

INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS  
SUPERIORES DE MONTERREY,  
ESCUELA DE INGENIERÍA

ESTUDIO SOBRE CRISTALIZACIÓN

TESIS PROFESIONAL  
INGENIERO QUÍMICO

FRANCISCO ZULOAGA A. DEL CASTILLO

MONTERREY, N. L.

OCTUBRE DE 1966

TL  
QD548  
.Z8  
1966  
c.1



1080111093

Con mucho aprecio  
para mi buen compañero  
Ing. Ramón De la Peña.

R. G.  
Julay

TL

QD548

.Z8

1966

INSTITUTO TECNOLOGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE MONTERREY  
ESCUELA DE INGENIERIA

ESTUDIO SOBRE CRISTALIZACION

TESIS PROFESIONAL

INGENIERO QUIMICO

FRANCISCO ZULOAGA ALVAREZ DEL CASTILLO

MONTERREY, N. L.

OCTUBRE DE 1966.

LA FASE EXPERIMENTAL DE ESTA TESIS  
FUE DESARROLLADA EN EL LABORATORIO  
DE INGENIERÍA QUÍMICA DEL I.T.E.S.M.  
BAJO LA DIRECCIÓN DEL ING. HÉCTOR -  
LÓPEZ RAMOS M. CH. **E**, JEFE DEL DE--  
PARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA DE  
ESTA INSTITUCIÓN.

## RESUMEN

ESTA TESIS COMPRENDE UN ESTUDIO CUANTITATIVO SOBRE CRISTALIZACIÓN DE UN APARATO DEL TIPO "KRYSTAL" EN ESCALA DE LABORATORIO Y PARA SER OPERADO EN FORMA CONTÍNUA O INTERMITENTE. LA CRISTALIZACIÓN DEPENDE PRINCIPALMENTE DE LA EVAPORACIÓN DEL DISOLVENTE PARA PRODUCIR UNA SOBRE-SATURACIÓN EN LA SOLUCIÓN.

EL EQUIPO USADO EN SU TOTALIDAD ES DE ACERO INOXIDABLE. EL EQUIPO ADICIONAL INSTALADO CONSISTIÓ ESENCIALMENTE DE UN TANQUE DE ALMACENAMIENTO, UN CONDENSADOR ENFRIADO POR AGUA Y EQUIPO DE VACÍO.

LAS PRUEBAS CUANTITATIVAS VERSARON SOBRE LA CAPACIDAD DE EVAPORACIÓN Y CRISTALIZACIÓN DEL APARATO.

LA CAPACIDAD DE EVAPORACIÓN SE DETERMINÓ CON AGUA DESTILADA. A CONDICIONES DE RÉGIMEN CONSTANTE Y A UNA PRESIÓN EN LA LÍNEA DE VAPOR DE  $4 \text{ KG/CM}^2$  CON UNA TEMPERATURA EN EL CRISTALIZADOR DE  $103^{\circ}\text{C}$  SE OBTUVO UN PROMEDIO DE 0.125 LITROS/MINUTO DE AGUA EVAPORADA.

BASÁNDOSE EN LA EVAPORACIÓN SE DETERMINÓ LA CAPACIDAD DE CRISTALIZACIÓN, CON UNA SOLUCIÓN DE SULFATO DE SODIO A CONDICIONES DE RÉGIMEN CONSTANTE. LA TEMPERATURA EN EL CRISTALIZADOR FUÉ DE  $106-107^{\circ}\text{C}$  A UNA PRESIÓN DE  $4 \text{ KG/CM}^2$  EN

LA LÍNEA DE VAPOR. CON ESA SOLUCIÓN EL RENDIMIENTO FUÉ DE 70% CON RESPECTO A UNA CRISTALIZACIÓN IDEAL. ESTE BAJO -- RENDIMIENTO FUÉ DEBIDO PRINCIPALMENTE A LA GRAN CAPACIDAD DE CIRCULACIÓN DE LA BOMBA, QUE MOVÍA DEMASIADO LÓS CRISTALES FORMADOS, IMPIDIENDO SU CRECIMIENTO Y PERMANECIENDO -- ÉSTOS EN LA SOLUCIÓN, A QUE SE HAYAN TRANSPORTADO PEQUEÑAS GOTAS DE SOLUCIÓN JUNTO CON EL VAPOR AL TENER UNA SOLUCIÓN SOBRESATURADA.

# I N D I C E

	<u>PAGINA</u>
RESUMEN.	1
INTRODUCCION.	
OBJETO E IMPORTANCIA DEL TRABAJO. . . . .	1
LIMITACIONES. . . . .	1
ANTECEDENTES. . . . .	1
TEORIA.	
TIPOS DE CRISTALES. . . . .	3
SISTEMA DE CRISTALIZACIÓN . . . . .	4
PRINCIPIOS DE CRISTALIZACIÓN. . . . .	5
PUREZA DEL PRODUCTO. . . . .	5
RENDIMIENTO. . . . .	6
REQUERIMIENTOS DE ENERGÍA . . . . .	7
CANTIDADES DE FORMACIÓN Y CRECIMIENTO . . . . .	9
FORMAS DE CREAR SUPERSATURACIÓN . . . . .	11
EQUIPO DE CRISTALIZACIÓN. . . . .	12
EQUIPO EXPERIMENTAL Y MATERIALES.	16
PROCEDIMIENTO.	19
DATOS EXPERIMENTALES Y RESULTADOS.	22
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.	27
BIBLIOGRAFIA.	30
APENDICE.	31

## INTRODUCCION

### OBJETO E IMPORTANCIA DEL TRABAJO.

EL OBJETO DE ESTA TESIS ES UN ESTUDIO CUANTITATIVO SOBRE CRISTALIZACIÓN DE UN APARATO DEL TIPO "KRYSTOL" EN ESCALAS DE LABORATORIO Y PARA SER OPERADO EN FORMA CONTÍNUA O INTERMITENTE.

LA IMPORTANCIA DE ESTE TRABAJO RADICA EN QUE CON ESTE EQUIPO SE PUEDEN DETERMINAR EFICIENCIAS DE CRISTALIZACIÓN EN ESCALA DE LABORATORIO PARA PODER HACER PREDICCIONES DE EFICIENCIA EN UN PROCESO INDUSTRIAL.

### LIMITACIONES.

LA PRINCIPAL LIMITACIÓN EN EL EQUIPO DE LABORATORIO ES DEBIDA PRINCIPALMENTE AL DIÁMETRO TAN PEQUEÑO QUE PRESENTAN LOS ESTRECHAMIENTOS EN LAS TUBERÍAS Y VÁLVULAS, PRODUCIENDO ATASCAMIENTOS Y DIFICULTANDO LA OPERACIÓN DE CIRCULADO PARA UNA BUENA CRISTALIZACIÓN. OTRA SERÍA QUE EL TAMAÑO DE LOS CRISTALES NORMALMENTE ES DE MENOR TAMAÑO QUE EN PROCESO EN GRAN ESCALA.

### ANTECEDENTES.

LA CRISTALIZACIÓN ES UNA OPERACIÓN MUY IMPORTANTE EN LA INDUSTRIA DEBIDO A QUE MUCHAS SUBSTANCIAS SON LLE

VADAS AL MERCADO EN FORMA DE CRISTALES, APROVECHANDO SUS MAGNÍFICAS PROPIEDADES DE PUREZA, UNIFORMIDAD Y QUE OCUPAN MUY POCO ESPACIO DE ALMACENAMIENTO, A COMPARACIÓN SI SE HICIERA EN FORMA DE SOLUCIONES.

ES OBVIO QUE LA PUREZA Y RENDIMIENTO EN UNA OPERACIÓN DE CRISTALIZACIÓN ES LO MÁS IMPORTANTE, AUNQUE HAY QUE CONSIDERAR TAMBIÉN LA FORMA DE LOS CRISTALES QUE AYUDARÍA A UNA MEJOR APARIENCIA, Y EL TAMAÑO QUE EN OCA- SIONES ES NECESARIO PARA ALGÚN PROCESO DETERMINADO.

