



CONCEPTUALIZACIÓN DE UN PROCESO DE DESTILACIÓN AZEOTRÓPICA PARA EL DESPLAZAMIENTO DEL AZEÓTROPO DEL SISTEMA ÁCIDO NÍTRICO/AGUA.

**DENNIS DEL CARMEN CASTRO ORTEGA
MARIO DANIEL OJEDA CUELLO**

RODRIGO RICARDO PAREDES
DIRECTOR

INGENIERÍA QUÍMICA 2012



AGRADECIMIENTOS

Queremos agradecer en primer lugar a Dios, por permitirnos terminar éste trabajo en el tiempo esperado.

A nuestro tutor, el Ingeniero Rodrigo Ricardo Paredes por su asesoría, confianza y colaboración durante todo el proceso.

Al personal de los laboratorios de la Universidad de Cartagena, por su colaboración y disposición de los equipos necesarios.

Finalmente, a nuestros padres, familiares y amigos por su paciencia y apoyo constante.

CONTENIDO

RESUMEN	9
ABSTRACT	10
INTRODUCCIÓN	11
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	12
2. JUSTIFICACIÓN.....	14
3. OBJETIVOS.....	15
3.1. OBJETIVO GENERAL.	15
3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.	15
4. MARCO REFERENCIAL	16
4.1. ESTADO DEL ARTE.....	16
4.2. ANTECEDENTES.	16
4.3. MARCO TEÓRICO.....	18
4.3.1. ÁCIDO NÍTRICO.....	18
4.3.2. DESTILACIÓN AZEOTRÓPICA.	23
5. METODOLOGÍA	26
6. RESULTADOS	33
7. CONCLUSIONES	54
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 4.1. Propiedades físicas del ácido nítrico.....	20
Tabla 5.1. Tabla de variables.....	28
Tabla 5.2. Desarrollo experimental.....	31
Tabla 6.1. Datos experimentales de equilibrio líquido – vapor del sistema $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$	33
Tabla 6.2. Resultados de la titulación.....	38
Tabla 6.3. Resultados generales del proceso.....	38
Tabla 6.4. Balance de materia para la corriente de alimentación.....	40
Tabla 6.5. Balance de materia para la corriente de destilado.....	40
Tabla 6.6. Balance de materia para la corriente de fondos.....	40
Tabla 6.7. Datos relevantes obtenidos a partir de la simulación de la columna <i>Shortcut</i>	41
Tabla 6.8. Balance de materia para la corriente de alimentación de la columna de platos.....	42
Tabla 6.9. Balance de materia para la corriente de destilado de la columna de platos.....	42
Tabla 6.10. Balance de materia para la corriente de fondos de la columna de platos.....	42
Tabla 6.11. Valores de concentración en fase líquida de los componentes a través de la torre.....	43

Tabla 6.12. Valores de la concentración de ácido nítrico en el destilado con diferentes platos de alimentación.....	45
Tabla 6.13. Variación de la concentración de ácido nítrico en el destilado con diferentes relaciones de reflujo.....	46
Tabla 6.14. Variación de la concentración de ácido nítrico destilado con el número de platos.....	47
Tabla 6.15. Variación de la composición de salida de las corrientes de productos finales con la razón másica inicial.....	49
Tabla 6.16. Variación de la eficiencia del ácido nítrico y la razón másica inicial.....	51

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 4.1. Proceso <i>Otswald</i> para la producción de ácido nítrico.....	18
Figura 4.2. Datos de equilibrio para el sistema benceno – tolueno a 101.325 kPa (1 atm).....	25
Figura 4.3. Diagramas de equilibrio del punto de ebullición.....	26
Figura 5.1. Montaje de laboratorio para destilación azeotrópica.....	29
Figura 5.2. Sistema de refrigeración improvisado	29
Figura 6.1. Diagrama xy del sistema ácido nítrico/agua.....	33
Figura 6.2. Variación del punto azeotrópico con el ácido sulfúrico como tercer componente.....	34
Figura 6.3. Desprendimiento de ácido nítrico gaseoso durante el proceso de destilación azeotrópica.....	36
Figura 6.4. Muestra de ácido nítrico gaseoso destilado.....	37
Figura 6.5. Alícuota de ácido nítrico destilado condensado.....	37
Figura 6.6. Preparación de la mezcla para la titulación.....	37
Figura 6.7. Diagrama del proceso de destilación simulada.....	39
Figura 6.8. Diagrama del proceso de destilación simulado.....	41
Figura 6.9. Perfil de concentración de los componentes en la columna de platos.....	44
Figura 6.10. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Posición del plato de alimentación.....	46

Figura 6.11. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Diferentes relaciones de reflujo.....	47
Figura 6.12. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Número de platos.....	48
Figura 6.13. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Relación másica.....	50
Figura 6.14. Concentración de ácido nítrico de los fondos vs. Relación másica inicial.....	50
Figura 6.15. Eficiencia/Concentración de destilado vs. Relación másica inicial.....	52

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A. PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO NÍTRICO.....	57
ANEXO B. FICHAS DE SEGURIDAD DE LOS REACTIVOS.....	59
ANEXO C. GUIA DE OBSERVACIÓN PARA LA CARACTERIZACIÓN FINAL.....	61
ANEXO D. CÁLCULOS.....	62
ANEXO E. VISTA PREVIA SIMULACION PROCESO DE DESTILACIÓN SHORTCUT.....	67
ANEXO F. DATASHEET DE LA SIMULACIÓN DEL PROCESO DE DESTILACIÓN SHORTCUT.....	68
ANEXO G. VISTA PREVIA DE LA SIMULACIÓN DE LA COLUMNA DE DESTILACIÓN DE PLATOS.....	69
ANEXO H. DATASHEET DE LA SIMULACIÓN DEL PROCESO DE DESTILACIÓN DE LA COLUMNA E PLATOS.....	71

RESUMEN

La destilación es una operación de separación que se usa en casi todos los procesos industriales, esta se basa en la diferencia de los puntos de ebullición de los componentes de determinada mezcla. La palabra azeótropo aparece cuando dichos puntos de ebullición, a una concentración determinada están muy cercanos impidiendo la separación de alguno de esos componentes; sin embargo, al añadir un tercer componente a la mezcla inicial, el compuesto de interés puede ser separado a una mayor concentración que la obtenida por destilación simple; esto es el fundamento de la destilación azeotrópica.

Uno de las mezclas que presenta Azeotropía es el sistema ácido nítrico/agua el cual se destiló a escala laboratorio en las instalaciones de la Universidad de Cartagena usando ácido sulfúrico como tercer componente; el ácido sulfúrico funcionó como arrastrador y como agente deshidratante, permitiendo que el ácido nítrico fuese obtenido con una concentración entre el 90 – 95%.

A pesar de obtener altas concentraciones, se presentaron inconvenientes en el momento de recolectar el destilado, puesto que el ácido nítrico en concentraciones muy altas se encuentra en estado gaseoso; por consiguiente se precisó de un sistema de refrigeración improvisado para condensar parcialmente el producto y proceder a realizar el correspondiente análisis para determinar la concentración final.

La destilación azeotrópica del ácido nítrico no es un proceso muy usado en estos días y, debido a los inconvenientes que se presentaron durante la experiencia, se decidió conceptualizar el proceso, de ésta forma se obtuvieron datos pertinentes tales como concentración de la mezcla inicial, temperatura de operación, número de platos de la columna, eficiencia, entre otros.

Luego de un análisis de sensibilidad de los datos obtenidos en la conceptualización del proceso usando la herramienta *Aspen*[®], se encontró que la concentración inicial del arrastrador (ácido sulfúrico) es un factor determinante en la concentración final del ácido nítrico, además, manteniendo una relación másica de 2:1 en la mezcla inicial, se alcanzan concentraciones de hasta 97%.

Palabras clave:

Destilación, azeótropo, ácido nítrico, arrastrador.

ABSTRACT

Distillation is a method of separating mixtures used in many industrial processes, this is based on differences in volatilities of components in a boiling liquid mixture. The word azeotrope appears when the boiling points are very close, and this avoid the separation of some of those components, however, when a third component is added to the initial mixture, the compound of interest can be separated to a greater concentration that obtained by simple distillation, that is the real bases of the azeotropic distillation.

One of the azeotropic mixtures is the nitric acid/water system, which was distilled at laboratory scale in the facilities of the University of Cartagena using sulfuric acid as a third component, the sulfuric acid worked as an entrainer, whit this, the nitric acid obtained had a concentration between 90 - 95%.

Despite obtain high concentrations, there were some problems to collecting the distillate, since nitric acid is at very high concentrations is a gas, therefore, was necessary use an improvised cooling system for partial condensation of the product and proceed to perform the corresponding analysis to determine the final concentration.

Azeotropic distillation of nitric acid is an uncommon operation unit these days and, because of the problems that occurred during the experiment, it was decided to conceptualize the process, in this way were obtained relevant data such as concentration of the starting mixture, temperature of operation, number of plates in the column, efficiency, among others. The data obtained was performed a sensitivity analysis, which represents a good basis for developing an industrial scale process.

The conceptualization of the process was carried out using the tool Aspen ®.

Keywords:

Distillation, azeotrope, nitric acid, entrainer.

INTRODUCCIÓN

La destilación es un proceso mediante el cual se separan dos sustancias líquidas aprovechando su diferencia en los puntos de ebullición y sus volatilidades; a su vez, tiene en cuenta los parámetros de equilibrio líquido vapor, temperatura, presión, composición y energía de las sustancias a separar.

Como todo proceso termodinámico, la destilación no es 100% eficiente, pero eso no implica que no se puedan alcanzar altas concentraciones en los productos finales; sin embargo, hay mezclas cuyos componentes tienen puntos de ebullición o volatilidades tan parecidas que es imposible su separación por medio de una destilación simple.

Las mezclas con esta clase de comportamiento reciben el nombre de azeótropos y esto representa un gran problema para las industrias que necesitan materias primas en altas concentraciones, tal es el caso de ABOCOL, cuya planta de fertilizantes necesita altas concentraciones de ácido nítrico, no solo para mejorar la calidad de los fertilizantes, sino para disminuir los porcentajes de contaminantes en las aguas residuales.

Para solucionar éste problema, se han diseñado nuevos métodos, los cuales permiten que la sustancia de interés en una mezcla azeotrópica sea obtenida con una concentración mayor a la obtenida con la destilación simple; uno de estos es la destilación azeotrópica.

El proceso de destilación azeotrópica consiste en incluir en la mezcla inicial un tercer componente cuya característica principal es la de arrastrar el azeótropo binario inicial y garantiza la extracción del componente de interés a una mayor concentración; por tal razón, debe tener una baja volatilidad para asegurar su permanencia en la fase líquida y por consiguiente en el fondo de la columna.

Los últimos trabajos en el campo investigativo de la destilación azeotrópica tratan de desarrollar métodos de optimización usando programas de simulación para obtener datos termodinámicos que permitan evaluar las diferentes variables del proceso [1-3]. Además también se investiga la posibilidad de usar la destilación azeotrópica con fines operacionales, como la purificación de las aguas residuales.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El ácido nítrico en la actualidad, es un compuesto muy importante en la industria química, siendo la fuente más importante de nitrógeno; para preparar diversos productos tales como explosivos, nitratos, nitritos y principalmente fertilizantes.

Los procesos, utilizados para su obtención, son en su mayoría a base de amoníaco, éstos procesos consisten en reacciones en cadena que van desde la oxidación de la materia prima hasta la absorción del ácido gaseoso en agua; sin embargo, el rango de concentraciones del producto final es muy bajo (50% al 67%), demostrando que el proceso como tal es ineficiente para algunos fines, en los cuales se requiere una concentración mayor en el ácido nítrico como materia prima.

En la empresa Abonos colombianos S.A. ABOCOL se obtiene ácido nítrico a una concentración del 55% p/p, la planta no cuenta con una columna de destilación, por lo cual no se puede llevar el ácido nítrico a una concentración superior, esto conlleva a un problema en la planta de producción de NPK (fertilizante a base de nitrógeno, fósforo y potasio) y en la planta de nitrato de amonio de la misma empresa, causado por la acumulación de condensados, que son el resultado del porcentaje de agua (45%) contenido en el ácido nítrico utilizado.

La relación beneficio/costo de la instalación de una columna de destilación convencional en una planta de ácido nítrico es muy poco atractiva, ya que la presencia del azeótropo solo permite un aumento de la concentración de aproximadamente 13% en peso, lo cual no es suficiente para compensar el gasto realizado en la instalación de equipos, reestructuración de planta y el gasto energético.

Actualmente no se han implementado procesos de mejoramiento en la producción de ácido nítrico en Colombia, las investigaciones en el área han sido muy escasas en los últimos años. Para solucionar estos problemas, se realizó este proyecto en el cual se conceptualizó matemáticamente un proceso de destilación azeotrópica a escala industrial, mediante el cual se logró incrementar la concentración del ácido nítrico usando ácido sulfúrico como tercer componente en la mezcla inicial. Los datos

utilizados para la conceptualización fueron obtenidos a partir de un proceso de destilación azeotrópica a escala de laboratorio.

2. JUSTIFICACIÓN

El propósito de esta investigación está orientado al mejoramiento del proceso de producción de ácido nítrico, presentando una alternativa muy favorable para la obtención de esta sustancia a concentraciones mayores, esto permitirá una mejora en la producción de fertilizantes.

Al mejorar la eficiencia del proceso, el consumo energético disminuirá, y al aumentar la concentración del destilado, el agua residual se obtiene en mejores condiciones. Además, el ácido sulfúrico puede ser reutilizado si se implementa un proceso de destilación azeotrópica con flujo continuo.

El tema de destilación azeotrópica es un proceso novedoso el cual no es manejado por ninguna empresa colombiana, además representa una pauta para continuar con la investigación en la Universidad de Cartagena u otras instituciones, además de proporcionar datos para llevar a cabo el proceso a escala industrial.

3. OBJETIVOS

3.1. OBJETIVO GENERAL.

Conceptualizar un proceso de destilación azeotrópica para el desplazamiento del azeótropo del sistema ácido nítrico/agua usando ácido sulfúrico como arrastrante.

3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

- Evaluar la influencia de la concentración del ácido sulfúrico en la mezcla inicial sobre la concentración de ácido nítrico en el destilado.
- Estudiar las condiciones teóricas del proceso que favorecen la destilación azeotrópica a escala de laboratorio.
- Evaluar el efecto de las variables de operación a escala de laboratorio a partir de modelos matemáticos.

