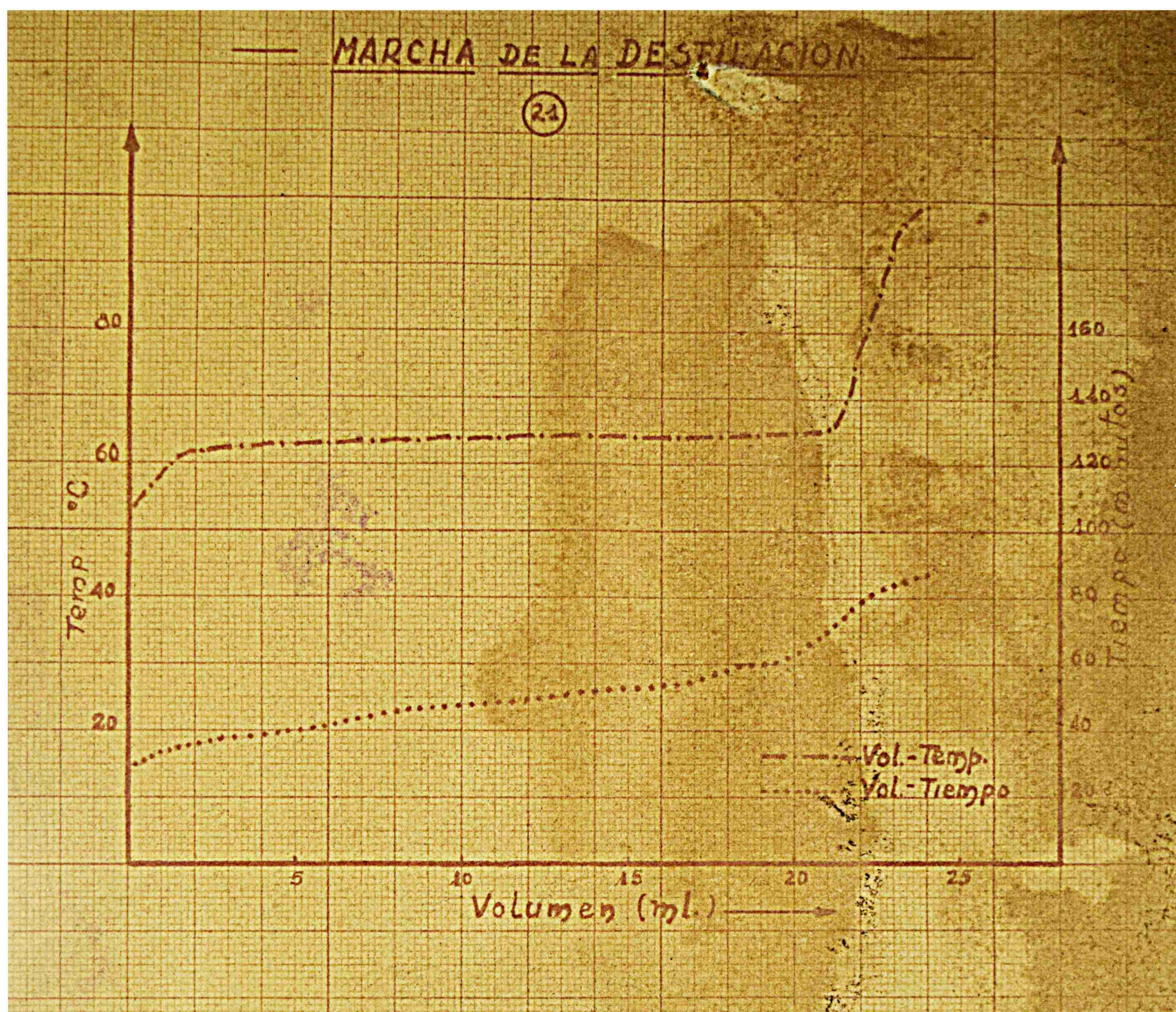
C U A D R O

Producto destilado: Líquido piroleñoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Ca d. cc/h.	Reflujo 2		Caud. cc/h.	Vols. cc.		Tiempo min.	Vol. grm.
		t° ent.	t° sal.		t° eth.	t° sal.		Tot.	Parc.		
22	-	21.5	21.5	5100	21.5	21.5	5256	-	-	16.10	
59.5	-	"	32	"	"	23.5	"	-	-	16.14	
98	34	"	51	"	"	52	"	-	-	16.20	
91.5	48	"	57.5	"	"	55	"	-	-	16.25	
98.5	53.8	"	60.7	"	"	59.2	"	-	-	16.30	
98.5	61.5	"	61.5	"	"	61	"	1.5	-	16.35	
98.8	63.5	"	61.8	"	"	61.6	"	4.5	3	16.40	
99	63.8	"	64.2	"	"	62.8	"	8.00	3.5	16.45	
99	64.5	"	62.5	5150	"	61.2	5320	1.5	4.0	16.50	
99.5	64.5	"	62.8	"	"	60.8	"	16.5	4.5	16.55	
100	65	"	64.5	"	"	62	"	18.5	2	17.00	
100	65.2	"	66.5	"	"	64.6	"	20.5	2	17.05	
100	65.5	"	69	"	"	66.8	"	21	0.5	17.10	
100	68	"	74.5	"	"	71.5	"	21.6	0.6	17.15	
100.5	79	"	83.5	"	"	80.6	"	22.1	0.5	17.20	
100.5	86	"	93	"	"	91	"	-	-	17.25	
100.5	98.5	"	hrve.	"	"	hrve.	"	-	-	17.30	
100.5	99.5	"	"	"	"	94	"	-	-	17.32	

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLEINOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 63°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,469 g.	73,9
METANOL	4,048 ml. %	20,12 ml.	99,2
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	----