## TEORIA

SE ENTIENDE POR CRISTALIZACIÓN LA FORMACIÓN DE CRISTALES A PARTIR DE UNA SOLUCIÓN SATURADA. UN CRISTAL ES LA FORMA MÁS ALTAMENTE ORGANIZADA DE LA MATERIA NO VIVIENTE. ES CARACTERÍSTICO DE ELLOS EL HECHO DE QUE SUS PARTES CONSTITUYENTES (ÁTOMOS Ó IONES) ESTÁN ARREGLADOS EN UNA FORMA DETERMINADA Y UNIFORME PARA CADA SUBSTANCIA, TOMÁNDOSE EN CUENTA LAS DISTANCIAS INTERATÓMICAS Y LOS TIPOS Y FORMAS DE LOS CRISTALES. (1)

### TIPOS DE CRISTALES.

SEITZ, EN SU LIBRO "LA TEORÍA MODERNA DE LOS SÓLIDOS", CLASIFICÓ LOS SÓLIDOS CRISTALINOS EN CINCO FORMAS DEPENDIENDO DE LA UNIÓN QUE TENGAN LOS ÁTOMOS O IONES QUE LOS CONSTITUYEN Y DE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS, ELÉCTRICAS Y MECÁNICAS DE CADA SUBSTANCIA: LA PRIMERA FORMA SON LOS METALES CONSTITUIDOS DE ÁTOMOS DE LOS ELEMENTOS ELECTROPOSITIVOS. LA SEGUNDA FORMA SON LOS CRISTALES IÓNICOS, ESTOS CRISTALES ESTÁN FORMADOS POR IONES DE SALES DE ELEMENTOS ALTAMENTE ELÉCTRONEGATIVOS Y ELECTROPOSITIVOS. LAS OTRAS TRES CLASES SON CRISTALES DE VALENCIA, SEMI-CONDUCTORES Y UNA COMBINACIÓN DE LOS ANTERIORES.

EL ESTUDIO SE VA A ENFOCAR A LOS CRISTALES IÓNICOS

COS, LOS CUALES TIENEN DIFERENTES FORMAS, DEBIDO A SU GEO-  
METRÍA. ESTAS FORMAS ESTÁN DEFINIDAS EN SISTEMAS ESPECÍ-  
 FICOS ATENDIENDO A LOS ÁNGULOS QUE FORMAN ENTRE SI LOS --  
 ÁTOMOS O IONES.

TRES FASES IMPORTANTES SON ESCOGIDAS COMO PLA--  
 NOS AXIALES. LOS EJES SON TRES LÍNEAS PARALELAS A LA IN-  
TERSECCIÓN DE LOS PLANES AXIALES. EN ADICIÓN A LAS TRES  
 FASES AXIALES, SE ESCOGE UNA CUARTA FASE FUNDAMENTAL QUE  
 INTERSECTE A LOS OTROS TRES EJES. (2)

LA COMBINACIÓN DE LOS ÁNGULOS Y LONGITUDES DE --  
 LOS EJES DAN 7 DIFERENTES SISTEMAS DE CRISTALIZACIÓN:

- 1.- SISTEMA TRICLÍNICO. TRES EJES INCLINADOS  
 DESIGUALES MUTUOS, TODOS LOS ÁNGULOS DESI--  
 GUALES Y QUE NO SEAN DE 30, 60 ó 90°.
- 2.- SISTEMA MONOCLÍNICO. TRES EJES DESIGUALES,  
 DOS DE LOS CUALES ESTÁN INCLINADOS PERO PER-  
 PENDICULARES AL TERCERO.
- 3.- SISTEMA ORTORÓMBICO. TRES EJES RECTANGULA--  
 RES DESIGUALES.
- 4.- SISTEMA TETRAGONAL. TRES EJES RECTANGULA--  
 RES, DOS DE LOS CUALES SON IGUALES PERO DI-  
 FERENTES EN LONGITUD DEL TERCERO.

- 5.- SISTEMA TRIGONAL. TRES EJES IGUALES CON LA MISMA INCLINACIÓN.
- 6.- SISTEMA HEXAGONAL. TRES EJES COPLANARES INCLINADOS A  $60^{\circ}$  CON RESPECTO A CADA UNO DE LOS OTROS Y UN CUARTO EJE DIFERENTE EN LONGITUD DE LOS OTROS TRES, PERO PERPENDICULAR A ELLOS.
- 7.- SISTEMA CÚBICO. TRES EJES RECTANGULARES IGUALES. (2,4,5,6).

#### PRINCIPIOS DE CRISTALIZACION.

LOS CRISTALES DEBERÁN SER ANALIZADOS DESDE EL PUNTO DE VISTA DE PUREZA, RENDIMIENTO, REQUERIMIENTO DE ENERGÍA, CANTIDADES DE FORMACIÓN Y CRECIMIENTO. (1,2)

#### PUREZA DE PRODUCTO.

UN CRISTAL EN SÍ ES PURO, SIN EMBARGO, AL SEPARARSE DE LA SOLUCIÓN RETIENE LICOR MADRE EN OCLUSIÓN. ESTE LICOR MADRE TIENE RASTROS DE IMPUREZAS Y SI ES SECADO JUNTO A LOS CRISTALES SE QUEDAN DICHAS IMPUREZAS CONTAMINANDO EL PRODUCTO.

EN LA PRÁCTICA, LOS CRISTALES GENERALMENTE SON CENTRIFUGADOS PARA QUITARLES EL LICOR MADRE; ESTA OPERACIÓN QUITA DEL 95 AL 97% DEL LICOR MADRE RETENIDO SIENDO

MÁS EFECTIVA PARA CRISTALES GRANDES Y UNIFORMES.

RENDIMIENTO.

EN MUCHOS CASOS EL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN ES LENTO, EL LICOR MADRE SE ENCUENTRA SUBSTANCIALMENTE A LA MISMA CONCENTRACIÓN DE SATURACIÓN DE LA SOLUCIÓN Y A LA TEMPERATURA A QUE HA ESTADO OPERÁNDOSE. EN ESTOS CASOS EL RENDIMIENTO ES CALCULADO DE LA COMPOSICIÓN DE LA SOLUCIÓN ORIGINAL Y DE LA SOLUBILIDAD DEL MATERIAL A LA TEMPERATURA DE OPERACIÓN, TOMÁNDOSE EN CUENTA, NATURALMENTE, LA EVAPORACIÓN QUE HA SIDO LLEVADA A CABO.

CUANDO EL CRECIMIENTO DE LOS CRISTALES ES LENTO HAY QUE ESPERAR UN TIEMPO CONSIDERABLE PARA LLEGAR AL EQUILIBRIO. ESTO SE CUMPLE CUANDO LA SOLUCIÓN ES MUY VIScosa O CUANDO LOS CRISTALES DEPOSITADOS EN EL FONDO DEL RECIPIENTE TIENEN MUY Poca ÁREA DE CONTACTO CON LA SOLUCIÓN. EN ESTOS CASOS EL LICOR MADRE TENDRÁ UNA SUPERSATURACIÓN Y EL RENDIMIENTO DISMINUIRÁ DEL QUE SE HABÍA MENCIONADO ANTERIORMENTE, BASADO EN LAS CURVAS DE SOLUBILIDAD.

EN CASO QUE EL PRODUCTO SEA ANHIDRO, EL RENDIMIENTO NO PRESENTA PROBLEMA, PUESTO QUE EL CRISTAL NO CONTIENE AGUA. CUANDO EL PRODUCTO SE PRESENTA HIDRATADO, DE

BERÁ TOMARSE EN CUENTA EL AGUA DE CRISTALIZACIÓN, YA QUE -  
DICHA AGUA PROVIENE DE LA SOLUCIÓN, DISMINUYENDO LA CANTI-  
DAD DE AGUA DISPONIBLE PARA DISOLVER SOLUTO.

RENDIMIENTO TEÓRICO.

PARA ENCONTRAR EL RENDIMIENTO TEÓRICO EN UN PRO-  
CESO DE CRISTALIZACIÓN, YA SEA EN FORMA ANHIDRA O HIDRATA-  
DA, PUEDE USARSE LA SIGUIENTE ECUACIÓN. (2)

$$C = R \frac{100 w_0 - S (H_0 - E)}{100 - S (R - 1)}$$

C = EL PESO DE LOS CRISTALES EN EL MAGMA FINAL

R =  $\frac{\text{PESO MOLECULAR DEL SOLUTO HIDRATADO}}{\text{PESO MOLECULAR DEL SOLUTO ANHIDRO}}$

S = SOLUBILIDAD EN PARTES POR PESO DE SOLUTO POR 100 PAR-  
TES DE DISOLVENTE.

w<sub>0</sub> = PESO DEL SOLUTO ANHIDRO AL COMIENZO DE LA OPERACIÓN.

H<sub>0</sub> = PESO DEL DISOLVENTE AL COMIENZO DE LA OPERACIÓN.

E = EVAPORACIÓN DURANTE EL PROCESO.

REQUERIMIENTOS DE ENERGÍA.