4. MARCO REFERENCIAL

4.1. ESTADO DEL ARTE.

A pesar de que se han implementado muchas técnicas de separación la más importante ha sido la destilación azeotrópica, sin embargo, la destilación es una operación de un costo considerable, eso ha llevado a varios investigadores a desarrollar métodos para optimizar el diseño de procesos de destilación, M.H. Bauery J. Stichlmair trabajaron en el diseño y la optimización de un proceso de destilación azeotrópica, usaron datos termodinámicos y programación matemática para diseñar y optimizar una superestructura compuesta por una secuencia de destilaciones con el mínimo aporte de energía, la metodología utilizada es aplicable a mezclas azeotrópicas homogéneas, terciarias y cuaternarias. [1]

Por otra parte, B. Guedes y colaboradores, evaluaron la posibilidad de operar una torre de destilación azeotrópica usando la mínima cantidad de energía posible disminuyendo la temperatura del rehedidor y aumentando la temperatura de la alimentación, para ello usaron una simulación en Aspen[®], la demanda de energía se redujo en forma considerable puesto que la temperatura del rehedidor se redujo en un 52%. [2]

En los últimos años, las investigaciones referentes a la destilación azeotrópica son con sentido operacional. A. Baichao y colaboradores, utilizaron la destilación azeotrópica para eliminar el agua residual en el precipitado de unas muestras nanométricas de alumina obtenidas a partir de cenizas de desecho del petróleo; para poder llevar a cabo estos procesos fue necesario el uso de técnicas como el ultrasonido seguida por el proceso de destilación azeotrópica heterogénea en presencia de polietilenglicol (PEG). [3,4]

4.2. ANTECEDENTES.

Desde tiempos antiguos, el ácido nítrico ha estado presente en la vida cotidiana; empezando con los alquimistas en el siglo VIII, quienes conocían al ácido nítrico como *aqua fortis*, y lo usaban para separar la plata del oro. La historia continúa con Glauber en 1648, quien fue el primero en obtener ácido nítrico destilando

nitrate de potasio (KNO_3) con ácido sulfúrico (H_2SO_4). En 1768, Cavendish determino su composición, pero más tarde en el año de 1886 fue establecida por Gay Lussac. [5]

A finales del siglo XIX y comienzos del XX, Ostwald desarrolla el método que lleva su nombre, y hoy en día es el método más común y consiste en la obtención del ácido nítrico a partir del amoníaco; luego Maurier, Rainer y Bartsch Realizan investigaciones relacionadas con el aumento de la concentración del ácido nítrico, partiendo del mismo ácido diluido producido en un proceso de absorción y es entonces cuando entra en juego la destilación azeotrópica. [5]

Datos de equilibrio vapor-líquido para este sistema pueden ser encontrados en textos de termodinámica y en modelos VLE como el planteado por Brandani S. y Brandani V. en 1.995. [6]

Para romper la mezcla azeotrópica y separar el ácido nítrico del agua se han desarrollado diferentes métodos, entre estos

- Técnicas de separación con membranas
- Destilación azeotrópica

En 1.999, C. Ponce de León y R.W. Field realizaron una comparación de las eficiencias de varios tipos de membranas en un proceso de separación del ácido nítrico del agua mediante electrolisis en una celda electroquímica de dos compartimientos, esta investigación arrojó resultados importantes pues se logró el rompimiento de la mezcla azeotrópica al llegar a una concentración superior al 68.5%. Sin embargo la reacción catódica que se presentó en este procedimiento produjo una mezcla compleja indeseada de óxidos de nitrógeno. [3]

Otro método de separación por membranas fue investigado por K. Scott Sportsman y colaboradores en el 2001, deshidrataron el ácido nítrico mediante un proceso de pervaporación usando una membrana de doble capa, al final de esta investigación se obtuvo el rompimiento de la mezcla azeotrópica agua-ácido nítrico y se concluyó que las características de separación de la membrana son proporcionales a la concentración de la mezcla de alimentación, así como también se ven afectadas por la orientación de la membrana. [7]

4.3. MARCO TEÓRICO.

4.3.1. ÁCIDO NÍTRICO.

- **Propiedades químicas.**

El oxácido más importante del nitrógeno es el ácido nítrico, HNO_3 , en el cual el nitrógeno exhibe un número de oxidación de 5+. Comercialmente, el ácido nítrico se produce mediante el proceso *Ostwald*. (Figura 4.1) El óxido nítrico de la oxidación catalítica del amoníaco se hace reaccionar con el oxígeno para formar el dióxido de nitrógeno. [8]

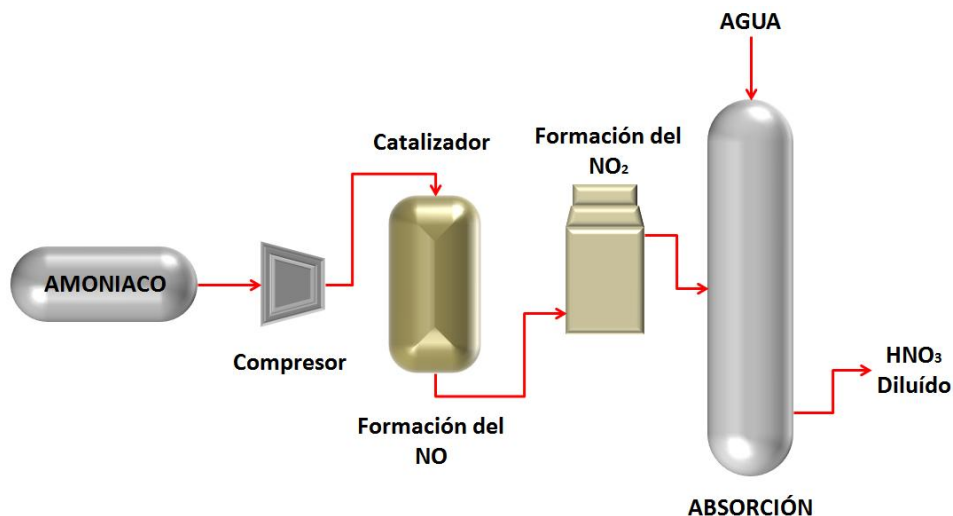
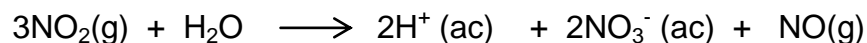


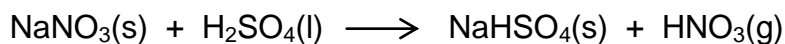
Figura 4.1. Proceso *Ostwald* para la producción de ácido nítrico.

Éste gas, junto con un exceso de oxígeno, se pasa a una torre donde éste reacciona con agua caliente:



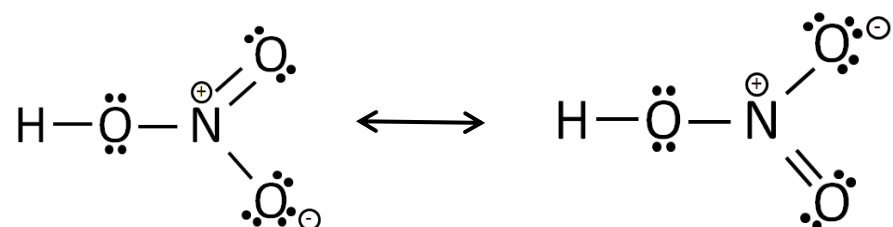
El exceso de oxígeno convierte el NO en NO_2 ; éste NO_2 reacciona luego con agua como antes. En ésta forma cíclica, el óxido nítrico es convertido completamente en ácido nítrico. El producto del proceso de *Ostwald* es cerca del 70% de HNO_3 y se conoce como ácido nítrico concentrado. Pueden prepararse soluciones más concentradas de éste mediante destilación. [8]

El ácido nítrico puro es un líquido incoloro que hierve a 83°C. Puede prepararse en el laboratorio calentando nitrato de sodio con ácido sulfúrico concentrado:



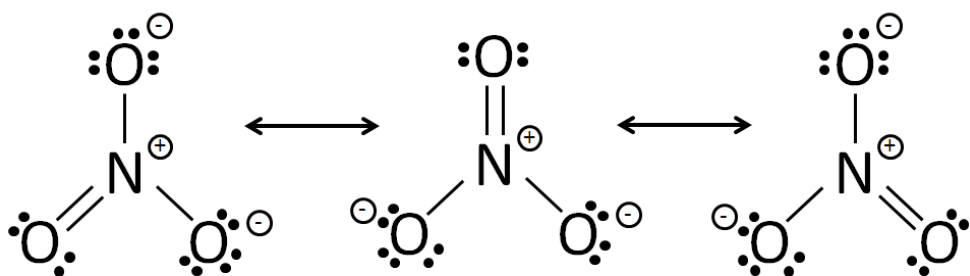
Ésta preparación (de la sal de nitro de Chile) es una fuente comercial menor del ácido.

La molécula del HNO₃ es plana y puede representarse como un híbrido en resonancia:



El ácido nítrico es un ácido fuerte y se disocia completamente en solución acuosa. La mayoría de las sales del ácido nítrico, llamadas nitratos, son muy solubles en agua.

El ión nitrato es triangular plano:



El ácido nítrico es un agente oxidante poderosísimo; oxida la mayoría de los no metales (generalmente a óxido u *oxácidos* de su estado de oxidación más elevado) y todos los metales con la excepción de unos pocos metales nobles. Muchos metales no reactivos, tales como la plata y el cobre, que no reaccionan para producir hidrógeno con los ácidos no oxidantes, tales como HCl, se disuelven en ácido nítrico. [8]

- **Propiedades físicas. [9]**

En la siguiente tabla se mostraran las propiedades físicas más importantes del ácido nítrico como reactivo químico.

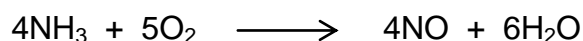
Tabla 4.1. Propiedades Físicas del Ácido nítrico.

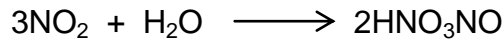
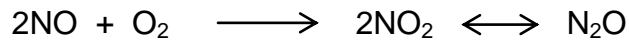
Propiedad	Valor
Peso Molecular (g/mol)	63,0
Estado Físico	Líquido
Punto de Ebullición (°C) a 1 Atm.	83-87; 100% 121,8; 69,2% En agua 60; fumante rojo
Punto de Fusión (°C)	-41,6; 100% -41; 69,2% En agua -52; fumante rojo
Presión de Vapor (mmHg)	62; 100% 42; 69,2% En agua 103; fumante rojo
Densidad del Vapor (Aire=1)	2-3; a ebullición de ácido nítrico puro
Gravedad Específica (Agua=1)	1,50; 100% 1,41; 69,2% En agua 1,55; fumante rojo
Ph	1,0; solución acuosa 0,1M
Solubilidad en agua	Soluble en toda proporción
Límites de inflamabilidad	No inflamable
Temperatura de Auto-ignición	No reportado
Punto de inflamación	No reportado

- **Producción.**

La materia prima para la producción del ácido nítrico corresponde al amoníaco proveniente del proceso Haber-Bosh. El proceso global implica el desarrollo de tres reacciones: oxidación catalítica de amoníaco en aire, oxidación del monóxido de nitrógeno del proceso anterior hasta dióxido de nitrógeno o tetraóxido de dinitrógeno y finalmente la absorción del dióxido denitrógeno para generar el ácido. [2]

Las reacciones correspondientes se describen a continuación:





El esquema general para el proceso de producción de ácido nítrico recibe el nombre de su inventor, proceso Ostwald. Las diferentes tecnologías existentes para la producción de ácido nítrico varían en la forma en la que se llevan a cabo estas reacciones. [2]

La producción de ácido nítrico a través de estos procesos incluye la oxidación del amoníaco con aire atmosférico previamente tratado para eliminar agua e impurezas. En este primer paso se genera una corriente cuyo contenido principal son óxidos de nitrógeno, vapor de agua y material no reactivo. Luego de un acondicionamiento de esta corriente y un control respectivo de las variaciones de temperatura y presión, la corriente gaseosa se alimenta a una torre de absorción con agua donde se produce en los fondos el ácido nítrico cuya concentración está en el orden de 50% a 68% y en la cima una corriente gaseosa llamada gas de cola que por lo general contiene hasta unas 200 ppm de óxidos de nitrógeno. [2]

La eficiencia de generación de ácido y de aprovechamiento de la energía de los diferentes tipos de procesos empleados se encuentra relacionada de una manera muy fuerte con las presiones; ya sea la de combustión del amoníaco con el aire, o la del proceso de absorción como tal. Las presiones de operación empleadas en cada tipo de tecnología dividen los procesos de producción de ácido nítrico débil en procesos de presión baja, procesos de presión media, procesos de alta presión y procesos de presión dual. [10]

Los procesos que usan torres de absorción con agua para generar ácido nítrico no pueden lograr concentraciones de ácido mayores al 68% o 69% debido a la presencia de un azeótropo del agua y el ácido nítrico en este punto. Para generar ácido de concentraciones mayores se puede seguir una de dos metodologías, la directa o la indirecta [2].

- Proceso Directo.

Emplea amoníaco y aire atmosférico como materias primas. El amoníaco se oxida con aire primero en una combustión y luego pasa a un lecho catalítico. La corriente gaseosa generada contiene vapor de agua, óxidos de nitrógeno y material no reactivo. Se induce la eliminación del vapor de agua por medio de un enfriamiento rápido. Los óxidos de nitrógeno totalmente oxidados pueden seguir dos vías para producir ácido nítrico concentrado; la primera es absorber los óxidos en ácido nítrico concentrado que luego reacciona con ácido débil para generar

más ácido concentrado; la segunda metodología implica el enriquecimiento de ácido nítrico azeotrópico con los óxidos de nitrógeno hasta producir un ácido un poco más concentrado, luego por medio de una destilación simple se obtiene ácido nítrico concentrado y ácido nítrico azeotrópico. [2]

El inconveniente con éste proceso es su baja eficiencia, sin embargo, es el más usado en Colombia y solo alcanza concentraciones que oscilan entre el 50% y 60%.