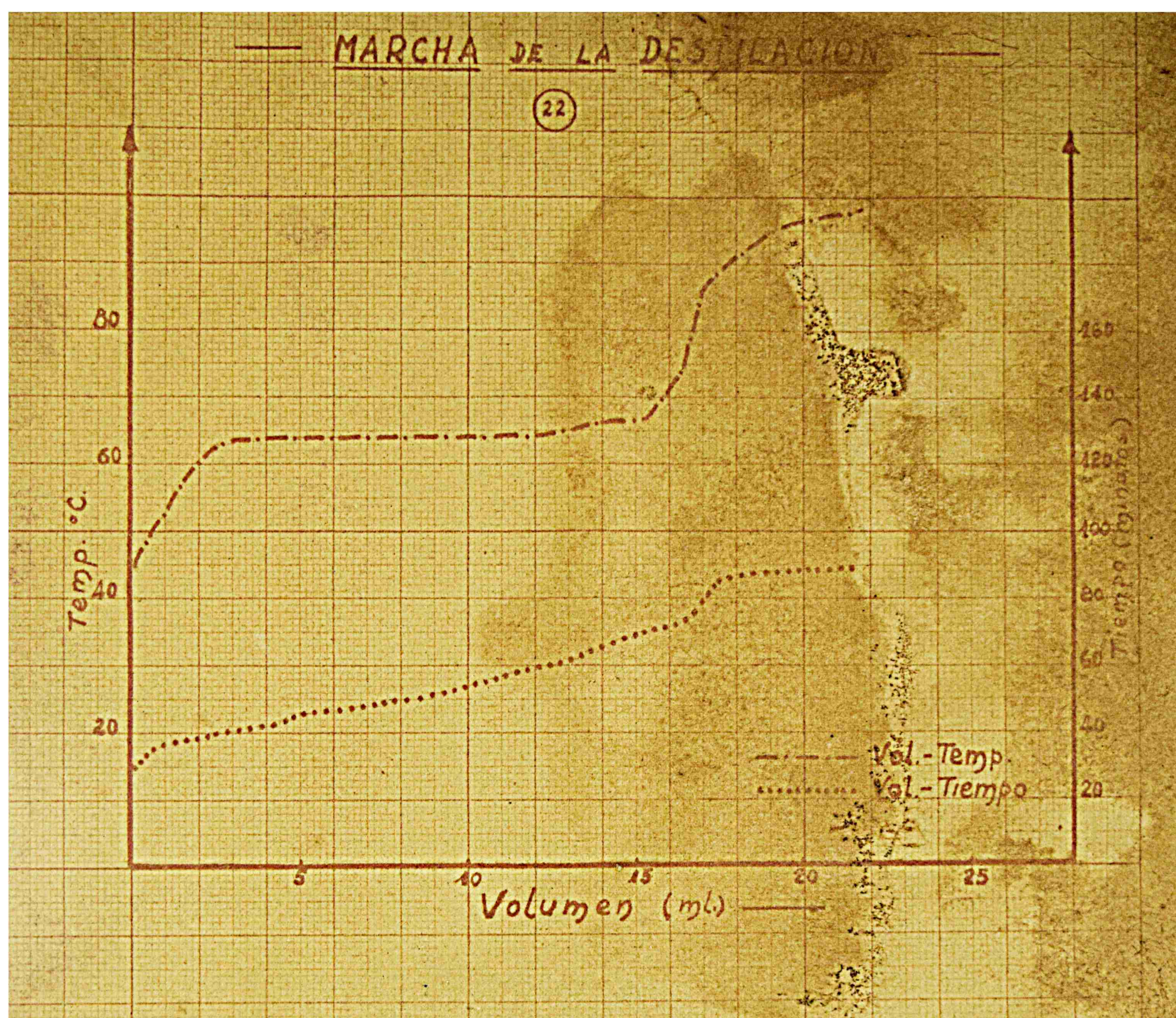
CUADRO Nº 22

Producto destilado: Líquido piroleñoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Caud. cc/h.	Reflujo 2		Caud. cc/h.	Caud. cc. Tot.	Tiempo min.	Volumen
		t° ent.	t° sal.		t° ent.	t° sal.				
19	-	17	17	4662	17	17	4685	-	9.05	
56.5	-	"	24.5	"	"	23	"	-	9.10	
81.5	-	"	35.5	"	"	29	"	-	9.16	
92.5	-	"	52.5	"	"	46.5	"	-	9.20	
96	28	"	54	"	"	50	"	-	9.25	
96.5	31.5	"	59	"	"	56.5	"	-	9.30	
97	43.5	"	62.5	"	"	59	"	-	9.34	
97.5	51.5	"	61.5	4870	"	60	4760	0.5	9.40	
98	63	"	-	"	"	-	"	2.5	1.9	9.45
98.5	64	"	64.5	"	"	63.5	"	2.5	2.4	9.50
98.8	64.5	"	64.5	"	"	64.2	"	2.8	2.8	9.55
99	64.5	"	65	"	"	63.5	"	10.2	2.4	10.00
99.5	65	"	65.5	"	"	64.5	"	12.0	1.8	10.05
99.5	66.5	"	66.5	"	"	65.5	"	14.0	2.0	10.10
99.8	68	"	69.5	"	"	68.5	"	15.5	1.5	10.16
100	75	"	79.8	"	"	78.5	"	16.5	1	10.20
100	86	"	87.5	"	"	85.5	"	17	0.5	10.25
100.5	90.5	"	89	"	"	88.5	"	17.6	0.6	10.30
100.5	96.5	"	hrve.	"	"	84.5	"	23	5.4	10.35
101	100	"	"	"	"	hrve.	"	45	22	10.45

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 63°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,4495 g.	77,1
METANOL	3,611 ml. %	14,67 ml.	84,6
ACIDEZ	5,83 g. %	neutro	----

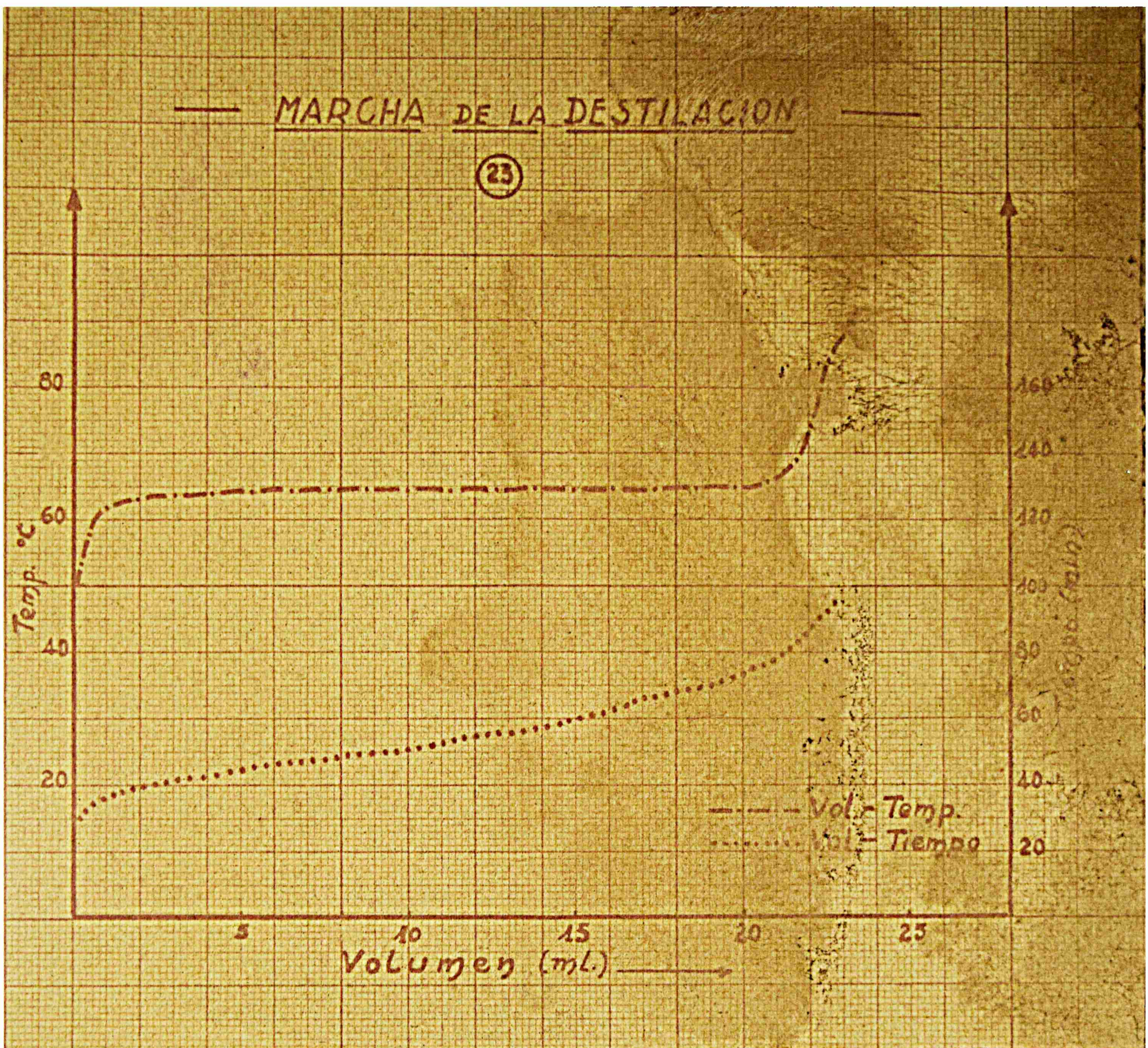
C U A D R O N º 23

Producto destilado: Líquido pirolenoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol.		Tiempo án.
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Porc.	
20	-	19.5	19.5	4960	19.5	19.5	4810	-	-	8.50
54	-	"	23	"	"	23.5	"	-	-	8.55
83	23	"	33.5	"	"	35	"	-	-	8.55
90.5	28.5	"	44.5	"	"	46	"	-	-	8.55
96	33	"	50.5	"	"	52.5	"	-	-	8.55
96.5	42.5	"	55.--	"	"	56	"	-	-	8.15
97.5	50.5	"	60.5	"	"	58.5	"	-	-	9.20
98	61.5	"	60	"	"	59	"	0.0	-	9.25
98.5	63.2	"	62	"	"	60.4	"	2.2	1.4	9.30
98.5	64	"	63	5390	"	62	5176	5.5	3.3	9.35
98.5	64.5	"	62.5	"	"	61	"	8.5	3.0	9.40
99	64.5	"	62.5	"	"	60.5	"	12	3.5	9.45
99.2	65	"	62.8	"	"	60.5	"	15.2	3.2	9.50
99.8	64.5	"	63.2	"	"	61	"	17	1.8	9.55
100	65	"	65.5	"	"	62.5	"	18.8	1.8	10.00
100	65	"	67.8	"	"	64.2	"	20.2	1.4	10.05
100	66.5	"	69.2	"	"	68.5	"	21	0.8	10.08
100	67	"	71.5	"	"	68.8	"	21.2	0.2	10.10
100	68.5	"	76.5	"	"	8	"	21.8	0.6	10.16
100	79	"	83.--	"	"	79	"	22.2	0.4	10.20
100	86	"	95	"	"	89.5	"	-	-	10.25
100	98	"	hrve.	"	"	hrve.	"	-	-	10.30