LOS EFECTOS DE CALOR EN LA CRISTALIZACIÓN SON CAL-  
CULADOS POR MEDIO DE UN BALANCE DE ENERGÍA. DICHO BALANCE

PUEDE SER CALCULADO POR DOS MÉTODOS:

- 1.- LOS EFECTOS DE CALOR INDIVIDUALES, TALES COMO CALORES SENSIBLES, CALORES LATENTES Y CALORES DE CRISTALIZACIÓN, COMBINADOS EN UNA ECUACIÓN TOTAL DE ENERGÍA.
- 2.- UN BALANCE TOTAL DE ENTALPÍAS, EN LAS CUALES LA SUMA DE TODAS LAS CORRIENTES DE SALIDA, MENOS LA SUMA TOTAL DE TODAS LAS CORRIENTES DE ENTRADA ES IGUAL AL CALOR ABSORBIDO DE FUENTES EXTERNAS POR EL PROCESO.

EN EL PRIMER MÉTODO, EL CALOR QUITADO DE LA SOLUCIÓN POR MEDIOS EXTERNOS ES IGUAL A LA SUMA DEL CALOR SENSIBLE PERDIDO EN EL ENFRIAMIENTO DE LA SOLUCIÓN Y EL CALOR REQUERIDO PARA LA FORMACIÓN DE LOS CRISTALES (CALOR DE CRISTALIZACIÓN), MENOS LAS PÉRDIDAS POR RADIACIÓN Y MENOS EL CALOR DE VAPORIZACIÓN DEL DISOLVENTE EVAPORADO DURANTE EL PROCESO.

CALOR DE CRISTALIZACIÓN.

EN UN BALANCE DE ENERGÍA PARA CRISTALIZACIÓN, EL CALOR DE CRISTALIZACIÓN ES MUY IMPORTANTE. ÉSTE ES EL CALOR LATENTE QUE ACOMPAÑA LA FORMACIÓN DE CRISTALES EN UNA -

SOLUCIÓN SATURADA. PARA LA MAYORÍA DE LAS SUBSTANCIAS EL CALOR DE CRISTALIZACIÓN ES EXOTÉRMICO Y VARÍA CON LA CONCENTRACIÓN Y TEMPERATURA.

EL CALOR DE CRISTALIZACIÓN SE RELACIONA CON EL CALOR DE DILUCIÓN DE LA SOLUCIÓN Y EL CALOR DE SOLUCIÓN DEL CRISTAL. EL CALOR DE SOLUCIÓN ES EL REQUERIDO CUANDO UNA UNIDAD MÁSCA DE SÓLIDO ES DISUELTO EN UNA GRAN CANTIDAD DE AGUA. ÉSTOS CALORES SON DADOS EN TABLAS REPORTADAS EN LA LITERATURA. (1)

LOS CALORES DE DILUCIÓN SON ESCASOS ESPECIALMENTE PARA SOLUCIONES CONCENTRADAS, GENERALMENTE SE USAN LOS VALORES NEGATIVOS DE CALORES DE SOLUCIÓN. POR LO REGULAR LOS CALORES DE SOLUCIÓN SON MUCHO MAYORES QUE LOS DILUCIÓN PUDIÉNDOSE DEPRECIAR ÉSTOS SIN INTRODUCIR UN GRAVE ERROR.

CANTIDADES DE FORMACIÓN Y CRECIMIENTO.

FORMACION.- LA FORMACIÓN DE NUEVOS CRISTALES ES LLAMADA NUCLEACIÓN. EN CUALQUIER PROCESO DE CRISTALIZACIÓN LA FORMACIÓN DE NÚCLEOS DEBERÁ ESTAR BAJO CONTROL. EN UN PROCESO INTERMITENTE ES DESEABLE FORMAR LA MAYOR CANTIDAD DE CRISTALES POSIBLE. EN UN PROCESO CONTINUO EL NÚMERO DE NÚCLEOS FORMADOS POR UNIDAD DE TIEMPO DEBERÁ SER CON--

TINUO Y UNIFORME Y DEBERÁ SER IGUAL AL NÚMERO DE CRISTALES QUE SE ESTÁN SACANDO POR UNIDAD DE TIEMPO DEL CRISTALIZADOR.

LA NUCLEACIÓN PUEDE LLEVARSE A CABO AÑADIENDO EL NÚMERO DE NÚCLEOS DESEADOS, USUALMENTE EN FORMA DE CRISTALES PULVERIZADOS, O LOS NÚCLEOS PUEDEN FORMARSE "IN SITU" POR ALGUNA DE LAS FORMAS SIGUIENTES, O ALGUNA COMBINACIÓN DE ELLAS:

- 1.- NUCLEACION ESPONTANEA EN SOLUCIONES NO SEMBRADAS.  
ESTO OCURRE SOLO CUANDO LA SOLUCIÓN HA LLEGADO A UN PUNTO DE SUPERSATURACIÓN.
- 2.- IMPACTOS MECANICOS. UNA BUENA AGITACIÓN PRODUCE CHOQUES ENTRE LOS CRISTALES O CONTRA LAS PAREDES DEL CRISTALIZADOR, PRODUCIENDO NUEVOS NÚCLEOS DE MENOR TAMAÑO QUE DESPUÉS CRECERÁN A UN TAMAÑO DESEADO.
- 3.- EFECTO CATALITICO. SI YA SE ENCUENTRAN CRISTALES, AL AUMENTAR LA CONCENTRACIÓN DE LA SOLUCIÓN AUMENTA RÁPIDAMENTE LA FORMACIÓN DE NUEVOS CRISTALES, ES DECIR, QUE DESPUÉS DE COMENZAR LA NUCLEACIÓN AUMENTA RÁPIDAMENTE EL NÚMERO DE CRISTALES.
- 4.- VARIACIONES LOCALES DE CONCENTRACION, LA NUCLEA--

CIÓN GENERALMENTE OCURRE EN ZONAS DEL CRISTALIZA--  
 DOR DEBIDO PRINCIPALMENTE A GRADIENTES DE TEMPERA--  
 TURA QUE PRODUCEN TAMBIÉN VARIACIONES DE CONCENTRA--  
 CIÓN. ASÍ, CERCA DE LAS PAREDES DEL CRISTALIZADOR  
 HAY TRANSFERENCIA DE CALOR CON EL EXTERIOR, PRODU--  
 CIENDO UN CAMBIO DE SOLUBILIDAD EN LA SOLUCIÓN. -  
 LA EVAPORACIÓN TAMBIÉN CAUSA DIFERENCIAS DE CONCEN--  
 TRACIONES EN LA SUPERFICIE DEL LÍQUIDO PRODUCIENDO  
 MAYOR NUCLEACIÓN EN ESTA ZONA.

ES IMPORTANTE QUE BAJO CONDICIONES ADECUADAS, LA -  
 NUCLEACIÓN SEA LLEVADA A CABO EN SOLUCIONES PURAS, ENTEN--  
 DIENDO POR PURAS QUE NO LLEVEN CRISTALES O PARTÍCULAS SÓLI--  
 DAS. SI LA SOLUCIÓN TIENE PARTÍCULAS SÓLIDAS, YA SEAN PE--  
 QUEÑOS CRISTALES AÑADIDOS PREVIAMENTE, O POLVO, SE FORMAN  
 TAMBIÉN CRISTALES, LLAMANDO A ESTAS SOLUCIONES "SOLUCIO--  
 NES SEMBRADAS". EN LA PRÁCTICA SON LAS MÁS IMPORTANTES, -  
 EXCEPTO PARA LOS CRISTALIZADORES CERRADOS EN LOS CUALES --  
 LAS CONDICIONES DE SUPERSATURACIÓN PUEDEN SER LLEVADAS A -  
 CABO POR CALENTAMIENTO.

FORMAS DE CREAR SUPERSATURACIÓN.

EL EQUIPO DE CRISTALIZACIÓN ES ESCOGIDO EN BASE  
 A LA SUBSTANCIA CON QUE SE VA A TRABAJAR. COMO YA SE HA--

BÍA MENCIONADO, LA CARACTERÍSTICA PRINCIPAL EN LOS CRISTALIZADORES ES CREAR UNA SOLUCIÓN SUPERSATURADA PARA PODER PROVOCAR LA CRISTALIZACIÓN. EXISTEN SOLUTOS, COMO LA SAL COMÚN, QUE TIENEN UNA SOLUBILIDAD CASI INDEPENDIENTE DE LA TEMPERATURA, Y OTROS, COMO SULFATO DE SODIO ANHIDRO Y CARBONATO DE SODIO MONOHIDRATADOS, QUE TIENEN UNA SOLUBILIDAD INVERTIDA, O SEA QUE SU SOLUBILIDAD AUMENTA AL DISMINUIR LA TEMPERATURA. PARA PODER CRISTALIZAR ESTAS SUBSTANCIAS SE TIENE QUE USAR UN EQUIPO DE EVAPORACIÓN, CREANDO ASÍ LA SUPERSATURACIÓN.