- **Proceso Indirecto.**

El proceso indirecto opera con una tecnología conocida como destilación extractiva. Existen dos posibles vías con las que se puede obtener ácido nítrico concentrado por medio de esta tecnología; proceso de ácido sulfúrico y proceso de nitrato de magnesio. La idea fundamental en este tipo de tecnologías es aprovechar la mayor afinidad existente entre el agua y otro material que entre el agua y el ácido nítrico. Así pues, se usa el ácido sulfúrico con una concentración mínima de 80% o soluciones de nitrato de magnesio de concentración del 72% para deshidratar ácido nítrico azeotrópico. La deshidratación se realiza en una torre donde se alimenta en la parte superior una de las dos sustancias deshidratantes y en algún punto lateral el ácido nítrico diluido en forma de vapor. Las soluciones deshidratantes se reconcentran y se alimentan de nuevo al proceso y la corriente de ácido nítrico concentrado (concentración mayor del 97% en peso) se pasa por un condensador y un *desaireador* para su acondicionamiento final. [2]

Éste método en cierto sentido corresponde a la destilación azeotrópica, puesto que el interés particular de ésta operación es el aumento de la concentración del producto final, aprovechando la mayor afinidad del tercer componente con el agua,

▪ **Aplicaciones y usos.**

De forma general, el ácido nítrico se usa en la manufactura de nitratos orgánicos e inorgánicos, como intermediario en materiales colorantes, en la elaboración de medicamentos para veterinaria, en joyería, en la industria del fotograbado y en la industria de los explosivos. [2]

Su principal aplicación es la industria de los fertilizantes donde se consume en alrededor de un 75% del total producido. El ácido nítrico en intervalos de concentraciones de 55% a 60% se usa aquí como materia prima en la producción de fertilizantes nitrogenados. [2,5]

4.3.2. DESTILACIÓN AZEOTRÓPICA.

- ***Azeotropía.***

A pesar que en 1802, Dalton realizó las primeras observaciones, sobre la aparición de una presión mínima de vapor en las mezclas binarias, el término “*azeótropo*” no se introdujo sino hasta 1911, por Wade y Merriman. El azeótropo, del griego “*hervir sin cambio*”, significa literalmente que tanto el líquido como el vapor de ebullición de este tienen la misma composición. [11]

Un azeótropo es una mezcla líquida que tiene un máximo o un mínimo en los puntos de ebullición, con relación a los puntos de ebullición de las composiciones de las mezclas a su alrededor. Los puntos de ebullición de los componentes puros presentes en la mezcla deben ser lo suficientemente cercanos para permitir la formación de un azeótropo. Una mezcla cuyos componentes tienen puntos de ebullición cercanos puede formar un azeótropo cuando ocurren pequeñas desviaciones de las soluciones líquidas ideales. Una mezcla con puntos de ebullición distantes de sus componentes puede no formar un azeótropo, aún si constituyen una mezcla líquida, con características no ideales. Los azeótropos se presentan raras veces en las mezclas constituidas por componentes cuyos puntos de ebullición difieren de más de 30°C (54°F). [11]

La comprensión de la ocurrencia de un azeótropo es importante por dos motivos. En primer lugar, los azeótropos no se pueden separar por destilación simple, en un intervalo particular de presión. Sin embargo, en segundo término, los azeótropos se pueden utilizar para separar mezclas que por lo general, no se separan por destilación simple, o bien para incrementar el rendimiento de recuperación de algunos componentes presentes en ciertas mezclas. [11]

- ***Proceso de destilación azeotrópica.***

El término destilación azeotrópica aplica a una clase de operación de destilación, caracterizada por la separación de componentes usando las propiedades azeotrópicas del sistema en cuestión. El agente responsable del comportamiento azeotrópico específico para cada componente, conocido como arrastrador o solvente puede ser incluido en la alimentación principal o en cualquier parte del

proceso cercano a la alimentación (por lo general en el plato superior a ésta). La destilación azeotrópica es usada para separar componentes cuyos puntos de ebullición estén muy cercanos, o aún en casos de formación de azeótropos, donde la destilación convencional es costosa o prácticamente imposible. [11]

Los sistemas azeotrópicos presentan puntos de ebullición máximo y mínimo, dependiendo de las correspondientes desviaciones de la ley de Raoult; en general, el componente de la solución que se encuentra en mayor proporción respecto de la composición azeotrópica puede obtenerse en el destilado si el azeótropo era de máxima, o en el residuo si el azeótropo era de mínima. Los sistemas azeotrópicos se clasifican en homogéneos y heterogéneos; una mezcla azeotrópica homogénea se caracteriza por una única fase líquida en equilibrio con su fase de vapor y una mezcla azeotrópica heterogénea la diferencia de la homogénea posee múltiples fases de líquido; en éste caso la composición de la fase vapor es igual a la composición global de la fase líquida. [12]

- ***Selección del arrastrador.***

Como se mencionó anteriormente, en la destilación azeotrópica se agrega un solvente o arrastrador, a la mezcla, de tal manera que se forme un azeótropo o azeótropos con ese nuevo componente, de éste modo, se cambia el equilibrio vapor-líquido en una dirección favorable. Por consiguiente, el objetivo del arrastrador es, ya sea, separar un componente de un par con puntos de ebullición cercanos o separar un componente de un azeótropo.

Los métodos generales para la selección de los arrastradores se pueden resumir como sigue. Para separar un azeótropo negativo de un par de componentes con puntos de ebullición cercanos, selecciónese un arrastrador que 1) forme un azeótropo positivo binario con uno solo de los componentes, 2) forme azeótropos binarios positivos con ambos componentes del sistema cuando uno de los azeótropos tiene una temperatura de ebullición suficientemente mas baja que el otro o 3) forme un azeótropo ternario positivo con una temperatura de ebullición bastante inferior a la de cualquier azeótropo binario. La razón de los componentes originales de la alimentación en el azeótropo ternario debe ser diferente a la razón en la alimentación y el azeótropo ternario (de preferencia heterogéneo) debe poder separarse de alguna manera. [11]

Para separar un azeótropo binario positivo, se selecciona un arrastrador tal, que forme un azeótropo binario positivo con uno de los componentes, cuya temperatura de ebullición sea bastante menor a la del azeótropo original o formar un azeótropo ternario positivo con una temperatura de ebullición, lo suficientemente baja y con una razón diferente de los componente originales a la razón del azeótropo original. [11]

Los solventes o arrastradores se pueden dividir en dos grupos. Aquellos que forman azeótropos con algún tipo de compuesto, pero no los forman con otro tipo, se conocen como solventes o arrastradores selectivos. Los que no muestran estas propiedades son solventes o arrastradores no selectivos [11].

- **Diagrama de equilibrio de fases Vapor - líquido.**

En la figura 4.2 se muestra un método muy común para graficar los datos de equilibrio, donde se traza una curva de y_A en función de x_A para el sistema benceno-tolueno. Se incluye la línea de 45° para mostrar que y_A es más rico en el componente A que x_A . El diagrama de puntos de ebullición de la figura 4.2 es típico de un sistema ideal que sigue la ley de Raoult.[13]

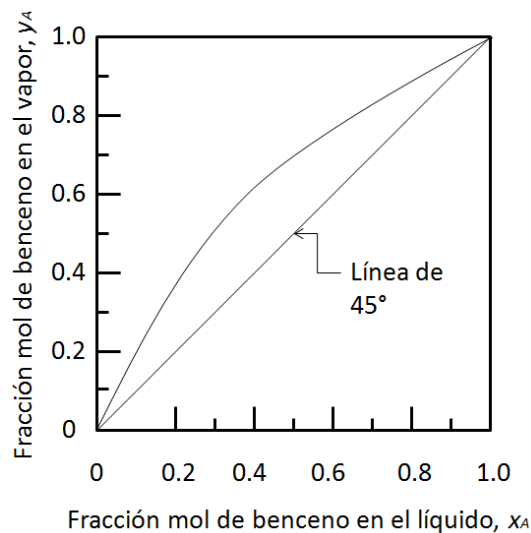


Figura 4.2. Datos de equilibrio para el sistema benceno – tolueno a 101.325 kPa (1 atm).[13]

Los sistemas no ideales difieren considerablemente. En la figura 4.3a se muestra el diagrama de puntos de ebullición para un azeótropo de ebullición máxima. La

temperatura máxima T_{Max} corresponde a una concentración x_{AZ} y en este punto, $x_{\text{AZ}} = y_{\text{AZ}}$. La gráfica de y_A en función de x_A mostraría que la curva cruza la línea de 45° en este punto. El sistema acetona-cloroformo es un ejemplo típico. En la figura 4.2b se muestra un azeótropo de ebullición mínima $x_{\text{AZ}} = y_{\text{AZ}}$ a T_{Min} . Un sistema típico de este caso es el de etanol-agua. [13]

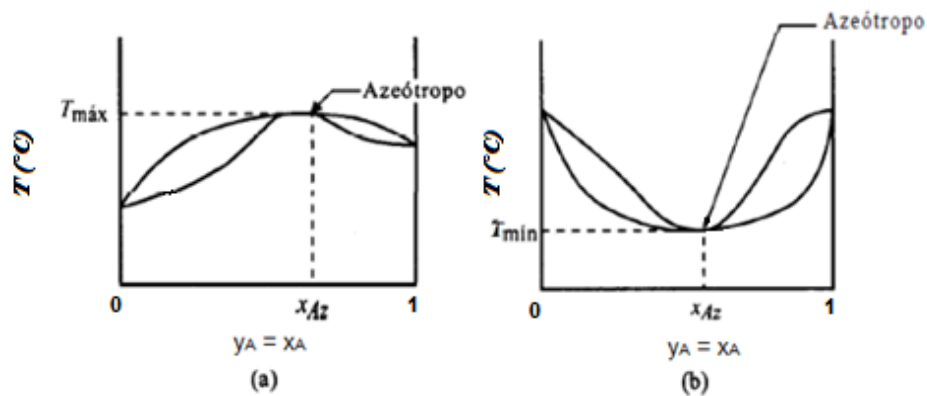


Figura 4.3. Diagramas de equilibrio del punto de ebullición: (a) azeótropo de ebullición máxima. (b) azeótropo de ebullición mínima.[13]

5. METODOLOGÍA

5.1. Tipo de investigación.

Esta investigación es cuantitativa de tipo experimental causa-efecto, en la cual se analizaron los cambios en la concentración final del ácido nítrico teniendo en cuenta la concentración de ácido sulfúrico en la mezcla inicial; además, se tomaron datos de las variables iniciales (Concentración de la mezcla inicial, temperatura) y se anotaron los cambios en la concentración de salida del ácido nítrico. La fase experimental, se llevó a cabo a escala laboratorio en las instalaciones de la Universidad de Cartagena.

5.2. Técnicas de recolección de información.

5.2.1. Fuentes de información primaria:

Como fuentes primarias de éste proyecto, están los datos obtenidos en cada uno de los procesos de destilación realizados a las diferentes muestras de mezclas azeotrópicas, además de las variables críticas del proceso como la temperatura de operación y las diferentes concentraciones de cada uno de los reactantes iniciales; además, también cuentan como datos importantes las mediciones de pH para la determinación de la concentración del destilado, obtenidas usando técnicas analíticas como la titulación.

5.2.2. Fuentes de información secundaria.

Para obtener los datos pertinentes con el proceso de producción de ácido nítrico y la identificación de las variables críticas, se realizaron entrevistas y a la vez consultas bibliográficas tanto de textos como de artículos científicos; además se utilizó una guía de observación para recolectar los datos obtenidos en la caracterización final de cada una de las muestras, ver anexo C.

5.3. Variables.

Una vez obtenidos los datos, se procedió a realizar las gráficas de equilibrio del proceso de destilación para mostrar el desplazamiento del azeótropo del ácido nítrico en la mezcla.

A continuación se muestra una tabla con las variables involucradas en el estudio:

Tabla 5.1. Tabla de variables.

Tipo de Variable	Variable	Definición	Unidades
V. Dependiente	Concentración final de ácido nítrico	Gramos de ácido nítrico por gramos de solución total final.	%P/P
V. Independiente	Concentración inicial de ácido sulfúrico	Gramos de ácido sulfúrico por gramos de solución total inicial.	%P/P
V. Intervinientes	Temperatura	Contenido de la energía interna de las moléculas.	°C
	Presión	Fuerza ejercida por las moléculas por unidad de área.	Atm

5.5. Procedimiento.

5.5.1. Descripción del equipo.

El equipo utilizado consta de un montaje para destilación experimental mostrado en la Figura 5.1, el cual consta de una columna de destilación fraccionada de vidrio, una estufa (o mechero), un condensador en bola, un balón con tapón y la correspondiente tubería de vidrio, además un sistema de refrigeración improvisado para la condensación parcial del ácido nítrico gaseoso (Figura 5.2).



Figura 5.1. Montaje de laboratorio para destilación azeotrópica.



Figura 5.2. Sistema de refrigeración improvisado.

5.5.2. Selección y caracterización de materia prima.

Como el proceso se trata de aumentar la concentración del ácido nítrico mas allá de la producida actualmente en la industria local, se preparó ácido nítrico al 55% a partir de un reactivo de grado analítico al 65% simulando la producción actual; por otra parte el arrastrador debe estar lo mas concentrado posible, ya que la concentración de ácido sulfúrico en la mezcla total a destilar debe ser de un 67% en peso, para ello se empleó ácido sulfúrico al 98% también como reactivo de grado analítico.

5.5.3. Fase preliminar.

Como pruebas preliminares, se calibraron los correspondientes instrumentos de medición tales como termómetros e instrumental volumétrico para preparar las diferentes mezclas. También se comprobó la resistencia de los materiales y equipos a los diferentes reactivos (por tratarse de ácidos fuertes) así como a las altas temperaturas.

Se comprobó la existencia del azeótropo en el ácido nítrico por medio de la elaboración de un diagrama de fase xy, usando un montaje de destilación corriente teniendo en cuenta los siguientes pasos:

1. Se ensambló un montaje de destilación simple y se colocaron en el balón 20 ml del ácido nítrico puro (67% de la botella) y se calienta hasta una temperatura estable (temperatura de equilibrio).
2. Justo cuando empezó a ebulir se tomaron alícuotas (1 a 2 ml) tanto de la fase líquida como de la fase vapor (condensado) y se conservaron en tubos de ensayo tapados.
3. Se añadieron 5ml de agua destilada al balón y se realizó el mismo procedimiento descrito anteriormente, hasta que las temperaturas se estabilizaron y las concentraciones no variaban.
4. Se tomó cada una de las muestras en los tubos de ensayo y se titularon con hidróxido de sodio para calcular su concentración.

Para llevar a cabo los cálculos de las respectivas concentraciones, se recurrió a usar ecuación para titulación:

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

Además se usó la relación de que molaridad es igual a la normalidad multiplicada por el número de protones libres del ácido o base (equivalentes); es decir:

$$M = N * n$$

Para Expresar la Molaridad en términos de %P/P.

5.5.4. Desarrollo experimental.

Una vez se calibraron los equipos y se analizaron los reactivos, se prepararon seis (6) grupos de mezclas; los cuales representan cada una de las siguientes razones además de las temperaturas de operación:

Tabla 5.2. Desarrollo experimental.