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	CONTENIDO (Fracc. hasta 66,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,217 g. %	0,4557 g.	71,7
METANOL	4,048 ml. %	19,8 ml.	99
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	-----

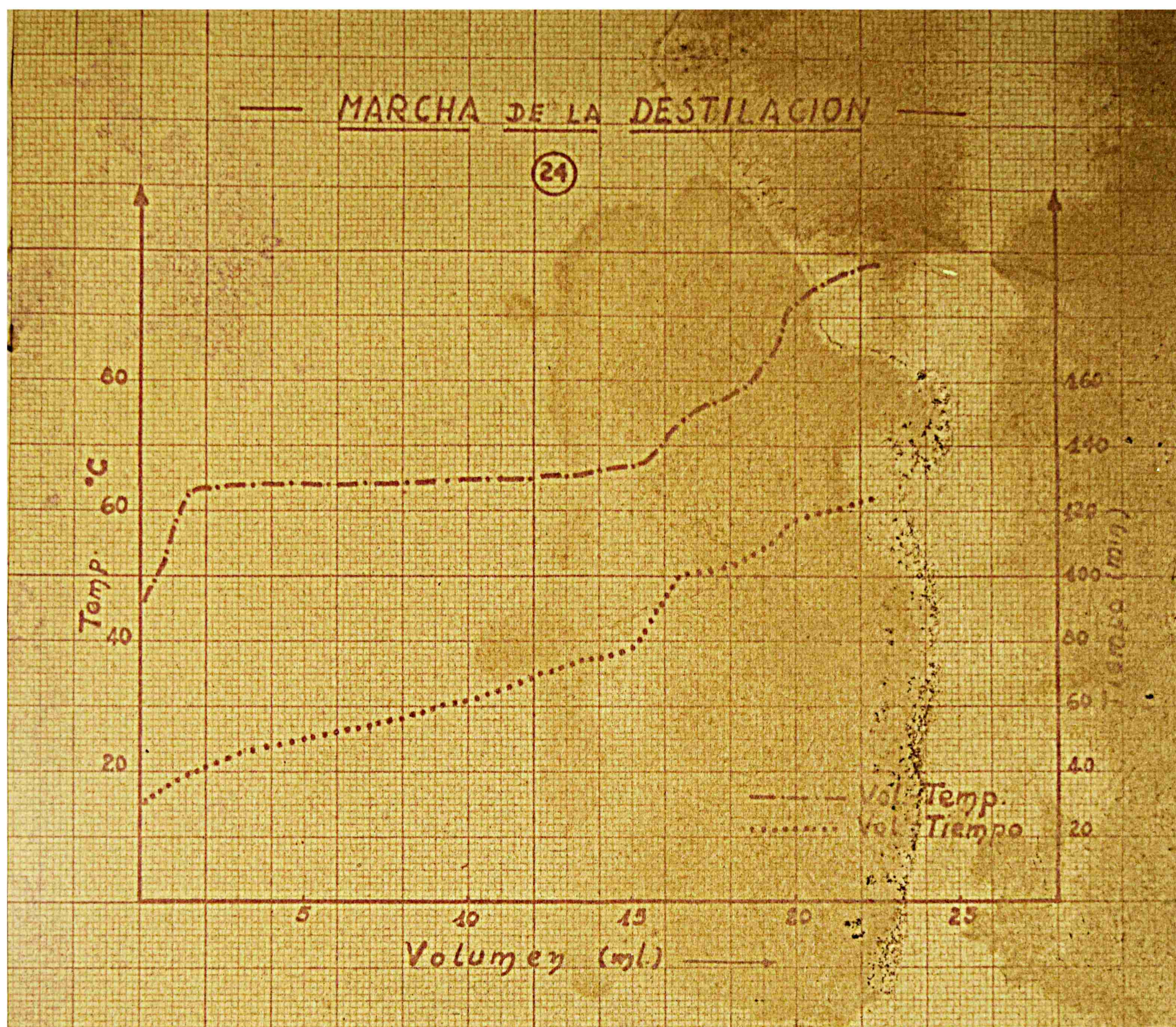
195

CUADRO Nº 2

Producto destilado: Líquido pirolenosó

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Caud. cc/h.	Reflujo 2		Caud. cc/h.	Tot.	Tiempo min.
		t° ent.	t° sal.		t° ent.	t° sal.			
20	-	18.5	18.5	4660	18.5	18.5	4625	-	14.30
49.5	-	"	21.5	"	"	20	"	-	14.35
77.5	-	"	33	"	"	28.5	"	-	14.40
90	-	"	49	"	"	35	"	-	14.45
96.5	27	"	54.5	"	"	49.5	"	-	14.50
97.5	29.5	"	58	"	"	53.5	"	-	14.55
98	46	"	59.5	"	"	56.5	"	-	15.00
98.5	52.5	"	62	4672	"	59.5	4648	0.4	15.05
98	63	"	63.5	"	"	59	1.5	1.1	15.10
98.5	64.5	"	65.2	"	"	65	3.2	1.7	15.15
98.5	64.2	"	65.5	"	"	65.5	5.0	1.8	15.20
98.8	64.5	"	64.5	"	"	63.5	7.2	2.2	15.25
99.2	65	"	65.5	"	"	64.2	9	1.8	15.30
99.5	65.5	"	66	"	"	65	1.5	2.0	15.35
99.5	65.5	"	66.5	"	"	65.5	1.2	1.2	15.40
99.5	66.5	"	66.5	"	"	66.2	14	1.8	15.45
99.5	67.5	"	68	"	"	67.5	15.3	1.3	15.50
99.5	67.8	"	68.5	"	"	67.5	15.5	0.2	15.54
99.8	74.5	"	76.5	"	"	75.5	16.5	1.0	16.05
100	79	"	81	"	"	79.5	18.5	2.0	16.10
100	85	"	89	"	"	85.5	19.3	0.8	16.15
100	92.5	"	95	"	"	90	19.8	0.5	16.20
100	97	"	hrve.	"	"	96	22.5	2.7	16.25
100	100	"	"	"	"	hrve.	42.5	-	16.30



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 67,8°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,125 g. %	0,449 g.	71,8
METANOL	3,611 ml. %	14,54 ml.	81,1
ACIDEZ	5,83 g. %	neutro	----