OTROS MATERIALES, COMO LAS SALES DE EPSON Y -- GLAUBER, SON MENOS SOLUBLES A BAJAS TEMPERATURAS Y ENFRIANDO SIN EVAPORACIÓN ES POSIBLE LLEGAR A LA SUPERSATURACIÓN Y CRISTALIZAR. HAY CASOS QUE UNA COMBINACIÓN DE EVAPORACIÓN Y ENFRIAMIENTO SE USA CON MUY BUENOS RESULTADOS.

EQUIPO DE CRISTALIZACIÓN.

ATENDIENDO A LAS FORMAS ANTERIORES DE CREAR SUPERSATURACIÓN SE PUEDEN CLASIFICAR LOS EQUIPOS DE CRISTALIZACIÓN EN LA SIGUIENTE MANERA: (1,2)

1.- SUPERSATURACIÓN PRODUCIDA POR ENFRIAMIENTO SIN APRECIABLE EVAPORACIÓN. COMO EJEMPLOS SE TIENEN LOS TANQUES CRISTALIZADORES, LOS CRISTALIZADORES SWENSON-WALKER

Y LOS DE ENFRIAMIENTO KRYSTAL.

2.- SUPERSATURACIÓN PRODUCIDA POR EVAPORACIÓN.  
DE ESTE TIPO SE ENCUENTRAN LOS CRISTALIZADORES DE EVAPORACIÓN KRYSTAL.

3.- EVAPORACIÓN COMBINADA CON ENFRIAMIENTO ADIABÁTICO, COMO LOS CRISTALIZADORES DE VACÍO SWENSON Y LOS CRISTALIZADORES DE VACÍO TIPO KRYSTAL.

EL CRISTALIZADOR ESCOGIDO PARA ESTE TRABAJO DE TESIS ES DE TIPO KRYSTAL Y A CONTINUACIÓN SE DETALLA EL FUNCIONAMIENTO DE ALGUNOS DE ELLOS. (2,3).

#### CRISTALIZADOR DE ENFRIAMIENTO KRYSTAL (FIG. 1).

ESTE CRISTALIZADOR PROVOCA PRIMERO UNA SUPERSATURACIÓN SIN NUCLEACIÓN Y AL LLEGAR A ESTE PUNTO PRODUCE LA NUCLEACIÓN Y CRECIMIENTO DE LOS CRISTALES. EN LA FIGURA 1, LA SOLUCIÓN CIRCULA A TRAVÉS DEL ENFRIADOR F, PARA PRODUCIR SUPERSATURACIÓN. LA SOLUCIÓN SUPERSATURADA PASA POR EL TUBO T HASTA EL FONDO DEL TANQUE O EN EL CUAL CRECEN LOS CRISTALES. LA ALIMENTACIÓN SE HACE EN A SIGUIENDO LA TRAYECTORIA DEL DIAGRAMA.

#### CRISTALIZADOR DE EVAPORACIÓN KRYSTAL (FIG. 2).

EN ESTE EQUIPO LA SUPERSATURACIÓN ES LOGRADA --

POR EVAPORACIÓN. LA SOLUCIÓN PASA A TRAVÉS DEL CAMBIADOR DE CALOR C EL CUAL ES CALENTADO CON VAPOR. AL LLEGAR AL PUNTO DE EBULLICIÓN, EL VAPOR LLENA EL TANQUE A Y SALE A UN CONDENSADOR U. LA SOLUCIÓN SUPERSATURADA BAJA POR EL TUBO T, Y EN EL TANQUE E SE PRODUCE LA CRISTALIZACIÓN. LA ALIMENTACIÓN A' SE HACE ANTES DE ENTRAR AL CAMBIADOR DE CALOR Y SE MEZCLA CON LA SOLUCIÓN QUE SALE DEL TANQUE E FORZANDO LA RECIRCULACIÓN LA BOMBA B. EN LA PARTE INFERIOR DEL TANQUE E SE TIENE LA DESCARGA DE LOS CRISTALES M.

#### CRISTALIZADOR DE VACÍO KRYSTAL.

LA FORMA DEL APARATO ES SIMILAR AL DE EVAPORACIÓN. EL MODO DE OPERARSE ES EL QUE DIFIERE, EN ESTE CASO LA ALIMENTACIÓN SE HACE EN CALIENTE Y EL TUBO POR DONDE SALÍA EL CONDENSADO ES CONECTADO A UN SISTEMA DE VACÍO QUE PRODUCE EL ENFRIAMIENTO Y, POR LO TANTO, LA SUPERSATURACIÓN PARA PODER CRISTALIZAR.

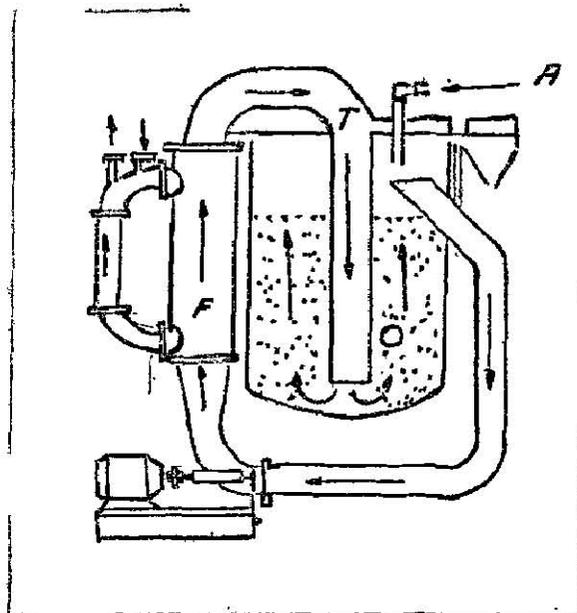


FIGURA 1  
CRISTALIZADOR DE ENFRIAMIENTO.

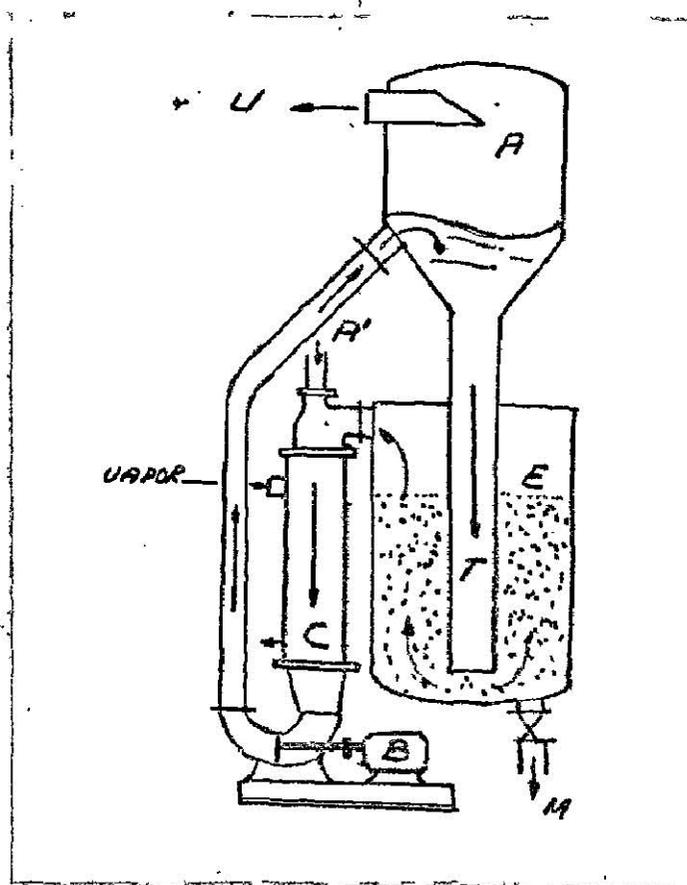


FIGURA 2  
CRISTALIZADOR DE EVAPORACION.

## EQUIPO EXPERIMENTAL

EL EQUIPO EXPERIMENTAL EMPLEADO EN ESTE TRABAJO CONSISTIÓ DE LOS SIGUIENTES ELEMENTOS: (VER FIGURA 3).