Razón H ₂ SO ₄ /HNO ₃ en peso	Rangos de temperatura (°C)	N° de ensayos
1:1	68 - 130	2
2:1		2
3:1		2

El primer grupo se nombró como grupo de control, a los otros grupos se les añadió ácido sulfúrico, para cada grupo se maneja una razón de ácido sulfúrico diferente a la misma concentración, de tal modo que las composiciones de las muestras de cada grupo fueron distintas.

Se destilaron a escala de laboratorio cada una de las muestras utilizando el montaje para destilación antes descrito (Figura 5.1) en el laboratorio de la Universidad de Cartagena, el proceso de destilación fue de tipo *batch*; luego se midieron las concentraciones de salida en el condensador por medio de una titulación y se tabularon los datos obtenidos.

5.6. Procesamiento y análisis de datos.

Los datos obtenidos se registraron en tablas, dichos datos se graficaron usando la herramienta *Excel*, para ser analizados.

Además los datos de la destilación se utilizaron para una simulación del proceso para encontrar las condiciones óptimas de operación en una escala industrial real;

para dicha simulación se utilizó la herramienta Aspen[®] y los datos de las pruebas experimentales.

6. RESULTADOS

6.1. Fase preliminar.

Los cálculos para la obtención de los valores en la tabla se encuentran en el Anexo D:

Tabla 6.1. Datos experimentales de equilibrio líquido – vapor del sistema $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$.

x (líquido) (%P/P)	y (vapor) (%P/P)	Temperatura (°C)
0	0	100
35,57	2,75	110
57,4	17,44	115
62	45,8	117
67,5	67,2	120
75,5	84,6	118
90,6	98	92
95,7	99,5	87
100	100	89

Luego, de la tabla anterior se obtiene la gráfica:

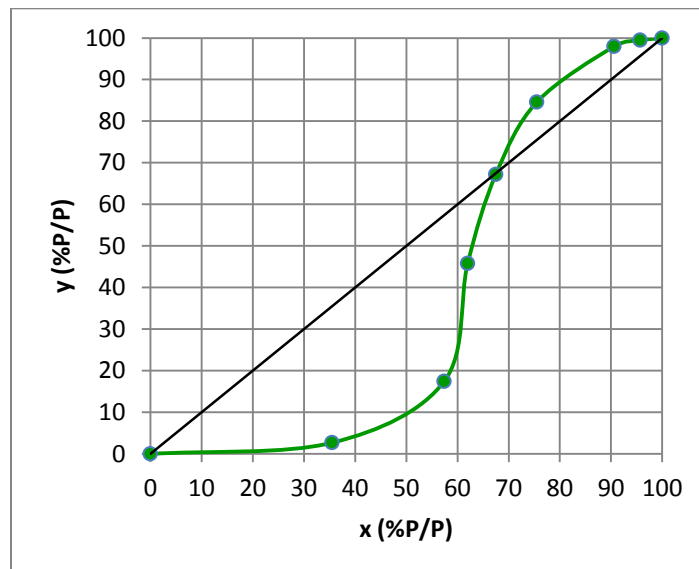


Figura 6.1. Diagrama xy del sistema ácido nítrico/agua.

Como se puede observar en el diagrama xy para el HNO_3 , existe un azeótropo a una concentración de aproximadamente el 67-68%, el cual impide obtener el

compuesto a una concentración superior a la escrita anteriormente por medio de la destilación corriente.

Para lograr concentraciones superiores al 90% en peso, se recurrió a la conceptualización de un proceso de destilación azeotrópica usando el montaje mostrado en la Figura 5.1. Este montaje cuenta con los siguientes implementos:

- Balón de 250 ml.
- Columna de fraccionamiento de aproximadamente 50 cm de largo con 3cm de diámetro.
- Condensador.
- Balón con tapón de doble boca.
- Capilares de vidrio.
- Cinta de teflón.
- Termómetro.

Según la gráfica publicada en la investigación realizada por Maurier, Ramer y Bastch [16], sugiere que el ácido sulfúrico debe estar en una concentración del 67% en peso en la mezcla total; es decir, que el 67% de la mezcla a destilar debe ser ácido sulfúrico al 100%.

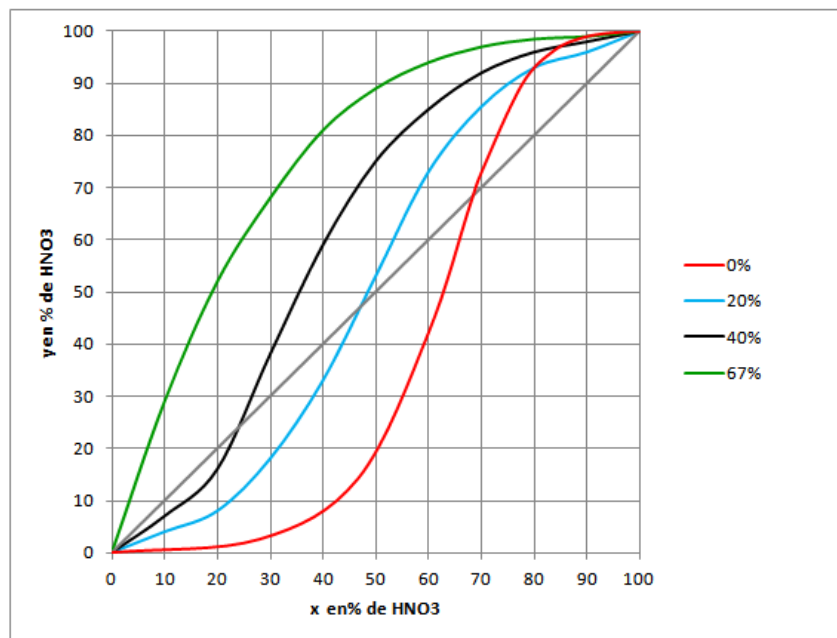


Figura 6.2. Variación del punto azeotrópico con el ácido sulfúrico como tercer componente.[14]

Al observar la gráfica nos damos cuenta que el azeótropo desaparece cuando la concentración de ácido sulfúrico en la mezcla es del 67%; entonces a partir de ese valor encontramos la razón correcta entre los componentes iniciales de la mezcla a destilar.

6.2. Fase experimental

Se toma como muestra total 40g, de los cuales 67% han de ser ácido sulfúrico concentrado (Figura 6.1); luego calculamos las respectivas cantidades de la siguiente manera:

$$\frac{g \text{ de } H_2SO_4}{40 \text{ g}} = 0,67$$
$$g \text{ de } H_2SO_4 = 25,6 \text{ g}$$

Como contamos con ácido al 97%, entonces:

$$\frac{25,6 \text{ g de } H_2SO_4}{0,97} = 26,3918 \text{ g}$$

Luego, el resto de la mezcla corresponde a ácido nítrico y agua, el cual se calcula de la siguiente forma:

$$g \text{ de } HNO_3 = 40 \text{ g} - 26,3918 \text{ g} = 13,6082 \text{ g}$$

Para hallar la relación correcta, dividimos los gramos de ácido sulfúrico entre los gramos de ácido nítrico:

$$\frac{26,3918 \text{ g de } H_2SO_4}{13,6082 \text{ g de } HNO_3} = 1,93 \approx 2$$

Es decir; que la relación mas adecuada para alcanzar una mayor concentración en el ácido nítrico es de aproximadamente de 2:1 de H_2SO_4/HNO_3 (en solución acuosa) respectivamente.

Para cerciorarse de que el simple hecho de añadir ácido sulfúrico a la mezcla inicial desplaza el azeótropo, se trataron tres diferentes razones; éstas razones con sus respectivos rangos de temperatura se mostraron en la tabla 5.2.

Se colocaron las respectivas cantidades en el balón y se procedió a destilar, verificando constantemente la temperatura para que se mantuviera dentro de los límites establecidos. Las mezclas empezaron a ebullición a temperaturas inferiores a los 100°C, y se empezó a desprender de la mezcla un vapor de color rojizo, el cual empezó a ascender por la columna (Figura 6.3a); este vapor llegó al tope de la columna y descendió por el condensador en dos fases: una líquida de color amarillo, muy volátil; y otra gaseosa rojiza. (Figura 6.3b)



(a)



(b)

Figura 6.3. Desprendimiento de ácido nítrico gaseoso durante el proceso de destilación azeotrópica.

Para el cálculo de las concentraciones en cada uno de los ensayos, se preparó una solución refrigerante la cual contenía agua, hielo, alcohol y sal común; ésta mezcla disminuía la temperatura del agua en aproximadamente -5°C ; luego, en ésta solución se sumergió el gas capturado en cada uno de los ensayos, ya que la temperatura del condensador era muy alta para condensar por completo el destilado (Figura 6.4). Ya que un gas es difícil de capturar con implementos comunes de laboratorio, cada muestra a titular consta de alícuotas de 0,5 ml

(figura 6.5) (correspondientes al gas condensado) cada una, luego se diluyeron hasta 20 ml (figura 6.6) y se titularon con una solución de NaOH 0,1 N.



Figura 6.4.



Figura 6.5.

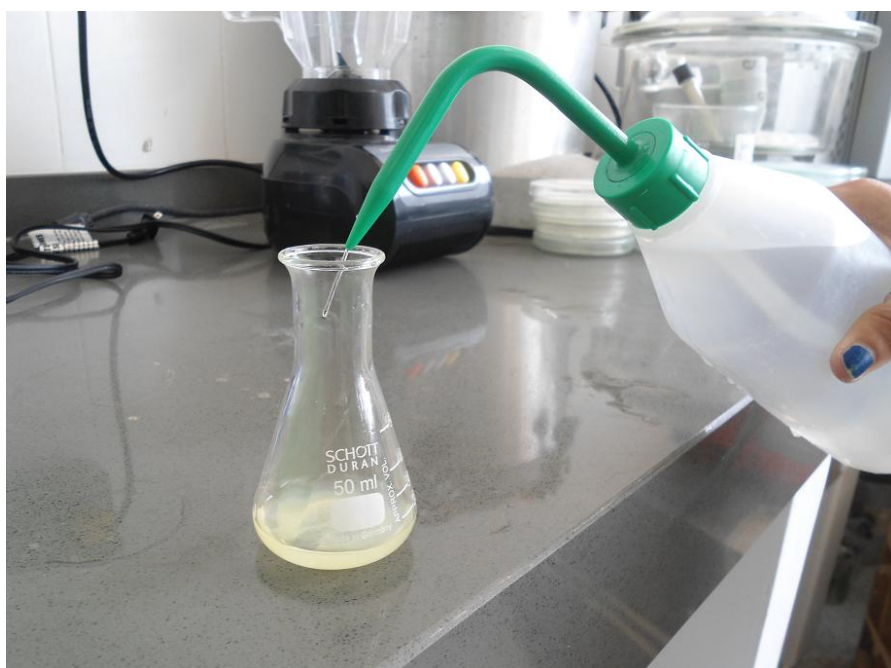


Figura 6.6. Preparación de la muestra para la titulación.

6.3. Cálculo de la concentración del HNO₃.

Para calcular la concentración del ácido nítrico se usó la ecuación de titulación descrita en la metodología, los cálculos se pueden observar en el Anexo D; los resultados arrojados se listaron en la siguiente tabla:

Tabla 6.2. Resultados de la titulación.

Razón (H ₂ SO ₄ / HNO ₃)	Normalidad del HNO ₃ destilado
1:1	19,6 N
2:1	22 N
3:1	21,1 N

6.4. Análisis de resultados.

Como se puede observar en los resultados anteriores, claramente se nota el efecto del ácido sulfúrico en la mezcla destilada; y además, la razón adecuada para destilar corresponde con la calculada teóricamente, esto significa que el ácido sulfúrico si es congruente con lo reportado anteriormente.

Por otra parte, se observó también que el ácido nítrico obtenido a las condiciones ambientales normales estaba en fase gaseosa; lo cual significa que para mantenerlo en fase líquida se necesita disminuir la temperatura y la presión en el condensador, al igual que el modo de recolección; quizá eso explica porqué no se pudo alcanzar una concentración mas alta.

Otro factor importante es que el ácido nítrico concentrado, por ser de carácter fumante (alta volatilidad) tiende a descomponerse fácilmente tanto con la humedad ambiental, como con la luz (de ahí el color amarillo – rojizo); quizá esto influyó en la obtención de un producto con concentración mas baja que la esperada.

A continuación, se listarán en una tabla general los datos del experimento:

Tabla 6.3. Resultados generales del proceso.

Razón H ₂ SO ₄ /HNO ₃ en peso	Temperatura (°C)	Concentración Alcanzada (%P/P) HNO ₃
1:1	70°C	85,18%
2:1	71,5°C	94,31%
3:1	88°C	90,45%

6.5. Conceptualización del proceso

Para llevar a cabo la conceptualización del proceso, se usó la herramienta Aspen[®] para simular el proceso en un nivel teórico, usando el modelo matemático de **Soave/Redlich/Kwong**. [15]

$$Z = \frac{V}{V-b} - \frac{\Omega_a}{\Omega_b} \frac{b}{V+b} F \quad (\text{Ec. 6.5.1})$$

Donde,

$$b = \frac{\Omega_b R T_c}{P_c} \quad (\text{Ec. 6.5.2})$$

$$\Omega_a = [(9)(2^{1/3} - 1)]^{-1} \quad (\text{Ec. 6.5.3})$$

$$\Omega_b = \frac{2^{1/3} - 1}{3} \quad (\text{Ec. 6.5.4})$$

$$F = \frac{1}{T_r} \left[1 + (0,480 + 1,574\omega - 0,176\omega^2)(1 - T_r^{0,5}) \right]^2 \quad (\text{Ec. 6.5.5})$$

El proceso experimental fue llevado a cabo a escala de laboratorio en una columna de destilación de 50 cm de altura a condiciones normales y caída de presión despreciable, dentro de las opciones de simulación que ofrece el software Aspen[®] se encuentra el método de aproximación *Shortcut*, el cual proporciona datos para una columna que opera a condiciones muy similares a las del proceso experimental realizado, por tanto se alimentaron los datos del experimento al simulador.