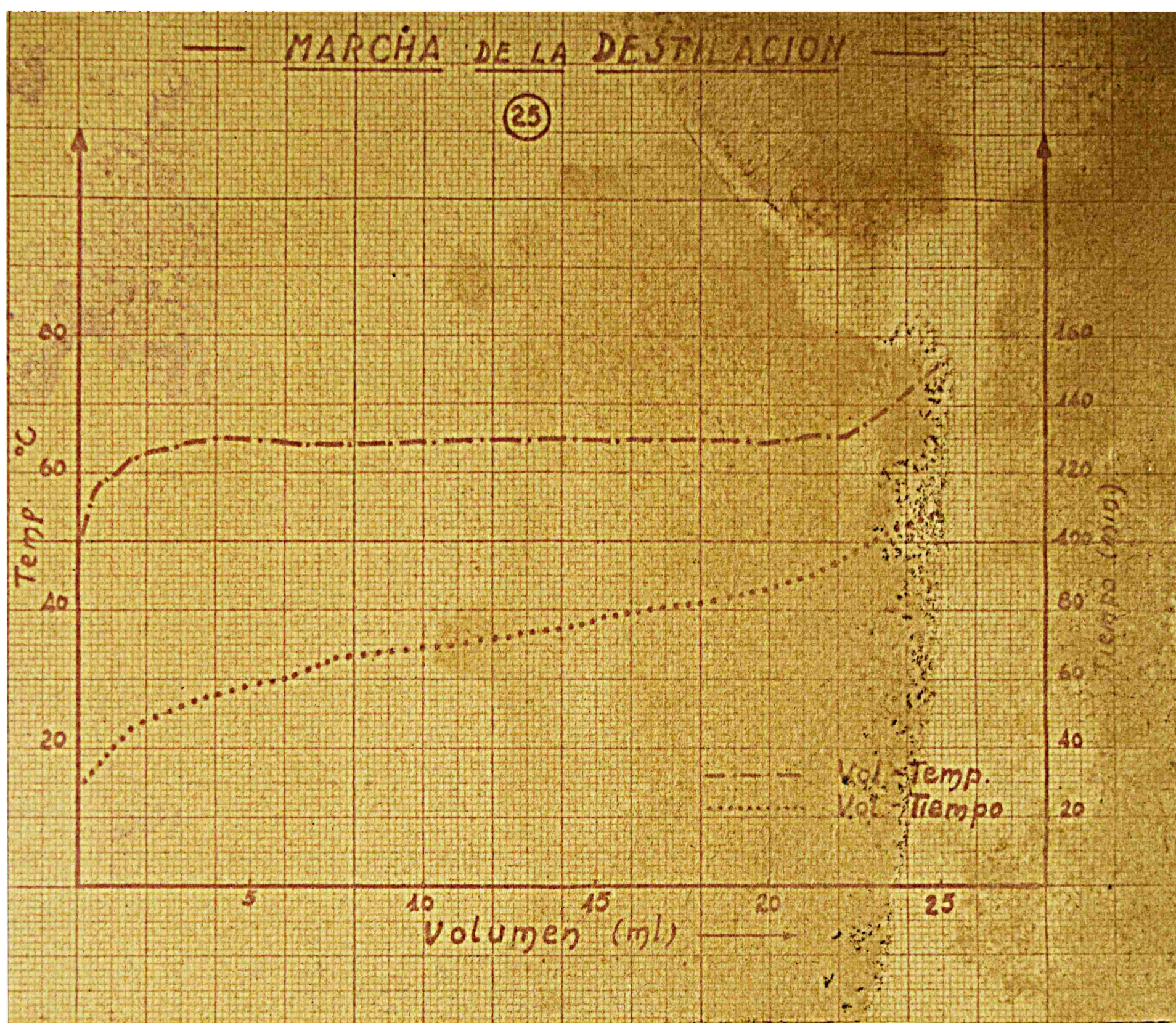
C U A D R O N

Producto destilado: Líquido pirolenoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc/h.	Tiempo
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.		
21.5	-	21.5	21.5	4830	21.5	-	4000	-	-
43.5	-	"	23.5	"	"	23	"	-	-
93.5	-	"	42	"	"	43.5	"	-	9.30
98	32	"	52	"	"	53.5	"	-	9.35
98.5	43	"	56	"	"	58.5	"	-	9.40
98.5	51.5	"	59	"	"	60	"	-	9.45
99	58.5	"	59.5	"	"	60.5	"	0.5	9.50
99	59	"	59	"	"	58.5	"	1.0	0.5 9.55
99.5	62.5	"	60.5	"	"	58	"	1.5	1.0 10.00
99.5	63.5	"	61.2	"	"	59.5	"	2.5	1.0 10.05
99.5	65	"	62.2	"	"	61.8	"	4.0	1.5 10.10
99.8	64	"	63.5	5265	"	63	5170	6.0	2.0 10.15
99.8	64.2	"	62	"	"	61	"	7.5	1.5 10.20
99.8	65	"	62.5	"	"	61.2	"	8.8	3.3 10.25
100	65.5	"	62.5	"	"	61	"	14.2	3.4 10.30
100	65	"	63	"	"	61.5	"	16.5	2.3 10.35
100	64.5	"	63	"	"	62	"	19.5	3.0 10.40
100.5	65.5	"	64.2	"	"	65	"	21.2	1.7 10.45
100.5	65.5	"	67.	"	"	65.8	"	22.2	1.0 10.48
100.5	68.5	"	72.5	"	"	71	"	23	0.8 10.55
100.5	56.7	"	80	"	"	75	"	27.5	0.5 11.00
100.5	50	"	89	"	"	81.5	"	-	- 11.05
100.5	98	"	hrve.	"	"	92	"	-	- 11.10
100.5	99.5	"	"	"	"	hrve.	"	-	- 11.15

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 65,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,4923 g.	76,6
METANOL	4,048 ml. %	19,9 ml.	99
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	----