- 1.- CRISTALIZADOR TIPO KRYSTAL DE DOS RECIPIENTES CILÍNDRICOS DE 25 Y 30 CM DE DIÁMETRO CON FONDO CÓNICO. MATERIAL USADO: LÁMINA DE ACERO INOXIDABLE CALIBRE #16; CAPACIDAD TOTAL: 26 LITROS (L Y M).
- 2.- CAMBIADOR DE CALOR DE UN SOLO PASO, CONCHA EXTERIOR DE 5.12 CM DE DIÁMETRO, CÉDULA 40, CON 7 TUBOS DE 0.64 CM DE DIÁMETRO, CÉDULA 40, DE 30 CM DE LARGO (H).
- 3.- RECIPIENTE CILÍNDRICO DE LÁMINA GALVANIZADA DE 45 LITROS DE CAPACIDAD, PARA ALMACENAMIENTO DE SOLUCIÓN (Q).
- 4.- CONDENSADOR DE UN SOLO PASO CON 36 TUBOS DE 1.25 CM DE DIÁMETRO Y CONCHA DE 20 CM DE DIÁMETRO Y 100 CM DE LARGO (P).
- 5.- BOMBA DE VACÍO MARCA NASH HYTOR, TIPO L (N).
- 6.- LÍNEA DE VAPOR DE 2.02 CM DE DIÁMETRO PROVISTO DE UN MANÓMETRO MARCA U.S.G. DE 0-11  $\text{Kg/cm}^2$  Y DE UNA TRAMPA DE VAPOR A LA SALIDA. (I, F).
- 7.- 2 VÁLVULAS DE ACERO INOXIDABLE DE 6.3 MM PARA 8  $\text{Kg/cm}^2$  (K, T).

- 8.- 2 VÁLVULAS HUSKY DE COMPUERTA CON ASIENTO DE NEOPRENO DE 25 MM (D Y E).
- 9.- TERMÓMETRO 6360 B. K. 200°C DE 51X152 MM (J).
- 10.- TERMÓMETRO 6360 B. K. 200°C DE 76X229 MM (C).
- 11.- BOMBA CENTRÍFUGA MARCA EASTERN B1 DE ACERO INOXIDABLE 115 VOLTS C.D. (G).
- 12.- PLACAS DE AISLANTES DE LANA MINERAL DE 2,56 CM DE ESPESOR X 62,5 CM DE ANCHO X 125 CM DE LARGO, CON UNA DENSIDAD DE 3 LIBRAS POR PIE CÚBICO, ARMADAS CON METAL DESPLEGADO RECOMENDADO PARA 630°C COMO TEMPERATURA MÁXIMA (U).

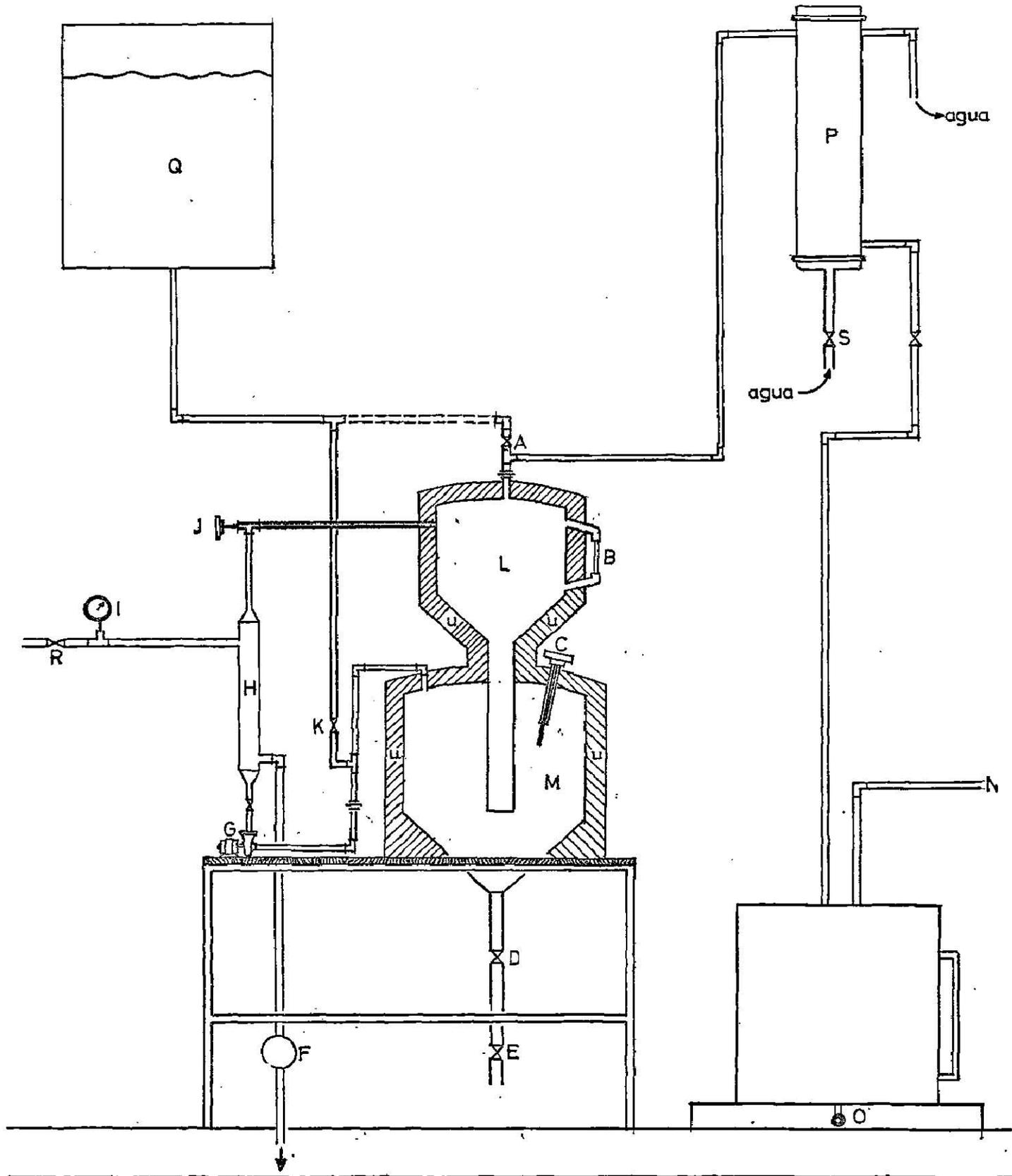


FIGURA 3

DIAGRAMA DEL EQUIPO EXPERIMENTAL

## PROCEDIMIENTO

LA PARTE EXPERIMENTAL DE ESTE TRABAJO CONSISTIÓ, COMO PRIMERA PARTE, DETERMINAR LA CAPACIDAD DE EVAPORACIÓN DEL CRISTALIZADOR USANDO AGUA DESTILADA Y, COMO SEGUNDA -- PARTE, EN DETERMINAR LA CAPACIDAD DE CRISTALIZACIÓN Y EVÁ-- PORACIÓN USANDO UNA SOLUCIÓN DE SULFATO DE SODIO,

FORMA DE OPERARSE EL CRISTALIZADOR.

HACIENDO REFERENCIA A LA FIGURA 3, PRIMERO SE -- LLENA EL RECIPIENTE Q A SU CAPACIDAD MÁXIMA. DEL RECIPIEN-- TE Q SE PASA LA SOLUCIÓN AL CRISTALIZADOR CONECTADO POR ME-- DIO DE UNA MANGUERA FLEXIBLE A LA VÁLVULA A (LÍNEA PUNTEA-- DA FIG. 3). PARA AYUDAR A SALIR EL AIRE QUE TIENE EL CRIS-- TALIZADOR, SE QUITA EL TERMÓMETRO J Y SE ABRE LA VÁLVULA A HASTA QUE EL LÍQUIDO LLEGUE AL NIVEL MARCADO B. TODA ESTA PARTE SE HACE SIN ACCIONAR LA BOMBA Y DEJANDO TAMBIÉN - -- ABIERTA LA VÁLVULA K.

SE CIERRAN LAS VÁLVULAS A Y K Y SE CAMBIA LA MAN-- GUERA DE A A K. SE ABRE DESPUÉS A Y SE PONE EL TERMÓMETRO J. SE ACCIONA LA BOMBA (G) Y SE ABRE LA VÁLVULA R PARA DE-- JAR PASAR EL VAPOR.

SE DEJA TRABAJAR APROXIMADAMENTE 20 MINUTOS HAS--

TA QUE EMPIECE A EVAPORAR. SE ABRE LA VÁLVULA S, SE CIERRA LA VÁLVULA A Y EL VAPOR DESPUÉS DE SER CONDENSADO EN P SE RECOGE EN O.

LOS CRISTALES FORMADOS SE EXTRAEN ACCIONANDO LAS VÁLVULAS D Y E.