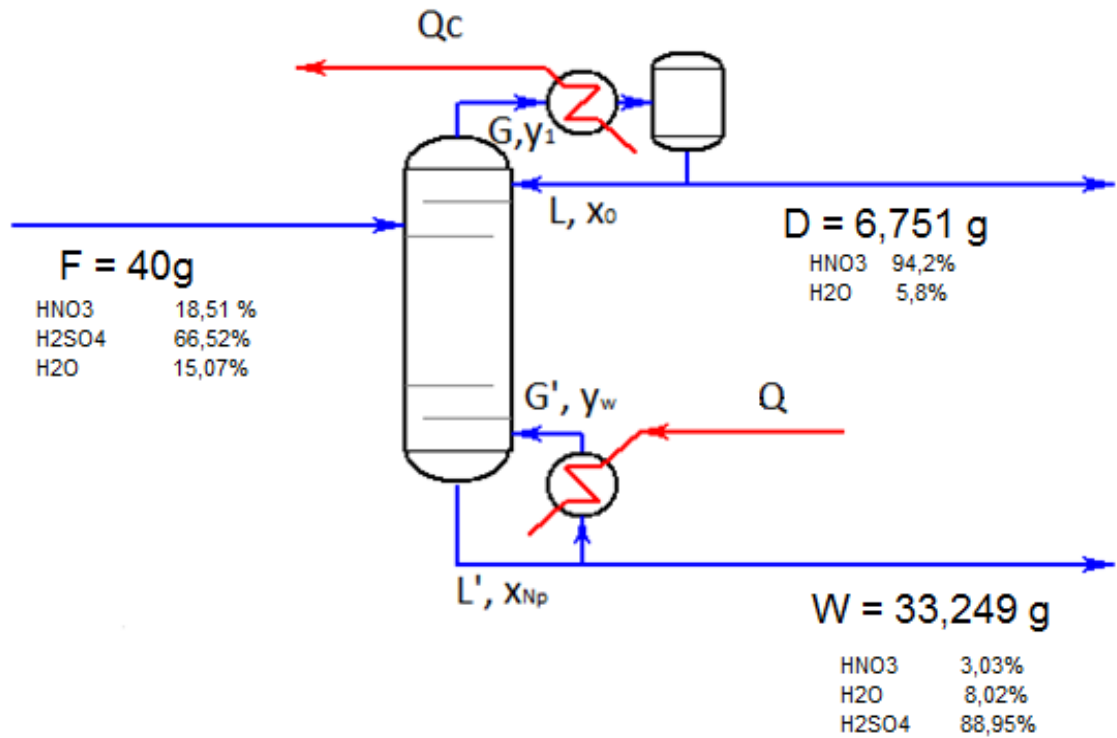


Figura 6.7. Diagrama del proceso de destilación *shortcut* simulado.

Los resultados del balance de materia para las corrientes de destilado y fondos de la columna obtenida por el método *Shortcut* se presentan en las siguientes tablas:

Tabla 6.4. Balance de materia para la corriente de alimentación de la simulación *Shortcut*.

Nombre de la corriente	Alimentación (F)			
	Balance másico		Balance molar	
	Cantidad (g)	Fracción másica	Cantidad (mol)	Fracción molar
HNO ₃	7,364	0,1841	0,12496176	0,1617
H ₂ SO ₄	26,608	0,6652	0,29003184	0,3753
H ₂ O	6,028	0,1507	0,3578064	0,463
TOTAL	40	1	0,7728	1

Tabla 6.5. Balance de materia para la corriente de destilado de la simulación *Shortcut*

Nombre de la Corriente		Destilado (D)		
Componente	Balance másico		Balance molar	
	Cantidad (g)	Fracción másica	Cantidad (mol)	Fracción molar
HNO ₃	6,359442	0,942	0,10094529	0,8227
H ₂ O	0,391558	0,058	0,02175471	0,1773
H ₂ SO ₄	0	0	0	0
Total	6,751	1	0,1227	1

Tabla 6.6. Balance de materia para la corriente de fondos de la simulación *Shortcut*.

Nombre de la Corriente		Fondos (W)		
Componente	Balance másico		Balance molar	
	Cantidad (g)	Fracción másica	Cantidad (mol)	Fracción molar
HNO ₃	1,007475	0,0303	0,01596266	0,0266
H ₂ O	2,66665	0,0802	0,2712452	0,5214
H ₂ SO ₄	29,575875	0,8895	0,31289214	0,452
Total	33,25	1	0,6001	1

La vista previa del proceso por el método *Shortcut* en el simulador se puede observar en el Anexo E. Los datos más relevantes obtenidos a partir de la simulación *Shortcut* se muestran en la siguiente tabla

Tabla 6.7. Datos relevantes obtenidos a partir del método de simulación *Shortcut*.

Datos obtenidos a partir del método <i>Shortcut</i>	
Variables	Valor
Numero mínimo de platos	8,279
Nunero actual de platos	18,23
Plato optimo de alimentación	8,039
Relación mínima de reflujo	3,819
Carga calorífica del condensador	-27,1 Btu/h
Carga calorífica del rehedidor	33,09 Btu/h

El reporte completo de la simulación *shortcut* puede apreciarse en el Anexo F.

Luego de realizar la simulación *shortcut*, se procedió a alimentar los datos para la simulación de una torre de destilación por platos en Aspen®, se simuló la columna con 19 platos, se alimentó la mezcla inicial por el plato 9, se trabajó con una relación de reflujo 1,2 veces superior a la mínima y a presión atmosférica, la vista previa del proceso simulado se muestra en el Anexo G.

La siguiente figura muestra el diagrama de flujo del proceso de destilación por platos simulado

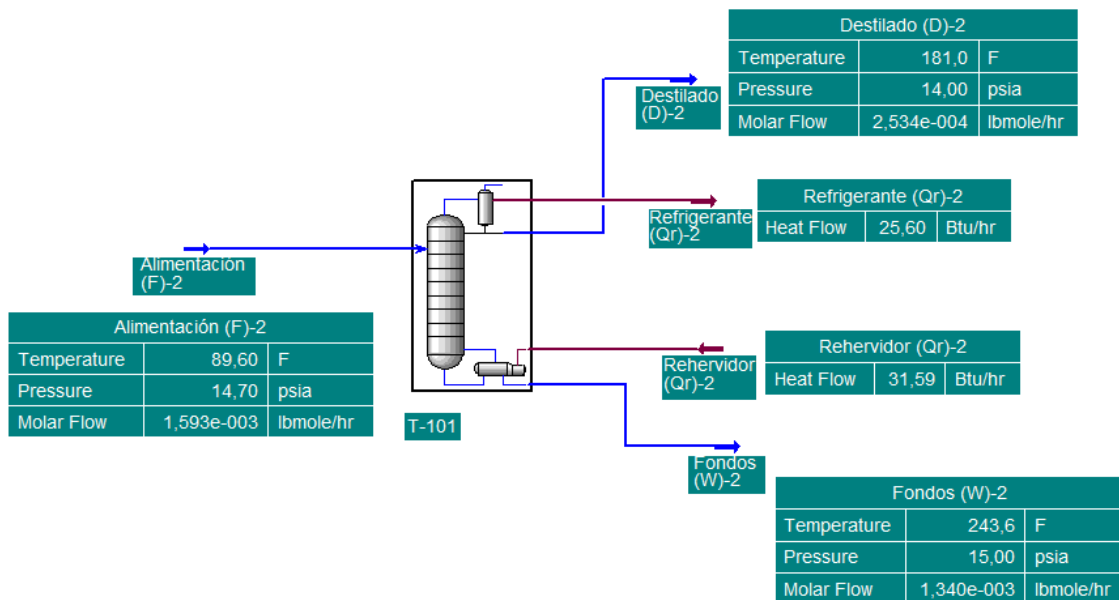


Figura 6.8. Diagrama del proceso de destilación simulado.

Los resultados del balance de materia para las corrientes de destilado y fondos de la columna de platos se presentan en las siguientes tablas:

Tabla 6.8. Balance de materia para la corriente de alimentación de la columna de platos.

Nombre de la corriente	Alimentación (F)-2			
	Balance másico		Balance molar	
	Cantidad (g)	Fracción másica	Cantidad (mol)	Fracción molar
HNO ₃	7,364	0,184	0,117	0,162
H ₂ SO ₄	26,608	0,665	0,271	0,375
H ₂ O	6,028	0,151	0,335	0,463
TOTAL	40	1,000	0,7230	1,000

Tabla 6.9. Balance de materia para la corriente de destilado de la columna de platos.

Nombre de la Corriente		Destilado (D)-2		
Componente	Balance másico		Balance molar	
	Cantidad (g)	Fracción másica	Cantidad (mol)	Fracción molar
HNO ₃	6,554	0,971	0,104	0,905
H ₂ O	0,000	0,000	0,000	0,000
H ₂ SO ₄	0,197	0,029	0,011	0,095
Total	6,751	1,000	0,1150	1,000

Tabla 6.10. Balance de materia para la corriente de fondos de la columna de platos.

Nombre de la Corriente		Fondos (W)-2		
Componente	Balance másico		Balance molar	
	Cantidad (g)	Fracción másica	Cantidad (mol)	Fracción molar
HNO ₃	0,810	0,024	0,013	0,021
H ₂ O	26,608	0,800	0,271	0,446
H ₂ SO ₄	5,831	0,175	0,324	0,533
Total	33,249	1,000	0,6081	1,000

La simulación de la columna de platos arrojó un valor para la concentración de ácido nítrico en el destilado mayor a 97%, como era de esperarse, el valor es mayor al 94% obtenido en la simulación *shortcut*, el reporte de la columna de platos se puede observar en el anexo H.

En la siguiente tabla se muestran los valores de concentración de fase líquida de agua, ácido sulfúrico y ácido nítrico a través de la columna, generados por el software.

Tabla 6.11. Valores de concentración en fase líquida de los componentes a través de la torre.

Plato	Fracción molar de H ₂ O	Fracción molar de H ₂ SO ₄	Fracción molar HNO ₃
0	0,0951	0	0,9049
1	0,166	0	0,834
2	0,254	0	0,746
3	0,352	0	0,648
4	0,4494	0	0,5506
5	0,5363	0	0,4367
6	0,6068	0	0,3932
7	0,6599	0	0,3401
8	0,6976	0	0,3023
9	0,5792	0,1923	0,2285
10	0,594	0,1921	0,2139
11	0,6109	0,1918	0,1972
12	0,6296	0,1916	0,1788
13	0,6496	0,1913	0,159
14	0,6705	0,1911	0,1384
15	0,6916	0,1908	0,1175
16	0,7123	0,1906	0,0971
17	0,732	0,1903	0,0777
18	0,7501	0,1901	0,0598
19	0,7652	0,1944	0,0436
20	0,5325	0,4463	0,0211

En la siguiente gráfica se puede apreciar el perfil de concentración de la fase líquida a través de la columna.

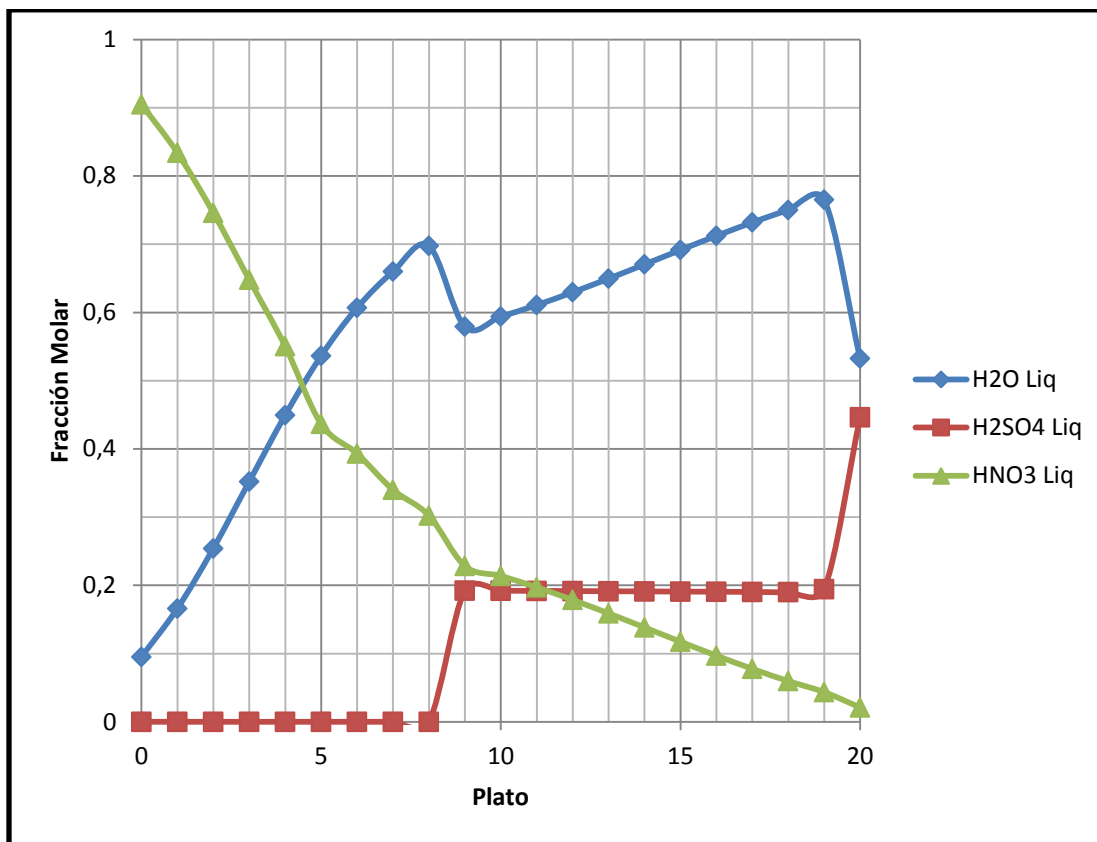


Figura 6.9. Perfil de concentración de los componentes en la columna de platos.

En la gráfica se observa una concentración nula de ácido sulfúrico en los platos superiores al plato de alimentación, esto se debe a que el ácido sulfúrico posee un punto de ebullición superior a los 200 °C, por tanto éste no se vaporiza a las condiciones del proceso. La concentración de ácido nítrico es inversamente proporcional a la concentración de agua a través de la columna, esto concuerda con la literatura.

6.6. Análisis de sensibilidad

Se obtuvieron resultados muy satisfactorios en el procedimiento experimental y la simulación, sin embargo, las condiciones a las que se trabajó fueron condiciones óptimas, por este motivo surge la necesidad de evaluar el efecto que tiene la variación de ciertas variables sobre la concentración de ácido nítrico en la corriente de destilado. Para realizar esto se modificaron los datos alimentados al simulador para el proceso de destilación en la columna de platos.

En la siguiente tabla se muestran los valores de la concentración de ácido nítrico en la corriente de destilado a diferentes valores del número de platos en la columna.

Tabla 6.12. Valores de la concentración de ácido nítrico en el destilado con respecto a la posición del plato de alimentación.

Plato de alimentación	Fracción másica de HNO ₃ en el destilado
1	0,8651
3	0,9223
5	0,9509
7	0,9652
9	0,971
13	0,956
15	0,9324
17	0,8937
19	0,8271
20 (Rehervidor)	0,7759

En la siguiente gráfica se observa un máximo en la posición del plato del medio.