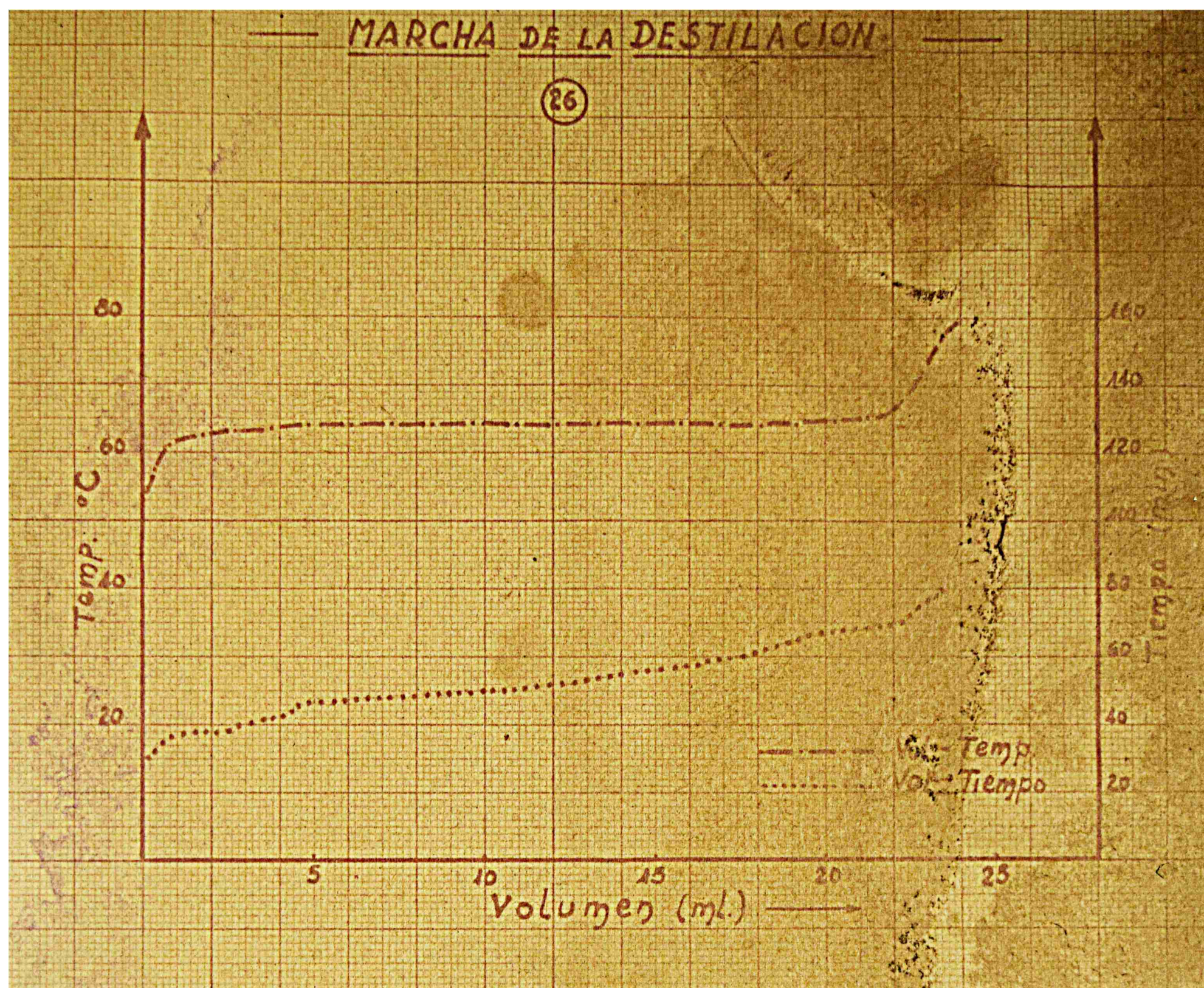
C U A D R O N°

Producto destilado: Líquido piroleñoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1		Caud. cc/h.	Reflujo 2		Caud. cc/h.	Vol.		Tiempo min.	Veloc.
		t° ent.	t° sal.		t° ent.	t° sal.		Tot.	Parc.		
21.5	-	21.5	21.5	5110	21.5	21.5	5020	-	-	18.02	1.20
53	-	"	24.5	"	"	23.5	"	-	-	18.05	"
93.5	26	"	41.5	"	"	40	"	-	-	18.10	"
94	30	"	55	"	"	53.5	"	-	-	18.15	"
95.5	41.5	"	59.5	"	"	58	"	-	-	18.20	"
96.5	54	"	61	"	"	59.5	"	-	-	18.25	"
98	61.5	"	62.5	"	"	61.5	"	0.6	-	18.30	"
99	63.5	"	63.5	5315	"	62.8	5270	3.8	-	18.35	"
99	63.5	"	62	"	"	60.2	"	4.5	-	18.40	"
99	64	"	62.5	"	"	60.8	"	9.5	5	18.45	"
99.5	64.5	"	62.5	"	"	61	"	14	5.5	18.50	"
99.8	64.5	"	63.5	"	"	61.5	"	17.5	3.5	18.55	"
100	65	"	66	"	"	63	"	19.5	2.0	18.60	"
100	65.5	"	68.5	"	"	65.5	"	24	1.9	18.65	"
100	67.5	"	71.2	"	"	68.2	"	-	0.8	18.05	"
100	72	"	75	"	"	71.8	"	-	0.6	18.10	"
100	65	"	83.5	"	"	79	"	-	0.6	19.15	"
100	62	"	91	"	"	86	"	-	-	19.20	"
100	99.5	"	hrve.	"	"	hve.	"	-	-	19.25	"

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 65,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,574 g.	90,3
METANOL	4,043 ml. %	19,4 ml.	96,8
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	----

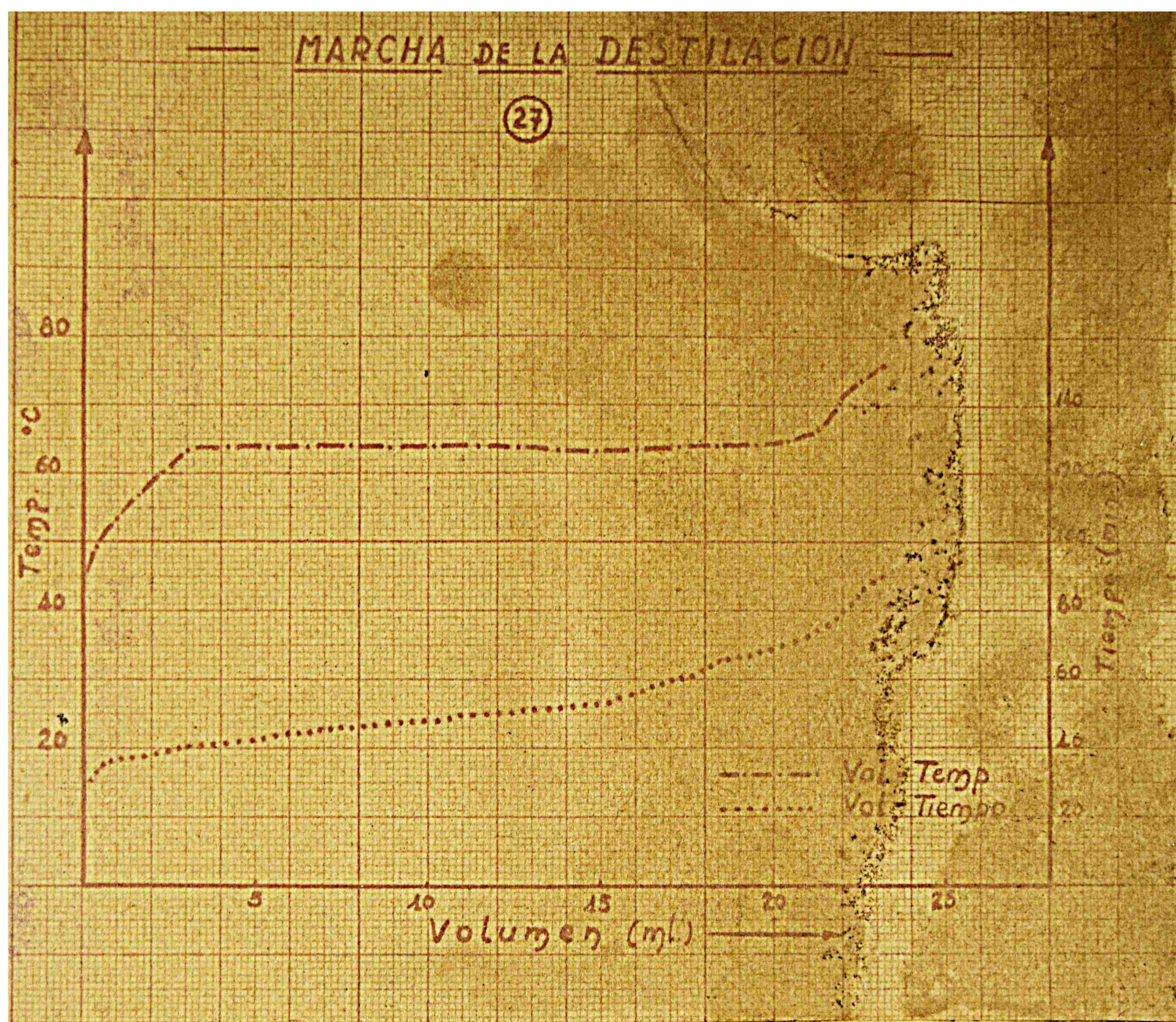
C U A D R O N°

Producto destilado: Líquido piroleñoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc		Tiempo min.	V
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Prc.		
20.5	-	20.5	20.5	5070	20.5	20.5	5000	-	-	8.55	
59.5	-	"	22.5	"	"	22	"	-	-	9.00	
96	34.5	"	39	"	"	40.5	"	-	-	9.05	
96.5	36.5	"	45.5	"	"	49.5	"	-	-	9.10	
96.5	37.5	"	49.5	"	"	52.5	"	-	-	9.15	
97	43.2	"	53	"	"	53	"	-	-	9.20	
97	45.2	"	55.2	"	"	55.5	"	-	-	9.25	
98	52.5	"	59.5	"	"	60	"	0.5	-	9.30	
98.5	63.6	"	61	"	"	61.5	"	3.0	-	9.35	
98.6	64.2	"	62.6	"	"	62.5	"	7.0	-	9.40	
99	64.5	"	64	5298	"	63.5	5270	11.0	4.0	9.45	
99.5	63.5	"	62.2	"	"	60.5	"	15.5	4.5	9.50	
100	64.5	"	63.8	"	"	61.5	"	17	1.5	9.55	
100	64.5	"	66	"	"	62.8	"	18.5	1.5	10.00	
100	65	"	68.5	"	"	64.5	"	20.2	1.7	10.05	
100	65.5	"	74	"	"	67.2	"	21.2	1.0	10.07	
100	72	"	85	"	"	76	"	-	0.8	10.15	
100	69	"	93	"	"	84.5	"	-	0.6	10.20	
100	70	"	hrve.	"	"	94.5	"	-	0.6	10.25	
100	99	"	"	"	"	hrve.	"	-	-	10.30	

x - Comienza a destilar.