SI SE QUIERE TRABAJAR EN UN PROCESO INTERMITENTE LA VÁLVULA K PERMANECERÁ CERRADA, PERO PUEDE ABRIRSE PARA ADMITIR UN VOLUMEN DE SOLUCIÓN IGUAL A LA CANTIDAD EVAPORADA PARA MANTENER UN NIVEL CONSTANTE EN EL CRISTALIZADOR, HACIENDO UN PROCESO SEMI-INTERMITENTE. POR EL CONTRARIO, SI EL PROCESO FUERE CONTÍNUO LA VÁLVULA K SE ABRIRÁ REGULANDO EL FLUJO DE ENTRADA, EL CUAL DEPENDE DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN.

AL TERMINAR UN EXPERIMENTO Y YA NO SE VA USAR MAS EL CRISTALIZADOR DEBE LAVARSE COMPLETAMENTE CON AGUA.

PARA LA PRIMERA PARTE EXPERIMENTAL, LA CAPACIDAD DE EVAPORACIÓN SE DETERMINÓ DE LA SIGUIENTE FORMA:

SE LLENÓ EL CRISTALIZADOR CON AGUA DESTILADA HASTA LA MARCA DEL NIVEL B. DESPUÉS, SE ACCIONÓ LA BOMBA Y SE ABRIÓ LA VÁLVULA DE LA LÍNEA DE VAPOR PARA TENER UNA PRESIÓN DE  $4 \text{ Kg/cm}^2$ . LA TEMPERATURA EN EL CRISTALIZADOR FUÉ DE  $103^{\circ}\text{C}$  A LA SALIDA DEL CAMBIADOR Y DE  $66^{\circ}\text{C}$  EN EL RECIPIEN

TE, CUANDO SE LLEGÓ A REGIMEN CONSTANTE SE OPERÓ A DISTINTOS TIEMPOS Y SE MIDió EL EVAPORADO EN O Y, PARA COMPROBAR, SE ABRIó K LLENÁNDOSE EL CRISTALIZADOR AL NIVEL INICIAL, CERRANDO K Y MIDIENDO LA CANTIDAD DE AGUA REQUERIDA PARA ALCANZAR DICHO NIVEL.

EN LA SEGUNDA PARTE PARA DETERMINAR LA CAPACIDAD DE CRISTALIZACIÓN SE USó UNA SOLUCIÓN SATURADA DE SULFATO DE SODIO\* SE OPERó EN LA MISMA FORMA ANTERIOR, SIENDO EL TIEMPO PARA EMPEZAR A EVAPORAR UN POCO MAYOR, APROXIMADAMENTE 25 MINUTOS, SE TRABAJó PRIMERO COMO PROCESO INTERMITENTE Y DESPUÉS COMO PROCESO CONTÍNUO. SE TOMARON MUESTRAS CADA 10 MINUTOS MIDIENDO TAMBIÉN EL EVAPORADO PARA EL TIEMPO TOTAL DE CADA EXPERIMENTO. SE HICIERON PRUEBAS A  $4 \text{ kg/cm}^2$  DE PRESIÓN EN EL VAPOR. LA TEMPERATURA DE EBULLICIÓN FUE DE  $106-107^\circ\text{C}$  Y REGISTRÁNDOSE EN EL RECIPIENTE UNA TEMPERATURA DE  $62$  A  $68^\circ\text{C}$ .

SE PRESENTARON PROBLEMAS DE OBSTRUCCIÓN EN LOS DUCTOS DE CIRCULACIÓN DE LA SOLUCIÓN. EN EL APÉNDICE SE DESCRIBE LA FORMA DE RESOLVER ESTE PROBLEMA.

\* VER APÉNDICE.

## DATOS EXPERIMENTALES

### PARTE 1A. CAPACIDAD DE EVAPORACION.

TABLÁ I.

SE TRABAJÓ CON AGUA DESTILADA A UNA PRESIÓN EN LA LÍNEA DE VAPOR DE  $4 \text{ Kg/cm}^2$ , CIRCULACIÓN MÁXIMA, EN DONDE  $T_1$  ES LA TEMPERATURA DE LA SOLUCIÓN EN EL RECIPIENTE Y  $T_2$  ES LA TEMPERATURA DE LA SOLUCIÓN AL SALIR DEL CAMBIADOR DE CALOR. EL TIEMPO SE TOMÓ A PARTIR DE QUE EMPEZÓ LA EVAPORACIÓN.

EXPERI- MENTO (NÚMERO)	TIEMPO (MIN.)	$T_1$ ( °C )	$T_2$ ( °C )	EVAPORADO TOTAL (LTS)	EVAPORADO MINUTO (LTS/MIN)
1	10	60	100.5	0.9	0.09
2	10	63	101	1.1	0.11
3	10	65	101	1.1	0.11
4	15	60	101	1.96	0.128
5	15	64	101	1.95	0.127
6	15	66	101	1.96	0.128
7	20	60	100	2.85	0.141
8	20	65	101	2.80	0.140
9	20	66	102	2.95	0.146
10	25	60	101	3.60	0.144
11	25	66	103	3.55	0.142
12	25	66	103	3.60	0.144

## PARTE 2A. CAPACIDAD DE CRISTALIZACION.

TABLA II

SE TRABAJÓ CON UNA SOLUCIÓN DE SULFATO DE SODIO. A UNA PRESIÓN EN LA LÍNEA DE VAPOR DE  $4 \text{ Kg/cm}^2$ . SE USÓ -- CIRCULACIÓN MÁXIMA. A UNA TEMPERATURA  $T_1$  EN EL RECIPIENTE DE  $60-70^\circ\text{C}$  Y UNA TEMPERATURA  $T_2$  A LA SALIDA DEL CAMBIADOR DE  $106-107^\circ\text{C}$ . LA FORMA DE OBTENER EL PESO DE LOS CRISTA-- LES FUE LA SIGUIENTE: SE TOMARON MUESTRAS DE 750 MILILI-- TROS, SE DEJARON REPOSAR, SE FILTRARON, SECARON Y PESARON, EL TIEMPO SE COMENZÓ A CONTAR AL COMENZAR LA EVAPORACIÓN.

MUESTRA NÚMERO =====	TIEMPO MIN. =====	$T_1$ °C ===	$T_2$ °C ===	PESO DE CRISTALES SE COS CADA 10 MIN. GRAMOS =====
1	10	62	106	83.
2	20	62	106	62
3	30	63	106	70
4	40	65	106	93
5	50	66	106	68
6	60	66	106	76.
7	70	67	106	86
8	80	67	107	81
9	90	67	107	69

TABLA III

SE TRABAJÓ CON UNA SOLUCIÓN DE SULFATO DE SODIO, A UNA PRESIÓN EN LA LÍNEA DE VAPOR DE  $4 \text{ KG/CM}^2$ . SE EFECTUÓ CON CIRCULACIÓN MÁXIMA A UNA TEMPERATURA  $T_1$ , EN RECIPIENTE DE  $60-70^\circ\text{C}$ . Y UNA TEMPERATURA  $T_2$  A LA SALIDA DEL CAMBIADOR DE  $106-107^\circ\text{C}$ . LA MANERA DE OBTENER EL PESO DE LOS CRISTALES FUÉ: SE VACIÓ EL CONTENIDO DEL CRISTALIZADOR EN UN RECIPIENTE, SE DEJÓ REPOSAR, SE FILTRARON, SE SECARON Y PESARON. EL TIEMPO SE MIDIÓ AL COMENZAR A EVAPORAR Y SE HIZO A RÉGIMEN DE ALIMENTACIÓN CONTÍNUO.