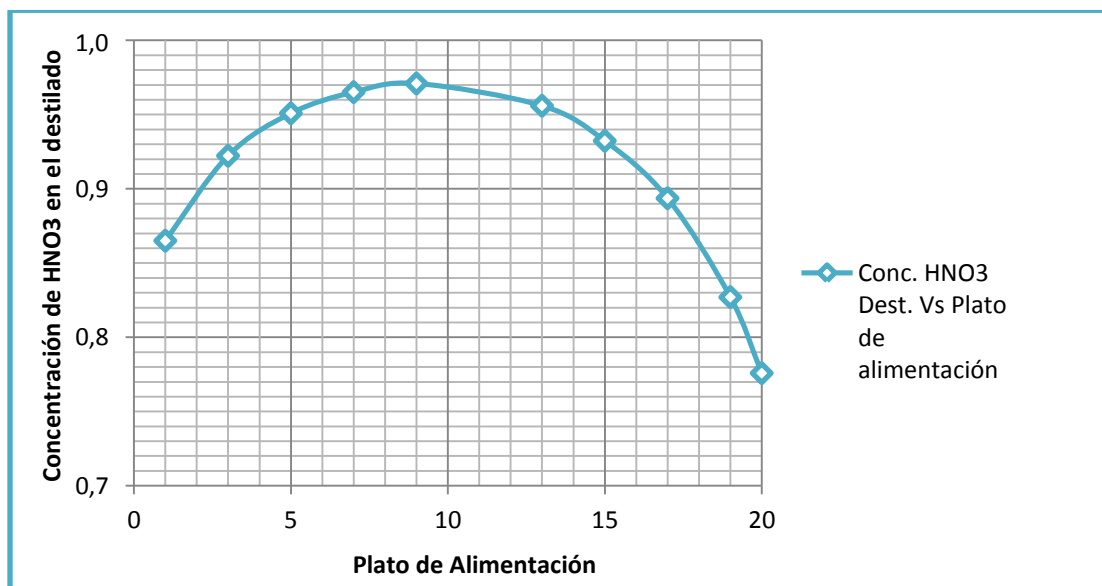


Figura 6.10. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Posición del plato de alimentación.

Tanto de la tabla como de la gráfica anterior se puede deducir que la concentración del ácido nítrico sería mayor, si se ubica el plato de alimentación en la zona media de la torre, sin embargo si se coloca en uno de los cinco primeros, la concentración también sería alta, pero no la más elevada y se vería afectada la eficiencia del proceso.

Una de las variables más importantes en los procesos de destilación es la relación de reflujo, por tanto, se alimentaron distintos valores de relación de reflujo al simulador.

Tabla 6.13. Variación de la concentración de ácido nítrico en el destilado con diferentes relaciones de reflujo.

Relación de reflujo	Fracción másica de HNO ₃ en el destilado
3,819	0,9528
4,5828	0,971
4,9647	0,9772
5,7285	0,9818
6,4923	0,9906
7,638	0,9943

Los datos muestran que la relación de reflujo no afecta considerablemente la concentración del destilado, por tanto, no es necesario asumir valores muy superiores a la relación de reflujo mínima para obtener concentraciones altas.

Los datos de la siguiente gráfica muestran un comportamiento similar a una función logarítmica, esto concuerda con la literatura [13], pues un aumento en la relación de reflujo de cualquier proceso de destilación produce un aumento en la concentración del destilado, sin embargo si se trabaja con una relación de reflujo muy alta se puede producir una inundación de la torre.

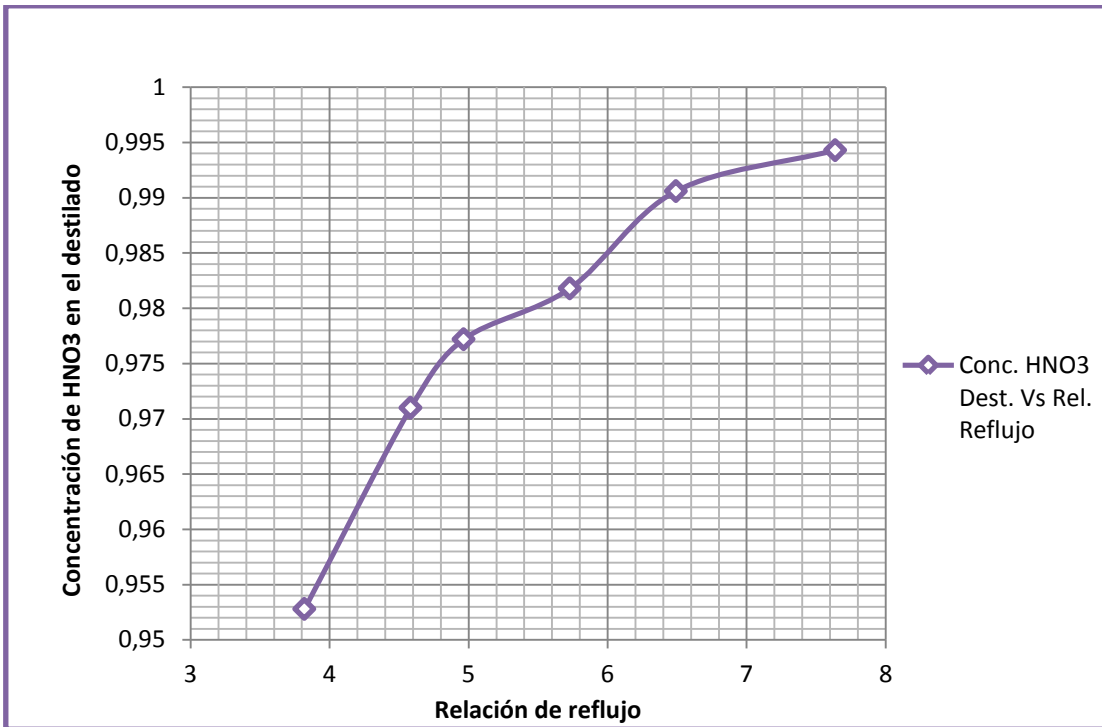


Figura 6.11. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Diferentes relaciones de reflujo.

En la siguiente tabla se presentan los valores de la concentración de HNO_3 en la corriente de destilado, dichos valores se obtuvieron variando el número de platos de la columna de destilación en la simulación realizada en Aspen[®].

Tabla 6.14. Variación de la concentración de ácido nítrico destilado con el número de platos.

N° de Platos	Conc Dest
5	0,8167
8	0,8839
10	0,911
15	0,9518
19	0,971
22	0,9806
25	0,9873
30	0,9943
35	0,9977

Concordando con la literatura [13], la concentración de ácido nítrico en el destilado es directamente proporcional al número de platos de la columna, la siguiente gráfica muestra el comportamiento de los datos.

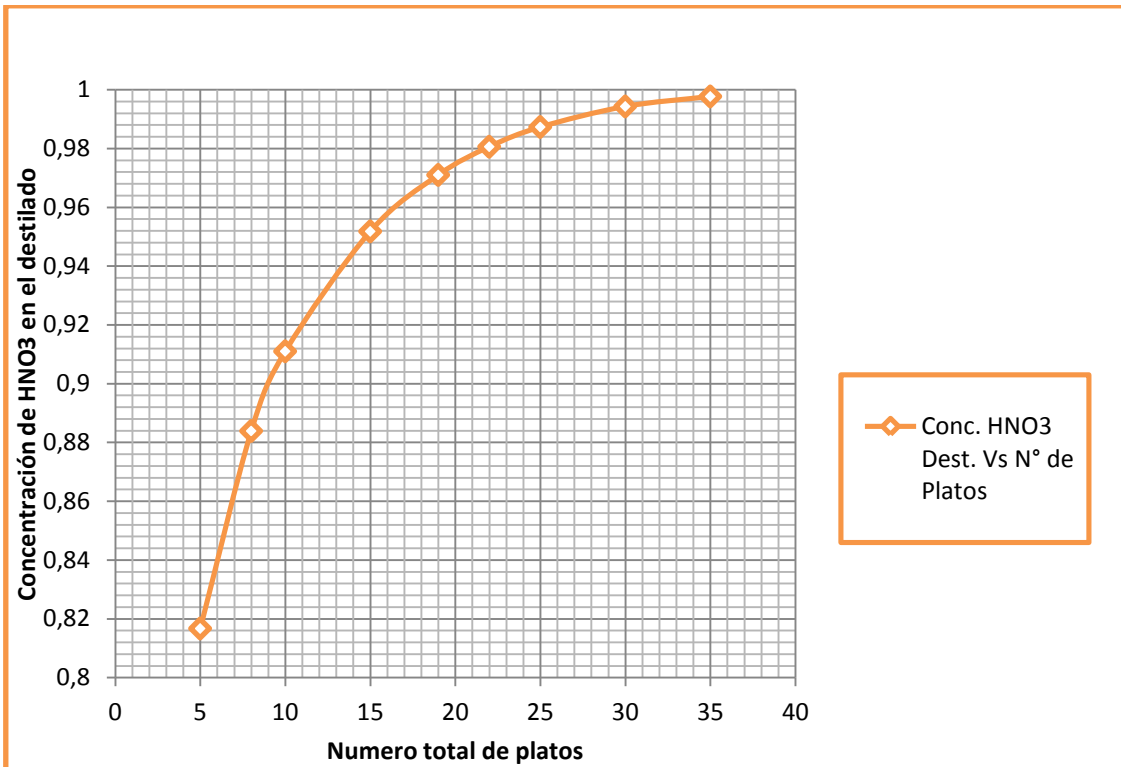


Figura 6.12. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Número de platos.

Como podemos observar en la gráfica, la concentración crece de forma logarítmica conforme se añaden platos, desde 5 platos hasta 19 platos se presenta un aumento significativo (aproximadamente del 16%) en la concentración, sin embargo, a partir de 20 platos la concentración aumenta en menor proporción, por lo tanto, no es rentable la implementación de una columna con más de 19 platos, pues el aumento en la producción no compensa los costos de instalación y mantenimiento de los platos añadidos; sin embargo, tampoco es recomendable trabajar con una columna con menos de 10 platos, puesto que las concentraciones obtenidas, a pesar de ser altas, no cumplen con la meta del experimento.

La siguiente tabla muestra las composiciones de salida de las corrientes de destilado y fondos obtenidas a partir de la variación de la relación másica H_2SO_4 : HNO_3 (acuoso) en la corriente de alimentación. La variación de estos datos se realizó en la simulación previamente implementada en.

Tabla 6.15. Variación de la composición de salida de las corrientes de productos finales con la razón másica inicial.

Relación másica H ₂ SO ₄ : HNO ₃ acuoso	DESTILADO			FONDOS		
	HNO ₃	H ₂ SO ₄	H ₂ O	HNO ₃	H ₂ SO ₄	H ₂ O
0,5 : 1	0,9772	0,0000	0,0228	0,2431	0,4006	0,3563
1 : 1	0,9788	0,0000	0,0212	0,1321	0,6015	0,2664
1,5 : 1	0,9787	0,0000	0,0213	0,0660	0,7218	0,2122
2 : 1	0,9708	0,0000	0,0292	0,0244	0,8003	0,1754
2,5 : 1	0,9107	0,0000	0,0893	0,0040	0,8590	0,1371
3 : 1	0,8082	0,0000	0,1918	0,0007	0,9023	0,0970
3,5 : 1	0,7219	0,0000	0,2781	0,0002	0,9360	0,0638
4 : 1	0,6515	0,0000	0,3485	0,0001	0,9624	0,0375

Los anteriores datos muestran que para relaciones másicas menores a 2:1 se obtienen concentraciones de ácido nítrico en el destilado mayores al 97%, sin embargo, la explicación de este fenómeno radica en que el ácido sulfúrico cumple su función de desplazar el azeótropo, sin embargo, la concentración de ácido sulfúrico es muy baja como para desplazarlo completamente, por tanto, una gran parte del ácido nítrico no se separa del agua y se queda en los fondos, mientras que la poca cantidad que se separa se obtiene a concentraciones muy altas

En el caso de la relación 2:1 se obtiene una concentración de ácido nítrico de aproximadamente 97,1% en el destilado y una concentración de ácido nítrico menor al 3% en los fondos, esto significa que el azeótropo se desplaza completamente y por tanto se obtienen grandes cantidades de ácido nítrico a altas concentraciones en la corriente de destilado.

Para relaciones mayores a 2:1 se obtienen concentraciones de ácido nítrico en el destilado menores al 92%, esto se debe a que la cantidad de ácido sulfúrico es mayor a la óptima y por lo tanto el ácido nítrico se destila mucho más rápido, quedando en la columna únicamente ácido sulfúrico y agua, por tanto la columna empieza a destilar agua únicamente, lo cual hace que la concentración de destilado sea muy baja, la cantidad de agua en el destilado para la relación 4:1 es tan alta que incluso se presenta nuevamente la formación del azeótropo entre agua y ácido nítrico en la corriente de destilado.

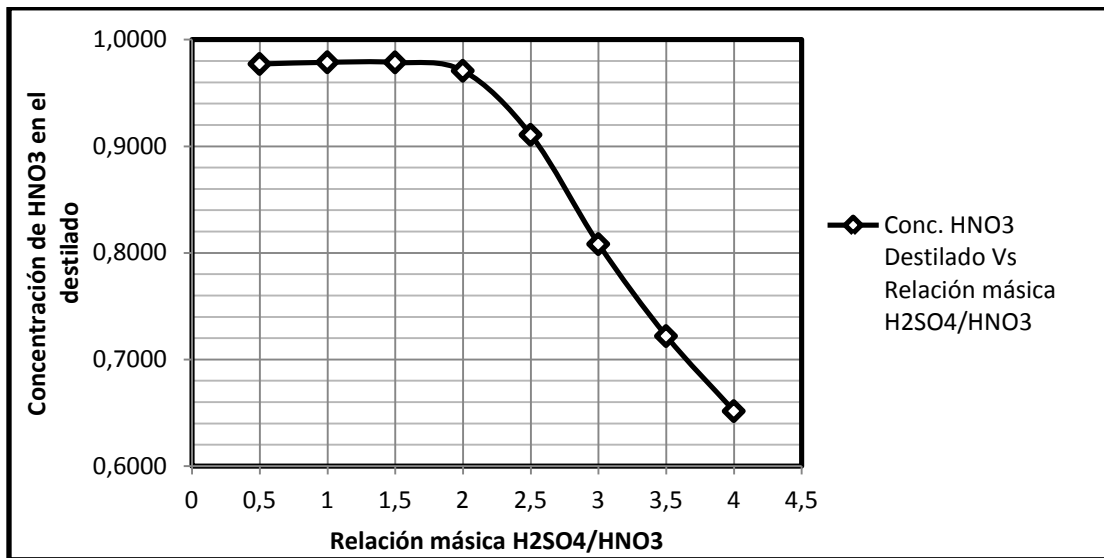


Figura 6.13. Concentración de ácido nítrico destilado vs. Relación másica.