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIROLENOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 65,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,563 g.	90
METANCL	4,043 ml. %	19,44 ml.	97,1
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	----

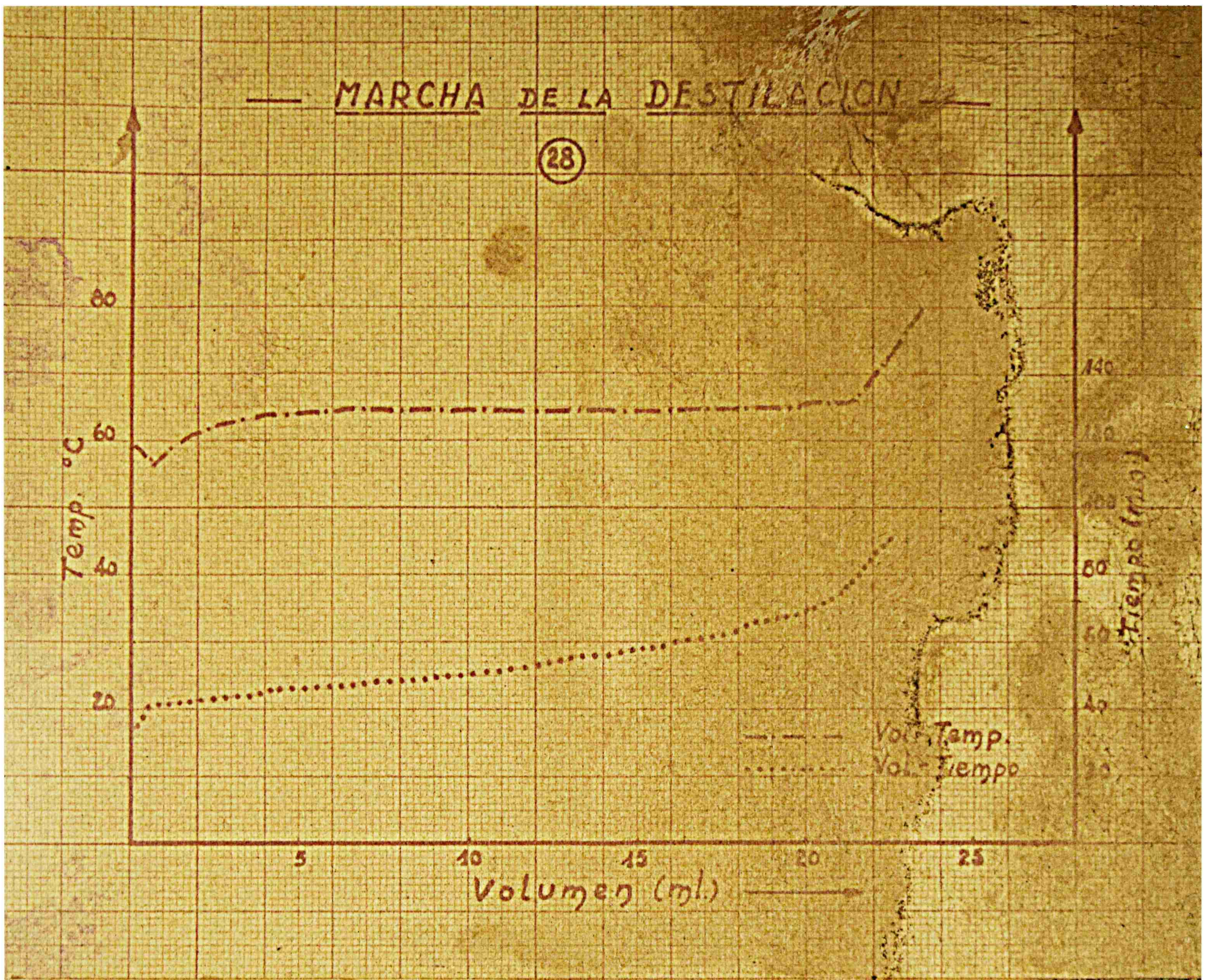
C U A D R O N°

Producto destilado: Líquido piroleñoso

Volumen destilado: 500 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Vol. cc.		Tiempo min.
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Tot.	Parc.	
21.5	-	21.5	21.5	5108	21.5	21.5	5100	-	-	15.10
68.5	29	"	26.5	"	"	26.5	"	-	-	15.15
95	32	"	49	"	"	43.5	"	-	-	15.20
96	37.2	"	54.5	"	"	51.8	"	-	-	15.25
96.5	39	"	56.5	"	"	53.0	"	-	-	15.30
96.5	41.5	"	59	"	"	56	"	-	-	15.35
97	43.5	"	60.8	"	"	58.5	"	-	-	15.40
97	50	"	61.5	"	"	60	"	-	-	15.43
97	50	"	62	"	"	60.3	"	0.1	-	15.45
97	56	"	63	"	"	61.2	"	0.3	0.2	15.50
97.5	64	"	64	5312	"	62.5	5220	4.5	4.2	15.55
98.5	64.5	"	62.5	"	"	61	"	9	4.5	16.00
99.5	64.2	"	62.6	"	"	61.5	"	13.2	4.2	16.05
99.5	64.8	"	62.6	"	"	61.8	"	16.2	3	16.10
99.8	65	"	63	"	"	62	"	19.5	2.3	16.15
100	65.5	"	64.5	"	"	63	"	20	1.5	16.20
100	65.6	"	69	"	"	66	"	21	1	16.25
100	65.8	"	72	"	"	67.5	"	21.5	0.5	16.29
100	69.5	"	79	"	"	71	"	-	0.5	16.35
100	71	"	83.5	"	"	79.5	"	-	0.4	16.40
100	85	"	91.5	"	"	84	"	-	-	16.45
100	91	"	hrve.	"	"	93	"	-	-	16.50
100	99.5	"	"	"	"	hrve.	"	-	-	16.58

x - Comienza a des...



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROVENIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIRELEOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 65,8°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,52 g.	81,9
METANOL	4,043 ml. %	19,71 ml.	93,4
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	-----

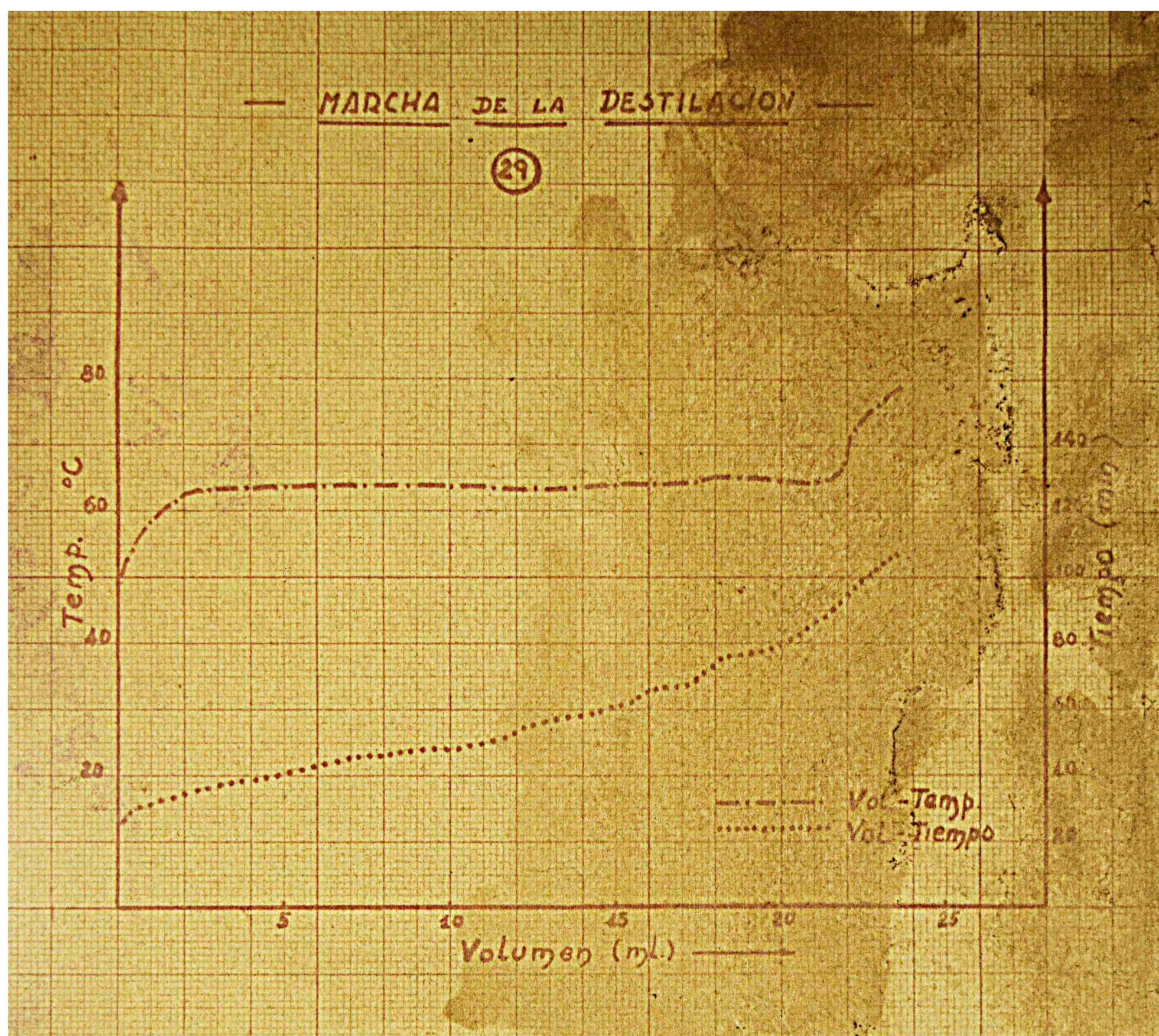
C U A D R O N° 2

Producto destilado: Líquido piroleñoso

Volumen destilado: 560 ml.