EXPERI- MENTO - NÚMERO	TIEMPO MINUTOS	$T_1$ $^\circ\text{C}$	$T_2$ $^\circ\text{C}$	EVAPORA DO TOTAL LITROS (A $30^\circ\text{C}$ )	PESO CRIS TALES - REAL KG	PESO CRIS TALES TEO. KG	RENDI MIEN- TO %
=====	=====	==	==	=====	=====	=====	=====
1	60	63	106	6.8	2.450	3.400	72
2	60	62	106	6.5	2.100	3.250	68
3	90	64	106	9.8	3.850	4.900	78
4	180	68	107	20.8	7.800	10.4	75

FIGURA 4

GRAFICA DE CAPACIDAD DE CRISTALIZACION

DE  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

PRESION EN LA LINEA DE VAPOR =  $4 \text{ kg/cm}^2$

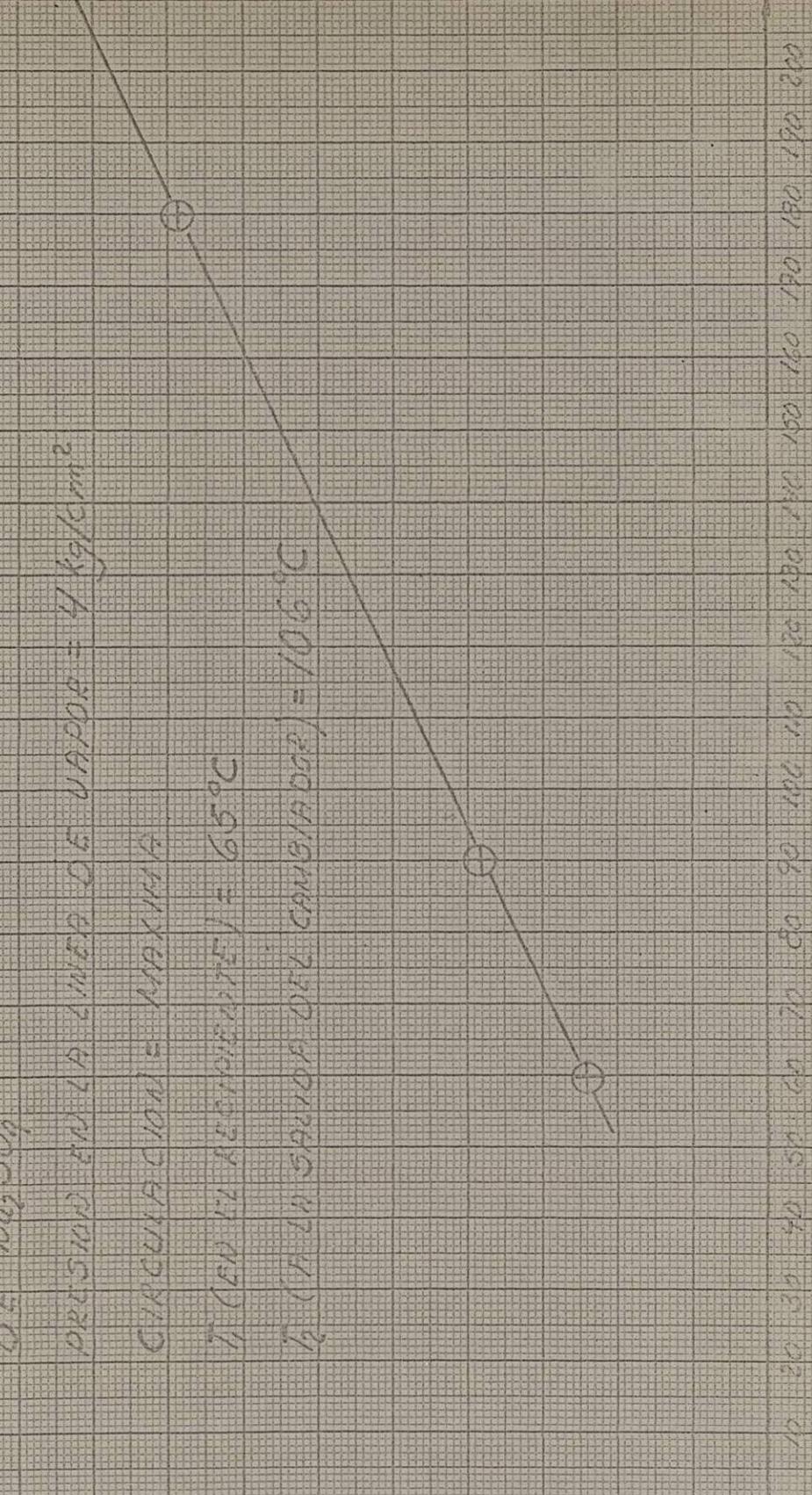
CIRCULACION = MAXIMA

$T_1$  (EN EL RECIPIENTE) =  $65^\circ\text{C}$

$T_2$  (A LA SALIDA DEL CAMBIADOR) =  $106^\circ\text{C}$

CRISTALES (KILOGRAMOS)

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10



TIEMPO (MINUTOS)

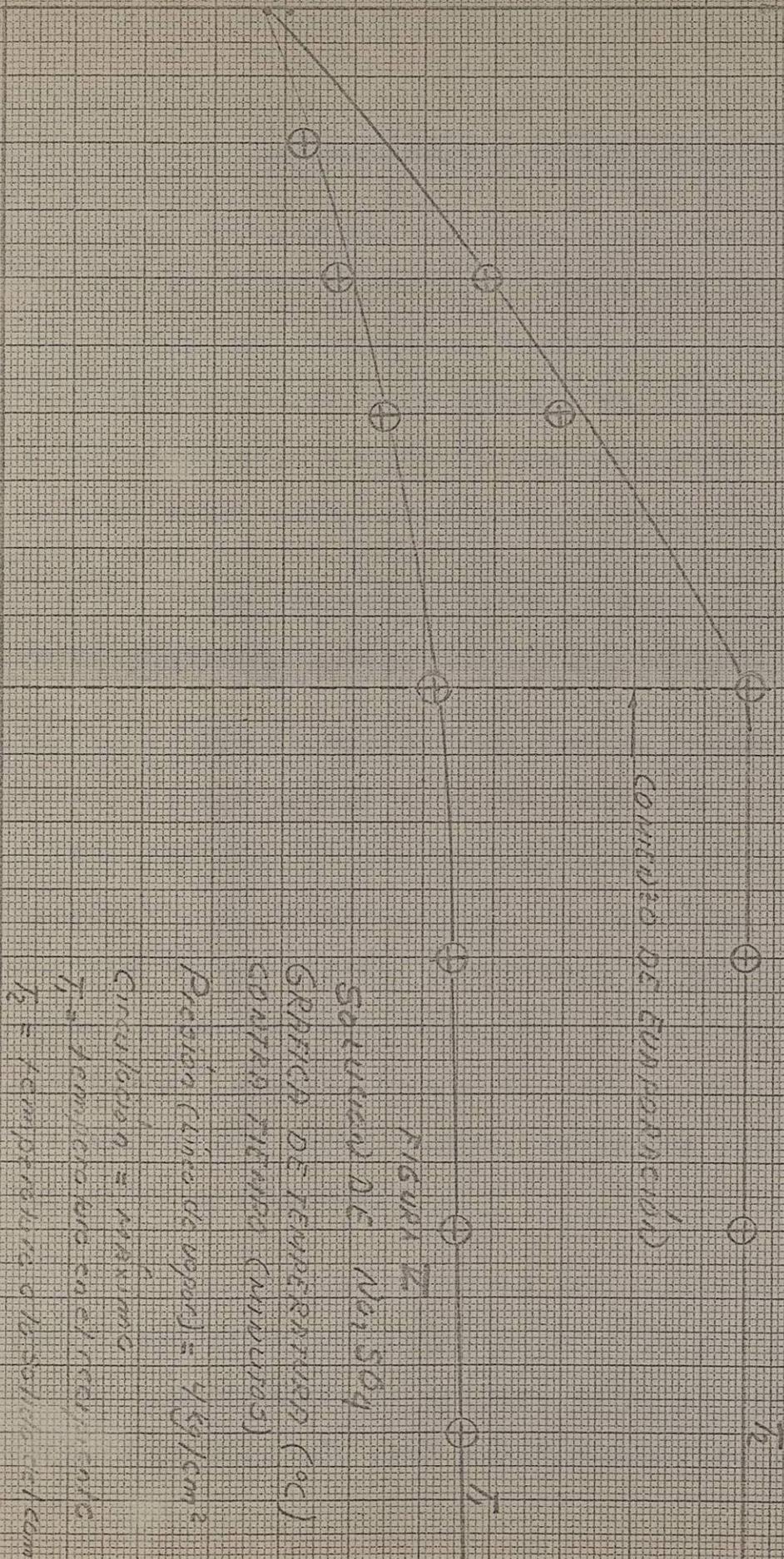
TEMPERATURA EN GRADOS CENTIGRADOS

0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 110

60  
50  
40  
30  
20  
10  
0

Temperatura

40  
30  
20  
10  
0



Temperatura de ebullición

FIGURA 2

SOLUCION DE NOISEY

GRAFICA DE TEMPERATURA (°C)

CONTRA ALTURA (Metros)

Presión (nivel de agua) = 4 kg/cm<sup>2</sup>

Circulo = máximo

T<sub>1</sub> = temperatura en el recipiente

T<sub>2</sub> = temperatura a 10551 m del nivel del mar

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

ANALIZANDO LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS EN EL EQUIPO USADO SE CONCLUYE QUE SON ACEPTABLES, YA QUE RINDIÓ UNA EFICIENCIA PROMEDIO DE 70%. EN LA INDUSTRIA ESTA EFICIENCIA ES MAYOR Y ES DEBIDO PRINCIPALMENTE A QUE LA CRISTALIZACIÓN ES UNA OPERACIÓN UNITARIA QUE DA MEJORES RESULTADOS HACIÉNDOSE EN GRAN ESCALA.