Como se especificó en el párrafo anterior, es recomendable trabajar con relaciones de H₂SO₄ / HNO₃ inferiores a la de 2:1, ya que si se utilizara una relación mayor, habría en el rehervidor una cantidad muy grande de ácido sulfúrico lo cual necesitaría una mayor cantidad de energía para que empezara a ebullición la mezcla total, esto implica un aumento repentino en la temperatura de ebullición de la mezcla inicial haciendo que el ácido nítrico se destile mas rápido arrastrando el agua consigo y disminuyendo la eficiencia del proceso.

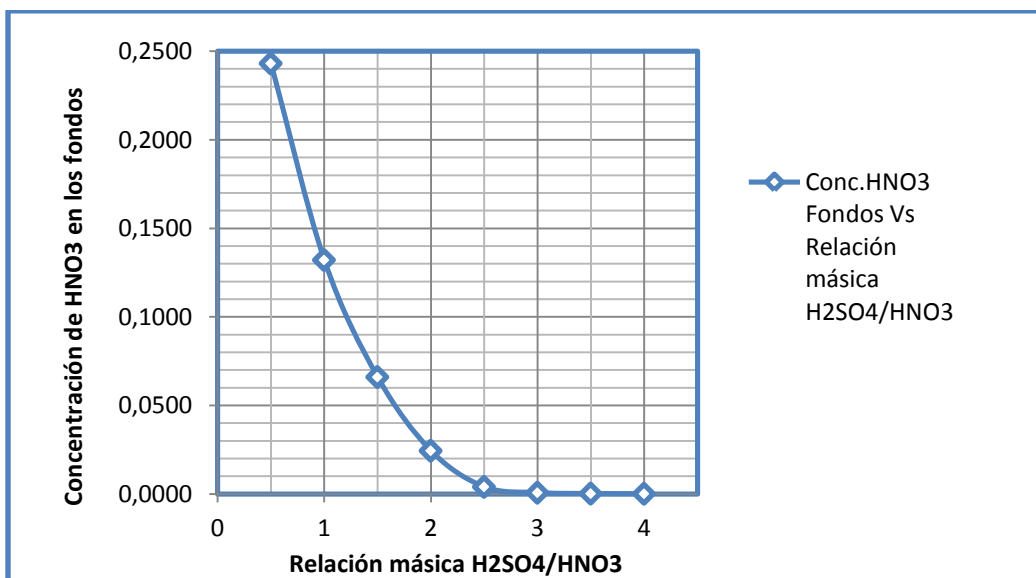


Figura 6.14. Concentración de ácido nítrico de los fondos vs. Relación másica inicial.

Se define la eficiencia de destilación como la cantidad de ácido nítrico destilado sobre la cantidad de ácido nítrico alimentado, la siguiente tabla muestra las eficiencias del proceso a distintas relaciones másicas $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$

Tabla 6.16. Variación de la eficiencia del ácido nítrico y la razón másica inicial.

Relación másica $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ acuoso	Eficiencia HNO_3
0,5 : 1	0,44939496
1 : 1	0,60071234
1,5 : 1	0,7506789
2 : 1	0,88984936
2,5 : 1	0,97882611
3 : 1	0,99575243
3,5 : 1	0,99863739
4 : 1	0,99924462

En la siguiente gráfica, se muestran las curvas de concentración y de eficiencia en función de la relación másica de alimentación.

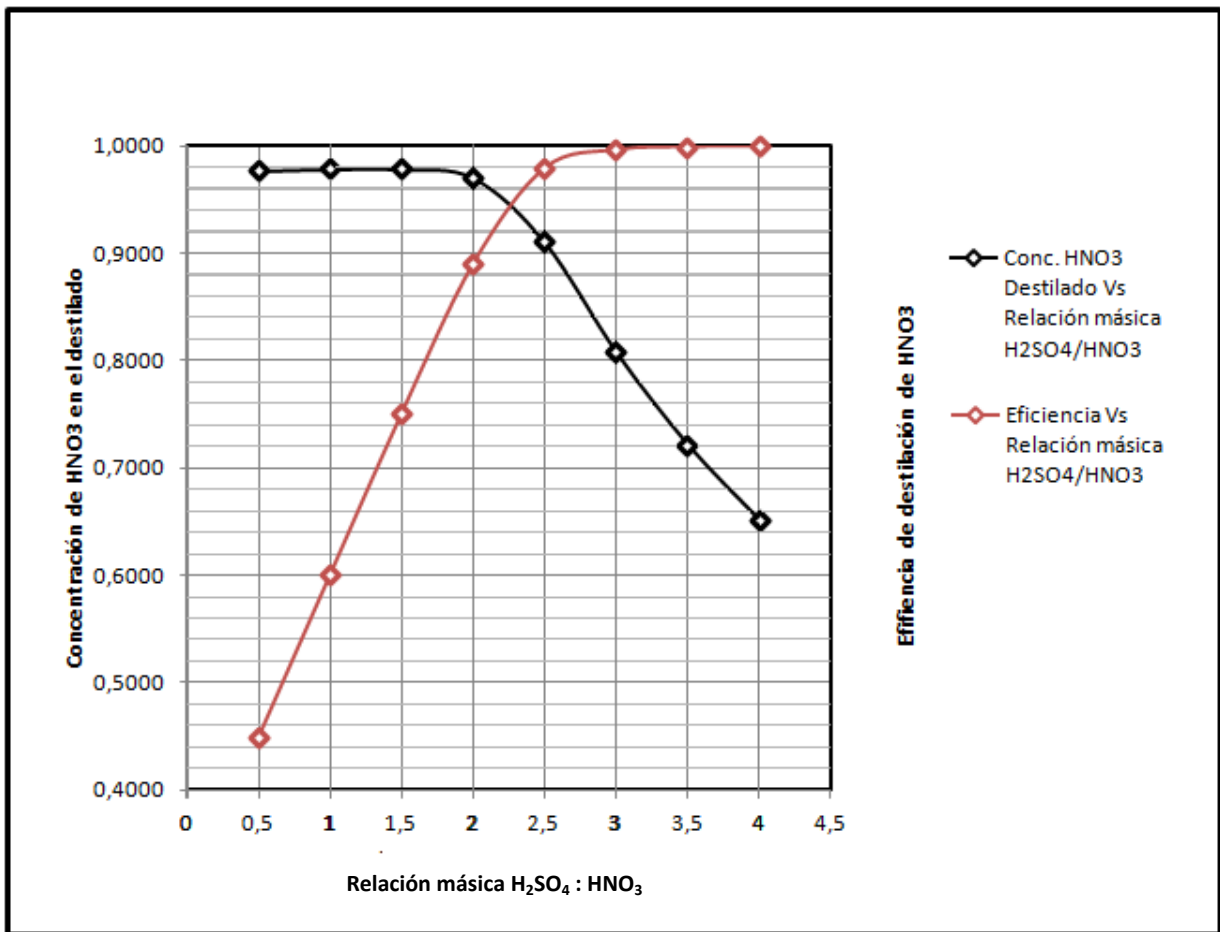


Figura 6.15. Eficiencia/Concentración de destilado vs. Relación másica inicial.

Como podemos observar, la relación más indicada está entre 2:1 y 2,5:1, ya que se obtiene una concentración muy alta de ácido nítrico en el destilado y una eficiencia de destilación superior al 88%.

7. CONCLUSIONES

En este trabajo, la conceptualización del proceso proporciona datos relevantes para llevar a cabo un proyecto en mayor escala, tales como; concentración inicial de la mezcla, temperatura de operación, número de platos, eficiencia, entre otros.

La concentración de ácido sulfúrico en la corriente de alimentación afecta significativamente la concentración de ácido nítrico en el destilado y en los fondos.

A relaciones másicas ácido sulfúrico/ácido nítrico menores a 2:1 en la mezcla inicial se obtienen concentraciones de fondos altas, por lo cual el proceso sería muy poco eficiente; sin embargo, a relaciones mayores a 2,5:1 se presenta un desplazamiento excesivo del azeótropo, lo cual provoca una disminución en la concentración de ácido nítrico en el destilado.

Para obtener un máximo en la concentración del ácido nítrico destilado, el proceso debe operar con una eficiencia de aproximadamente un 89%. Con esa eficiencia se obtiene una concentración final de 97%. Si la eficiencia aumenta, la concentración final del destilado disminuye, lo cual se refleja en un mayor consumo tanto de reactivos como de energía.

La relación másica ácido sulfúrico/ácido nítrico ideal en la corriente de alimentación se encuentra en el intervalo entre 2:1 y 2,5:1

Otros factores importantes en el momento de diseñar el proceso a escala industrial son el plato de alimentación, el cual debe estar ubicado en la zona media de la columna; en éste caso para una columna de 19 platos, el plato de alimentación debe estar ubicado en el noveno plato.

La relación de reflujo interna es una variable que no afecta el proceso de modo significativo.

La temperatura inicial para la destilación es directamente proporcional a la concentración de ácido sulfúrico en la mezcla inicial.

En general el proceso es eficiente desde el punto de vista energético y en cuanto al rendimiento de los reactivos; siempre y cuando se manejen las razones adecuadas.

RECOMENDACIONES

Se debe realizar el proceso experimental en instalaciones acondicionadas, se debe contar con un debido sistema de extracción de gases y máscaras protectoras para evitar la inhalación de vapores.

Si el proceso se lleva a cabo a escala de laboratorio en un montaje de vidrio, se debe utilizar un refrigerante potente, que permita obtener el destilado en fase líquida, o bien, implementar un sistema de recolección de gas que minimice las fugas de ácido nítrico gaseoso hacia el entorno.

Si el proceso se lleva a cabo en escala piloto, se debe realizar en un equipo que posea tuberías, platos y demás partes metálicas con recubrimiento de politetrafluoroetileno (PTFE).

El ácido nítrico azeotrópico es una sustancia fumante, por tanto generalmente se encuentra en forma de mezcla líquido-gas, por lo cual se recomienda su almacenamiento a temperaturas muy bajas en recipientes de vidrio.

En el momento de implementar el proceso, se debe elegir una relación eficiencia/concentración de destilado apropiada, dependiendo de los requerimientos de la planta.

La relación de reflujo es una variable poco significativa en el proceso, sin embargo se recomienda que los valores asumidos estén cercanos a la relación mínima para evitar una inundación en la columna.

Para futuras investigaciones en el área se recomienda realizar el diseño de la columna de destilación y la evaluación económica del proceso. También se recomienda trabajar en la implementación de un sistema de recuperación del ácido sulfúrico para operar el proceso con flujo continuo.

Puesto que el proceso es eficiente desde el punto de vista energético y en cuanto al rendimiento de los reactivos, sería necesario realizar un análisis beneficio/costo para llevarlo a cabo en una escala más grande, puesto que se estarían manejando grandes cantidades de ácido sulfúrico.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]. M.H. Bauer, J. Stichlmair. *Design and economic optimization of azeotropic distillation processes using mixed-integer nonlinear programming*. *Computers Chem Engng*, 1.998; 9: 1271-1286.
- [2]. B. Guedes, M. Feitosa, L. Vasconcelos, A. Araujo y R. Brito en su artículo "Sensitiviti and dynamic behavior analysis of an industrial azeotropic distillation column", 2007; 56; 270–277.
- [3]. C. Ponce de León, R.W. Field. *Comparison of anionic membranes used to concentrate nitric acid to beyond the azeotropic mixture*. *Journal of Membrane Science*, 2.000; 171: 67-77.
- [4]. Baichao A, Guijuan J, Wenying W, Shucaí G, Jijing X, Guimei G, et al. *Azeotropic distillation-assisted preparation of nanoscale gamma-alumina powder from waste oil shale ash*. *Chemical Engineering Journal*, 2010; 157: 67–72.
- [5]. F.A. Cotton, G. Wilkinson; *Química Inorgánica Avanzada*; Ed. Limusa; México.
- [6]. Brandani S, Brandani V. *Vapor-liquid equilibrium calculation of the system water-nitric acid over the entire concentration range*. *Fluid Phase Equilibria*, 1.995; 114: 37-45.
- [7]. K. Scott Sportsman , et. al. *The dehydration of nitric acid using pervaporation and a nafion perfluorosulfonate/perfluorocarboxylate bilayer membrane*. 2001.
- [8]. Mortimer, C; *Química General*; 5^{ta} edición; 1989
- [9] Guía para el manejo seguro y gestión ambiental de 25 sustancias químicas; disponible en:
http://www.minambiente.gov.co/documentos/44_guias_para_manejo_seguro_y_gestion_ambiental_25_sust_quim.pdf
- [10]. Elvers B, Hawkins S; *Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry*; Volumen 17; Quinta edición; Editorial VCH; New York, U.S.A.; 1989.

[11]. R.H. Perry, D.W. Green, J.O. Maloney, Perry's Chemical Engineer's Handbook, McGraw-Hill, New York, 1999.

[12]. H.C. Van Ness, J.M. Smith, M.M. Abbott, Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics, McGraw-Hill, New York, 1996.

[13]. C. J. Geankoplis; Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias; tercera edición; México, 1998.

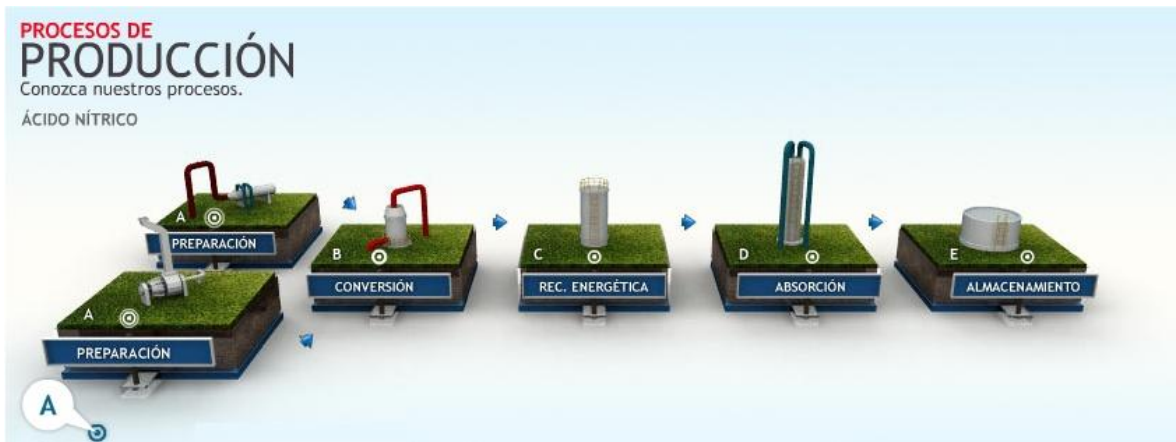
[14]. Rainer, Maurer y Bastch; Krupp Uhde Nitric Acid Technology; Enhanced Plant design for the production of azeotropic nitric acid.