t° Cald.	t° Vap.	Reflujo 1			Reflujo 2			Caudal		Tiempo min.	Volumen ml.
		t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	t° ent.	t° sal.	Caud. cc/h.	Ent.	Paro.		
19.5	-	19.5	19.5	4968	19.5	19.5	4990	-	-	9.40	1850
52.5	-	"	20	"	19.5	20.5	"	-	-	9.45	"
94.5	31	"	43.6	"	"	38	"	-	-	9.50	"
97.5	32	"	46	"	"	41.5	"	-	-	9.55	"
97.5	36	"	47	"	"	45	"	-	-	10.00	"
98	49	"	51.2	"	"	49.5	"	-	-	10.05	"
98	55.5	"	55	"	"	53	"	0.5	-	10.10	"
98.2	62.5	"	60	"	"	59	"	2.00	1.5	10.15	"
98.2	63.5	"	62.5	"	"	61.5	"	4.5	3.0	10.20	"
98.5	64.5	"	65	5295	"	63.5	5049	7	2.5	10.25	"
98.5	63.6	"	62.5	"	"	61	"	10.5	3.5	10.30	"
98.5	63	"	63	"	"	60.5	"	12.5	2.0	10.35	"
99	64	"	62.5	"	"	61	"	14.5	2.0	10.40	"
99	64.5	"	62.6	"	"	61	"	16	1.5	10.45	"
99.5	65	"	63	"	"	61.5	"	17.5	1.5	10.50	"
99.5	65.5	"	63.5	"	"	62	"	19.5	1.0	10.55	"
100	64.8	"	64	"	"	63.2	"	20	1.5	11.00	"
100	64.8	"	65.8	"	"	65	"	21	1.0	11.05	"
100	65.5	"	68	"	"	69	"	21.6	0.6	11.08	"
100	69.0	"	72.5	"	"	74	"	-	0.5	11.10	"
100	74	"	81	"	"	82.5	"	-	0.4	11.15	"
100	72.5	"	90	"	"	93	"	-	-	11.20	"
100	99.5	"	hrve.	"	"	hrve.	"	-	-	11.25	"

x - Comienza a destilar



ANALISIS DEL PRODUCTO DESTILADO PROCEDIENTE DE 500 ML. DE LIQUIDO PIRROLINOSO

	EN MUESTRA	OBTENIDO (Fracc. hasta 65,5°C)	RENDIMIENTO
ACETONA	0,127 g. %	0,579 g.	91
METANOL	4,048 ml. %	20,03 ml.	97,3
ACIDEZ	5,73 g. %	neutro	----

DESTILACION DEL LIQUIDO PIROLENOSO

(Resumen de los cuadros anteriores)

ENSA- YO N°	ML. PIRO- LENOSO DESTIL.	VELOC. rpm.	TIEMPO DE DESTIL. (min.)	METANOL EN lra. FRACC. % EN VOL.	ACETONA EN lra. FRACC. (g. por 100 ml. PIROLE- NOSO).	METANOL SEPARADO (ml. por 100 ml. PIROLE- NOSO).	RENDIMIENTO	
							ACETONA	METANOL
14	500	1500	60	92.82	0.1063	3.8	68.6	94
15	500	1500	62	93.8	0.1022	3.9	80.4	96.3
16	500	1500	76	96.4	0.0862	2.99	68.8	89.4
17	500	1500	72	93.2	0.0908	2.89	72.64	82
18	500	1500	78	92.51	0.0789	3.23	63.1	92.5
19	500	1500	82	94.73	0.0957	3.13	76.5	89
20	500	1500	90	94.14	0.0957	3.10	76.5	88.5
21	500	1650	65	93.12	0.0910	4.02	73.9	99.2
22	500	1650	71	94.7	0.0899	2.93	77.1	84.5
23	500	1650	78	94.6	0.0911	3.96	77.7	99
24	500	1650	84	93.82	0.0898	2.91	71.8	81.1
25	500	1650	88	90.9	0.0985	3.99	76.6	99
26	500	1850	60	90.63	0.1148	3.88	90.3	96.8
27	500	1850	72	91.74	0.1127	3.88	90	97.1
28	500	1850	79	91.72	0.1010	3.94	81.9	98.4
29	500	1850	88	91.14	0.1158	4.00	91	97.3

DESTILACION DE LIQUIDO PIROQUEMICO

RENDIMIENTO DE ACETONA Y METANOL EN RELACION A LAS VELOCIDADES DE ROTACION A LOS TIEMPOS DE DESTILACION.

ENSAYO N°	TIEMPO (min.)	VELOCIDAD rpm	RENDIMIENTO	
			ACETONA	METANOL
14	60	1500	83.6	94
15	62	1500	80.4	96,3
17	72	1500	72.64	82
16	76	1500	68.8	89.4
18	78	1500	63.1	92.5
19	82	1500	76.5	89
20	90	1500	76.5	88.5
21	65	1650	73.9	90.2
22	71	1650	77.1	84.5
23	78	1650	77.7	99
24	84	1650	71.8	81.1
25	88	1650	76.6	99
26	60	1850	90.3	96.8
27	72	1850	90	97.1
28	79	1850	81.9	98.4
29	88	1850	91	97.3

IV)

C O N C L U S I O N E S

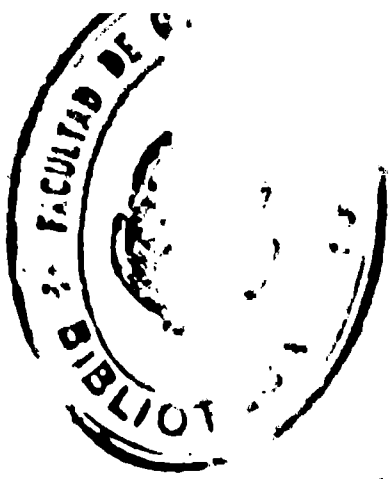
De los ensayos realizados sobre la destilación de mezclas binarias, ternarias y líquidos piroleñosos empleando columna de fraccionamiento y el dispositivo de Piazza, en las condiciones en que se ha operado, podemos establecer que:

1º) La destilación de mezclas hidroalcohólicas (alcohol etílico-agua, alcohol metílico-agua) en la columna y en el aparato de Piazza, proporcionan destilados con rendimientos satisfactorios. Se confirman así los resultados obtenidos por Piazza en sus ensayos experimentales -- cuando emplea su dispositivo. Los rendimientos mayores para dichas mezclas, como así los destilados más ricos en alcohol se obtienen cuando se opera con velocidades de rotación comprendidas entre los 1.400 y 1.800 revoluciones por minuto.

2º) La destilación de la mezcla acetona-metanol-agua, en las proporciones tomadas y la destilación del líquido piroleñoso en la columna ensayada no resultó eficiente, pues no se logró fraccionamiento de ningún componente.

3º) En la destilación de igual mezcla en el aparato de Piazza no se pudo hacer separación cuantitativa de la fracción acetónica, en cambio se la observa junto a la fracción metilónica, la cual destila en forma normal, con buen rendimiento.

4º) La destilación del líquido piroleñoso en el mismo dispositivo proporciona un destilado perfectamente neutro, rico en alcohol metílico, pero impurificado por la presencia de acetona, cuya separación no fué asequible en las condiciones operantes.



5º) Los rendimientos máximos de metanol en la destilación del líquido piroclástico se obtienen cuando se opera a 1350 revoluciones por minuto, o bien, a menor velocidad, empleando menores tiempos de destilación.