LAS CAUSAS PRINCIPALES QUE EN LA INDUSTRIA TENGAN MAYOR RENDIMIENTO SON:

1.- ES MUY DIFÍCIL QUE SE TENGAN LAS SOLUCIONES PURAS, YA QUE DEBIDO A SU GRAN CANTIDAD Y QUE GENERALMENTE FUERON TRATADAS EN VARIOS PROCESOS ANTERIORMENTE, LLEGAN AL MOMENTO DE CRISTALIZARSE CON IMPUREZAS QUE ACTÚAN COMO AGENTES DE NUCLEACIÓN, AUMENTANDO EL RENDIMIENTO PERO BAJANDO LA CALIDAD DEL PRODUCTO. EN EL CASO DE EQUIPO DE LA LABORATORIO, LA SOLUCIÓN QUE SE CRISTALIZÓ FUE PREPARADA EXPRESAMENTE CON DICHO OBJETO, TOMÁNDOSE PRECAUCIONES PARA QUE NO SE CONTAMINARA.

2.- EN LA INDUSTRIA LOS RECIPIENTES DE CRISTALIZACIÓN SON DE VOLUMEN MUY GRANDE Y LA CIRCULACIÓN DE LA SOLUCIÓN CON RESPECTO AL VOLUMEN TOTAL ES PEQUEÑA, EN CONSECUENCIA LA SOLUCIÓN ESTÁ PRÁCTICAMENTE EN REPOSO Y PUEDEN

FORMARSE CRISTALES GRANDES CON FACILIDAD. EN EL EQUIPO --  
USADO EN EL LABORATORIO LA CIRCULACIÓN ES MUY GRANDE PARA  
EL VOLUMEN DE LA SOLUCIÓN, LO CUAL IMPIDE LA FORMACIÓN DE  
CRISTALES GRANDES. ESTA ES LA PRINCIPAL RAZÓN PARA QUE --  
EL RENDIMIENTO SE BAJARA AL 70%, YA QUE SE MOVÍA DEMASIA--  
DO LA SOLUCIÓN Y NO DEJABA CRECER LOS CRISTALES. OTRA CAU--  
SA QUE BAJÓ EL RENDIMIENTO FUÉ QUE EL SULFATO DE SODIO --  
ANHIDRO TIENE LA SOLUBILIDAD INVERTIDA Y LOS CRISTALES FOR--  
MADOS AL PASAR A LA PARTE INFERIOR DEL CRISTALIZADOR QUE --  
SE ENCUENTRA MAS FRÍA TIENDEN A DISOLVERSE.

REFIRIÉNDOSE AL EQUIPO USADO SE HACEN LAS SI-- --  
GUIENTES RECOMENDACIONES:

1.- PARA AUMENTAR LA CAPACIDAD DE OPERACIÓN SE--  
RÍA RECOMENDABLE CAMBIAR EN EL CRISTALIZADOR LA SALIDA DEL  
EVAPORADO A TUBERÍA DE 25 MM EN VEZ DE 6 MM. CON ESTO SE  
CONSIGUE QUE EL AGUA EVAPORADA FLUYA MÁS FÁCILMENTE HACIA  
EL CONDENSADOR.

2.- LOS CRISTALES OBTENIDOS, AL SECARSE FORMARON  
MASAS NO UNIFORMES, LO CUAL REQUERIRÍA UNA MOLIENDA FINAL  
PARA UNA MEJOR PRESENTACIÓN DEL PRODUCTO, O SECAR LOS CRIS--  
TALES EN UN SECADOR ROTATORIO CONTÍNUO PARA EVITAR AGLUTI--  
NACIÓN DE LOS MISMOS.

3.- EN RESUMEN, EL FUNCIONAMIENTO DEL CRISTALIZADA  
DOR ES CORRECTO, SALVO QUE HAY QUE ESPERAR UN TIEMPO PARA  
QUE LA SOLUCIÓN, YA FUERA DEL CRISTALIZADOR, SE MANTENGA  
EN RÉPOSO Y SE FORMEN CRISTALES DE MAYOR TAMAÑO.

## BIBLIOGRAFIA

- 1.- PERRY, J.H. EDITOR. "CHEMICAL ENGINEERS' HANDBOOK", -  
4A. ED. P.17-7 MCGRAW-HILL BOOK COMPANY, INC., NEW --  
YORK, 1963.
- 2.- MCCABE W.L. Y J.C. SMITH "UNIT OPERATIONS OF CHEMICAL  
ENGINEERING" P.804-835, MCGRAW-HILL BOOK COMPANY, INC.  
NEW YORK, 1960.
- 3.- BROWN G.G. Y ET AL "UNIT OPERATIONS" 7A. ED. P.493- -  
501, MCGRAW-HILL BOOK COMPANY, INC. 1956.
- 4.- MCPHERSON W., W.E. HENDERSON Y E. MACK JR. "CHEMISTRY,  
A TEXT BOOK FOR COLLEGES" P. 128-132, GINN AND COMPANY,  
NEW YORK, 1940.
- 5.- LUDER W.F., A.A. VERNON Y S. TUFFANTY, "GENERAL CHEMIS  
TRY" 2A. ED. P. 23, 147-153. W.B. SAUNDERS CO., PHILA  
DELPHIA, 1959.
- 6.- FREY, P.R. "COLLEGE CHEMISTRY" 2A. ED. P. 76-80, PREN-  
TICE HALL INC., NEW JERSEY, 1958.

## APENDICE

### SOLUBILIDAD DEL SULFATO DE SODIO ANHIDRO.

T <sup>o</sup> C	SOLUBILIDAD GR NA <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /100 GR DE AGUA.
40 - - - - -	48.8
50 - - - - -	46.7
60 - - - - -	45.3
70 - - - - -	....
80 - - - - -	43.7
90 - - - - -	....
100 - - - - -	42.5

FORMA DE PREPARARSE LA SOLUCIÓN SATURADA DE SULFATO DE SODIO.  
SE PREPARAN 30 LITROS DE AGUA DESTILADA. POR CADA LITRO SE AGREGAN 488 GR. DE SULFATO DE SODIO, LENTAMENTE Y CON AGITACIÓN. LA DISOLUCIÓN ES EXOTÉRMICA, POR LO QUE LA TEMPERATURA SE ELEVA APROXIMADAMENTE 10<sup>o</sup>C.

FORMA DE DESTAPARSE LOS CONDUCTOS DE CIRCULACIÓN.

- 1.- QUITAR EL TERMÓMETRO J Y PROBAR SI LA BOMBA TRABAJA BIEN HASTA ESE PUNTO, MANIFESTÁNDOSE PORQUE SALE UN FLUJO - - CONSTANTE DE LÍQUIDO. EN ESTE CASO EL TAPÓN QUEDA EN EL TRAMO RECTO QUE REGRESA EL RECIRCULADO AL RECIPIENTE Y - SE PUEDE DESTAPAR FACILMENTE CON UNA VARILLA.

- 2.- EN EL CASO QUE LA BOMBA NO TRABAJE, QUITAR LA UNIÓN UNIVERSAL DE LA TUBERÍA Y VER SI EL TAPÓN ESTÁ EN UN TRAMO DE ÉSOS. SI LO ESTÁ, SE QUITA EL TRAMO TAPADO Y SE LIMPIA CON LA VARILLA.
- 3.- SI EL TAPÓN SE ENCUENTRA EN LA BOCA DE SALIDA DE LA BOMBA, O A LA ENTRADA DEL CAMBIADOR, HAY QUE QUITAR EL CAMBBIADOR, COMENZANDO POR DESCONECTAR LAS TUBERÍAS DE ENTRADA Y SALIDA DEL VAPOR. DESPUÉS QUITAR LOS 4 TORNILLOS QUE LO UNEN CON LA BOMBA. YA SEPARADO EL CAMBIADOR, INYECTARLE --AGUA, DESPUÉS AIRE A PRESIÓN HASTA QUE FLUYA LIBREMENTE EL AIRE. ES CONVENIENTE LAVAR CON AGUA EL CAMBIADOR POR ALGÚN TIEMPO. AL TIEMPO DE COLOCAR LAS TUBERÍAS HAY QUE PONERLE PINTURA SELLADORA EN TODAS LAS UNIONES PARA EVITAR FUGAS.