V) **BIBLIOGRAFIA**

- 1.- Tongue, Harold y Morgan, Gilbert. "A Practical Manual of Chemical Engineering" Pág. 431 (1939) London.
- 2.- Chemical Engineering Series, pág. 516.
- 3.- Tongue, Harold y Morgan, Gilbert. Ob. cit. pág. 431-438.
- 4.- Tongue, Harold y Morgan, Gilbert. Ob. cit. pág. 435.
- 5.- Madden Stuart; Chem. Eng. Progress, Vol.44, nº 2, pág. 149 (1948).
- 6.- Carney Thomas; Laboratory Fractional Distillation, pág. 8 (1949), New York.
- 7.- Carney Thomas; ob. cit. pág. 9.
- 8.- Schiebel Edward; Chem. Eng. Progress, Vol. 44, nº 12, pág. 927 (1948).
- 9.- Sorel. "La Rectification de l' alcool". (1.893) París.
- 10.- McCabe and Thiele; Ind. Eng. Chem. Vol. XVII - 605 (1923)
- 11.- Lewis; Ind. Eng. Chem., XIV - 492 (1912).
- 12.- Fenske; Ind. Eng. Chem., XXIV - 482 (1932).
- 13.- Savarit; Chimie et Industrie, Special nº 737 - 56.
- 14.- Piazza J.; An. Inst. Invest. Cient. y Tecnol., Vol. III y IV, pág. 76 y sigs. (1932-33).-
- 15.- Kou Tsung and James Coull; Chem. Eng. Progress, Vol. 44, nº 10, pág. 795 (1948).
- 16.- Fenske M.R.; ob. cit., pág. 482.
- 17.- Underwood A.J.V.; Trans. Chem. Engrs., X-112 (1932).
- 18.- Smoker E.H.; Trans. Am. Inst. Chem. Engrs. XXIV - 163 (1938).
- 19.- Piazza J.; An. Inst. Invest. Cient. y Tecnol. Vol.III y IV, pág. 76. (1932-33).
- 20.- Piazza, J.; ob. cit. Vol. III-IV, pág. 82-86.
- 21.- Rosanoff H.R. y Husley C.W.; J. Am. Chem. Soc., XXXI - 953 (1909).

- 22.- Peters W.A.; Ind. Eng. Chem. Vol. XVI - 1126 (1924); -
XIV - 476 (1922).
- 23.- Morton A.A.; "Las técnicas de trabajo en el laboratorio
de Química Orgánica", pág. 87, (1947).
- 24.- Carney Thomas P.; "Laboratory Fractional Distillation",
pág. 87 (1949).
- 25.- Morton A.A.; ob. cit. pág. 79.
- 26.- Fenske M.R., Quiggle D. y Tongberg C.O.; Ind. Eng. Chem.
Vol. XXIV - 408 (1932).
- 27.- Kistiakowsky G.B., Ruhoff J.R., Smith, H.A. y Vaughan W.E.
J. Am. Soc. Vol. 57 - 878 (1935).
- 28.- Doran C.A.; Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. Vol. V - 101 (1933)
- 29.- Carney Thomas P.; ob. cit. pág. 79.
- 30.- Peters W.A.; Ind. Eng. Chem. Vol. XIV - 477, (1922).
- 31.- Leslæe E.H. y Geniesse, T.C.; Ind. Eng. Chem., Vol. -
XVIII - 590 (1926).
- 32.- Fenske M.R., Tongberg C.O. y Quiggle, C.; Ind. Eng. Chem.
Vol. XXVI - 1169 (1934).
- 33.- Podbielniak W.J.; Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., Vol. III -
177 (1931); V - 119 (1933).
- 34.- Brunn, J.H.; Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., Vol. II - 187;
VIII - 224 (1936).
- 35.- Othmer D.F.; Ind. Eng. Chem., Vol. XXII - 322 (1930).
- 36.- Palkin D.; Ind. Eng. Chem, Anal. Ed., Vol. III - 377,
(1931).
- 37.- Oldershaw C.F.; Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., Vol. XIII -
265 (1941).
- 38.- Westhaver J.W.; Ind. Eng. Chem. Vol. XXXIV - 126 (1942).
- 39.- Lesesne, Sherman D. y Lechte H.L.; Ind. Eng. Chem. Anal.
Ed., Vol. X - 450 (1938).

- 40.- Huffman J.R. y Urey H.C.; Ind. Eng. Chem., Vol. XXIX - 531 (1937).
- 41.- Kirschbaum E.; "Distillation and Rectification", pág. 414 (1933).
- 42.- Mickman y Mees; Ind. Eng. Chem., Vol. VI - 28 (1916)
- 43.- Willingham C.B., Sedlak V.A., Westhaver J.W. y Rossini Ind. Eng. Chem., Vol. XXXIX - 706 (1917).
- 44.- Piazza José; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tecnoloz. Vol. X - XI, pág. 11 (1940-41).
- 45.- Piazza José; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tecnoloz., Vol. VIII-IX, pág. 78 (1938-39).
- 46.- Piazza J. y Rouzant R.; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tecnoloz.; Vol. VIII-IX, pág. 82 (1938-39).
- 47.- Piazza José; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tecnoloz. Vol. V-VI pág. 103-21 (1934-36).
- 48.- Piazza José; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tecnoloz. Vol. VII - pág. 62 (1937).
- 49.- Piazza José; ob. cit. Vol. VII, pág. 55-69 (1937).
- 50.- Piazza J. y Barón M.; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tec. Vol. VIII-IX, pág. 70 (1938-39).
- 51.- Piazza José; ob. cit. Vol. VIII-IX, pág. 56 (1938-39).
- 52.- Piazza José; Industria y Química, Vol. VII, nº 11, pág. 379-391. (1945).
- 53.- Piazza José; Anal. Inst. Invest. Cient. y Tecnoloz. Vol. XIV-XV, pág. 95-98 (1944-45); Ind. y Quím. Vol. VII, nº 11, pág. 382 (1945).
- 54.- Thorpe; "Enciclopedia de Química Industrial", pág. 530.
- 55.- Hawley y Aiyard; Ind. Eng. Chem. Vol. XIV - 1055 (1922).
- 56.- Ullman; "Enciclopedia de Química Industrial", T - IX, pág. 623.

- 57.- Allen's; "Comercial Organic Analysis", T. I, pág. 646.
- 58.- Krenkel T.O.; Tesis, pág. 25, Fac. de Qca. y Fcia. (1944).
- 59.- Adams y Hilton; Ind. Eng. Chem., Vol. VI - 378 (1914).
- 60.- Ullman; ob. cit., Tomo IX, pág. 621.
- 61.- Yantorno; "La industria de la destilación de la leña y sus derivados", pág. 181.
- 62.- Langer R.; "La destilación de la leña". La Ingeniería, pág. 523-530, VIII - 1946.
- 63.- Riegel; "Industrial Chemistry", pág. 284.
- 64.- Hodgman; "Handbook".
- 65.- Yantorno; ob. cit., pág. 360.
- 66.- Ullman; ob. cit. Tomo IV - 497.
- 67.- Mariller, Charles; "Destilación y Rectificación de Líquidos Industriales", pág. 484 (1925).
- 68.- Piazza José, Ind. y Químca, Vol VII, nº 11, pág. 390 (1945).
- 69.- Morton A.A.; ob. cit., pág. 78-89.
- 70.- Rosanoff H. y Easley C.; ob. cit., pág. 935.
- 71.- Lewis W.K.; ob. cit. pág. 492.-
- 72.- Perry; Manual, IIA. Ed., pág. 1367.
- 73.- Ullman; ob. cit., Tomo I, pág. 491.-
- 74.- Magnin; "Destilación de las maderas argentinas", pág. 103.
- 75.- Giaccaglia A.U.; Tesis. Fac. de Qca. y Fcia. pág. 46, (1949).
- 76.- Piazza José; Ind. y Quím., VII - 11, pág. 385 (1945).
- 77.- Rouzant R.; Anal. Inst. Inv. Cient. y Tecnolog. Vol. X-XI, pág. 118.
- 78.- Piazza J.; Anal. Inst. Inv. Cient. y Tecn., Vol. XIV-XV, pág. 100.
- 79.- "Handbook"; pág. 1625.

- 80.- Roussant R.; Anal. Inst. Invest. Ciente y Tecnolog. Vol. X-XI, pág. 121-125 (1940).
- 81.- Klark M. y Gautier; "Traite pratique des emplois chimiques du bois" pág. 293.