[15]. R.C. Reid, J.M. Prausnitz, T.K. Sherwood; *The properties of gases and liquids*; 3rd edition; 1977.

ANEXO A

PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ÁCIDO NÍTRICO USADO ACTUALMENTE.

Imagen disponible en: <http://www.abocol.com>



- A. **PREPARACIÓN DE AIRE:** Captar el aire del medio ambiente para tratarlo en un sistema de compresión y así elevar la presión para posteriormente mezclarlo con el amoníaco sobrecalentado. Esto genera una mezcla apropiada para la conversión a gases nitrosos.
- A. **PREPARACIÓN DE AMONÍACO:** Vaporización y sobrecalentamiento del amoníaco líquido proveniente de la planta de amoníaco, para su posterior uso en el reactor.
- B. **CONVERSIÓN:** Transformación de la mezcla amoníaco – aire en gases nitrosos, a través de un reactor catalítico que utiliza una gasa de platino. Permite generar una corriente gaseosa rica en óxido nitroso y dióxido nitroso, componentes fundamentales en la fabricación del ácido nítrico.
- C. **RECUPERACIÓN ENERGÉTICA:** La producción del ácido nítrico involucra reacciones altamente exotérmicas, lo cual se traduce en temperaturas de operación para el reactor con valores cercanos a los 1700 °F. Por ello, se hace necesario efectuar recuperaciones energéticas que permiten la degradación de esta carga térmica con el fin de favorecer la absorción y la

eficiencia del proceso. Esta energía es aprovechada en los procesos de generación de vapor y calentamiento de condensados.

- D. ABSORCIÓN: Inyección de gases nitrosos a la parte inferior de una torre de absorción refrigerada, mientras que por la parte superior ingresa agua desmineralizada para producir ácido nítrico a una concentración del 55% w/w.
- E. ALMACENAMIENTO: Todo el ácido producido es almacenado para su posterior comercialización y/o uso en otros procesos productivos.

ANEXO B

FICHAS DE SEGURIDAD DE LOS REACTIVOS.

Disponibles en: <http://www.toxicologia.cl/descargas/FICHAS.htm>

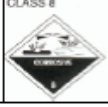
1. Ácido nítrico.

I.- IDENTIFICACIÓN		II.- PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS		III.- PROPIEDADES TOXICOCINÉTICAS
Nombre Químico	ÁCIDO NÍTRICO (70%)	ESTADO FÍSICO	Líquido	VÍAS DE INGRESO AL ORGANISMO Y ABSORCIÓN
Formula Química	HNO₃	COLOR	entre incoloro y amarillo	
Familia Química	Ácidos inorgánicos, nitratos.	OLOR	acre.	El ácido nítrico puede ingresar al organismo y absorberse mediante inhalación del vapor o por ingestión del líquido. Además es posible la entrada de ácido a través de la piel.
Fuentes	Manufactura de nitrocompuestos, fertilizantes, fotograbado, fabricación de pólvora, lacas y nitrocelulosa. Se encuentra en la fermentación en silos de forraje y maíz.	VISCOSIDAD	2 cP (20° C)	
CLASIFICACIÓN EPA.	D002: Corrosivo D003: reactivo con agua	SOLUBLE EN AGUA	Soluble en todas las proporciones.	BIOTRANSFORMACIÓN
CLASIFICACIÓN ONU	CLASE 8: SUSTANCIA TÓXICA Y/O CORROSIVA (NO COMBUSTIBLE/SUSCEPTIBLE AL AGUA) CLASE 2.3: TÓXICO POR INHALACIÓN	SOLUBILIDAD EN SOLVENTES ORGÁNICOS	Información no disponible.	El ácido nítrico que ingresa al organismo por inhalación de sus vapores, en el organismo es convertido en nitratos que posteriormente se reduce a nitritos con la consecuente formación de metahemoglobina (ión ferroso se oxida a ión férrico), por lo que la hemoglobina liga irreversiblemente el oxígeno impidiendo la respiración del sistema.
Números de registro	Sinónimos comunes	PUNTO EBULLICIÓN.	121 °C	TIEMPO DE VIDA MEDIA
CAS : 7697-37-2	Nitrato de Hidrogeno.	PUNTO CONGELACIÓN.	(-) 41,6 °C.	Información no disponible, ya que depende de la vía de ingreso, de la cantidad o dosis de contacto, ingestión o inhalación.
RTECCS : QU5775000	Aqua fortis	PESO MOLECULAR	63,0	
UN : 2031		INFLAMABILIDAD	NO INFLAMABLE	VÍAS DE ELIMINACIÓN.
EINECS : 231-714-2		DENSIDAD RELATIVA	1,41 g/cm ³	
Ocupaciones con riesgo de exposición		ESTABILIDAD	Estable a T ^{ambiente} inestable a altas T [°] .	Se eliminan como conjugados de metahemoglobina y sulfhemoglobina a través de la orina.
Trabajadores de:	Fabricas de fertilizantes Talleres de aviación Industria química Industria de armas. Empresas de fotograbado Fabricas de aparatos electricos	COEFICIENTE DE PARTICIÓN	No disponible	
		PRESIÓN DE VAPOR	6,4 K.Pa (20°C)	V.- REACTIVIDAD / INCOMPATIBILIDAD
MECANISMO DE ACCIÓN		<p>1. El ácido nítrico descompone al calentarlo suavemente, produciendo óxidos de nitrógeno. La sustancia es un oxidante fuerte y reacciona violentamente con materiales combustibles y reductores como trementina, carbón, alcohol, etc.</p> <p>2. La sustancia es un ácido fuerte, reaccionará violentamente con bases y es corrosivo para metales.</p> <p>3. Reacciona con compuestos orgánicos como acetona, ácido acético, etc. originando peligro de incendio y explosión.</p> <p>4. No polimeriza.</p> <p>5. No es combustible pero facilita la combustión de otras sustancias. Se descompone con calor y genera óxidos de nitrógeno, muy tóxicos.</p>		
Toxicidad en animales	Toxicidad en medio ambiente			
LC50 (Inhalación) : 0,17 mg/l/4 horas (NIOSH,RETCS)	Es una sustancia peligrosa para el medio ambiente ya que se acumula en organismos acuáticos, dañandolos. Además en zonas industrializadas este ácido contamina las aguas, solubilizando algunos minerales de los suelos disminuyendo la capacidad de éstos de soportar la vida vegetal, alterando el equilibrio ecológico.			

Esta ficha de seguridad se encuentra inscrita en el Centro de Documentación de la Corporación RITA-CHILE Fono: (56 - 02) 7771994 www.ritachile.cl



2. Ácido sulfúrico.

I.- IDENTIFICACIÓN		II.- PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS		III.- PROPIEDADES TOXICOCINETICAS
Nombre Químico	Acido sulfúrico 98%	ESTADO FÍSICO	Líquido a T ambiente	VIAS DE INGRESO AL ORGANISMO Y ABSORCIÓN
Formula Quimica	H ₂ SO ₄	COLOR	Incoloro (puro) amarillo-café (impuro)	
Familia Quimica	Acido Inorgánico (irritante)	OLOR	Inodoro.	La principal vía de ingreso al organismo es la vía 1.- respiratoria, (efecto irritante directo). 2.- Ingestión (quemaduras digestivas y dentarias) 3.- Dérmica (quemadura cutánea y carbonización de la piel por la gran afinidad del ácido con agua).
Fuentes	Manufactura del sulfato y fosfato de amonio, producción de fertilizantes, pigmentos inorgánicos, fibras textiles, nitratos, plásticos, detergentes. Además se utiliza en la refinería de petróleo, etc.	VISCOSIDAD	25 Cp. (25°C)	
		SOLUBILIDAD EN AGUA	Soluble en todas las proporciones con liberación de mucho calor (reacción exotérmica)	
CLASIFICACIÓN EPA.	D002: Corrosivo D003: reactivo con agua	SOLUBILIDAD EN SOLVENTES ORGÁNICOS		BIOTRANSFORMACIÓN
CLASIFICACIÓN ONU	CLASE 8: SUSTANCIA REACTIVA; CON AGUA CORROSIVA	Soluble en etanol en todas las proporciones con generación de calor.		H ₂ SO ₄ es absorbido por la membrana mucosa y el anión sulfato pasa a formar parte del pool de aniones sulfato del organismo conjugándose con otras sustancias.
Números de registro	Sinónimos comunes	pH		TIEMPO DE VIDA MEDIA
CAS : 7664-93-9	Acido de baterías	PUNTO EBULLICIÓN	< 3,0	Información no disponible ya que depende de factores como vía de Ingreso al organismo, dosis ingerida, Inhalada o en contacto con la piel, etc.
RTECS : WS5600000	Acéite de vitriol	PUNTO CONGELACIÓN.	327 °C.	
UN : 1830	H ₂ SO ₄	PESO MOLECULAR	10 °C.	VIAS DE ELIMINACIÓN.
EINECS : 231-639-5	Sulfato de Hidrogeno	INFLAMABILIDAD	98,08.	El ácido sulfúrico se transforma en aniones sulfato y es eliminado a través de la orina combinado con otras sustancias químicas.
Ocupaciones con riesgo de exposición.		DENSIDAD RELATIVA	No inflamable	El ácido sulfúrico no se acumula en el organismo.
Trabajadores de:		ESTABILIDAD	1.844 (15 °C)	V.- REACTIVIDAD / INCOMPATIBILIDAD
Fábricas de aparatos electricos	Fábricas de fertilizantes	COEFICIENTE DE PARTICIÓN	Estable a Tª ambiente	
Fábricas de baterías.	Fundiciones	PRESIÓN DE VAPOR	Descompone a 340°C	1. Sustancia muy reactiva. 2. Reacciona violentamente con agua, acetónitrilo, cloratos nitratos, percloratos, picratos, permanganatos, metales anilina, etilendiamina, alcoholes, peróxido de hidrogeno, potasio, sodio, etilenglicol, etc. 3. Además es muy corrosivo para metales como fierro, aluminio, níquel y zinc. 4. No actúa sobre el plomo ni el mercurio. 5. Tiene gran afinidad por el agua extrayéndola de la materia orgánica carbonizándola. Además descompone las sales de todos los ácidos excepto del ácido salicílico.
Industria de la celulosa y papel.	Empresas de galvanoplastia	MECANISMO DE ACCIÓN		
Industria de sustancias corrosivas.	Industria del caucho	El ácido sulfúrico inhibe la cadena respiratoria, además forma sulfohemoglobina, es hepatotóxico y genera enfermedades hematológicas. La sulfohemoglobina posee un bajo porcentaje de afinidad por el oxígeno afectando la oxigenación tisular.		
Fábricas de aparatos cromados.	Laboratorios químicos.	Es irritante de las vías respiratorias, al inhalar las nieblas se produce depleción de alcalis que determina acidosis metabólica que afecta principalmente al SNC y puede generar neumonias químicas.		
IV.- TOXICOLOGÍA Y EFECTOS DE RIESGO		Toxicidad en animales		 
MECANISMO DE ACCIÓN		Toxicidad en medio ambiente		
El ácido sulfúrico inhibe la cadena respiratoria, además forma sulfohemoglobina, es hepatotóxico y genera enfermedades hematológicas. La sulfohemoglobina posee un bajo porcentaje de afinidad por el oxígeno afectando la oxigenación tisular.		Es una sustancia peligrosa para el medio ambiente ya que es corrosivo, su anión se acumula en organismos acuáticos, dañandolos. Además en zonas industrializadas este ácido contamina las aguas, solubilizando algunos minerales de los suelos disminuyendo la capacidad de éstos de soportar la vida vegetal, alterando el equilibrio ecológico.		
Toxicidad en animales		Toxicidad en medio ambiente		
LC50 (inhalación) : 18 mg/m3 (Guinea Pigs)				
Es altamente tóxico por vía inhalatoria y moderadamente tóxico por ingestión en animales.				
Dosis letal en ratas (2 horas): 510 mg/m3				
El ácido sulfúrico no es teratogénico en animales.				
Severamente irritante en conejo tanto en piel como ocular.				

Esta ficha de seguridad se encuentra inscrita en el Centro de Documentación de la Corporación RITA-CHILE. Fono: (56 - 02) 7771994 www.ritachile.cl



ANEXO C

GUÍA DE OBSERVACIÓN PARA LA CARCTERIZACIÓN FINAL

Solución No_____

COMPOSICIÓN DE LA SOLUCIÓN DE ALIMENTACIÓN (%)		
HNO ₃	H ₂ O	H ₂ SO ₄

COMPOSICIÓN DEL DESTILADO (%)		
HNO ₃	H ₂ O	H ₂ SO ₄

OBSERVACIONES

ANEXO D
CÁLCULOS

D1. Fase preliminar.

Muestra 1:

Temperatura: 110°C

Fase líquida: 1ml de ácido nítrico en el balón

Densidad de la solución en fase líquida: 1,210 g/ml

$V_1 = 68,3$ ml de NaOH

$C_1 = 0,1$ N

$V_2 = 1$ ml HNO_3 fase líquida.

$C_2 = 6,83$ N = 6,83 M

Por lo tanto:

$$6,83 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \frac{63,0129 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1,210 \text{ g}} = 0,3557 \frac{\text{g}}{\text{g}} = \mathbf{35,57\% P/P de HNO_3}$$

Fase vapor: 1ml de ácido nítrico condensado

Densidad de la solución condensada (fase vapor): 1,010 g/ml

$V_1 = 4,40$ ml de NaOH

$C_1 = 0,1$ N

$V_2 = 1$ ml HNO_3 fase vapor.

$C_2 = 0,44$ N = 0,44 M

Por lo tanto:

$$0,44 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \frac{63,0129 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1,010 \text{ g}} = 0,0275 \frac{\text{g}}{\text{g}} = \mathbf{2,75\% P/P de HNO_3}$$

D2. Fase experimental.

Ensayo 1 (40 g de mezcla)

Razón: 1:1 (20 g: 20 g)

Densidades.

H_2SO_4 (97%)= 1,84 g/ml

HNO_3 (55%)= 1,3150 g/ml

Como los reactivos están líquidos pasamos los pesos a volúmenes:

$$20gH_2SO_4 \times \frac{1\text{ ml}}{1,84\text{ g}} = \mathbf{10,87\text{ ml}}$$
$$20gHNO_3 \times \frac{1\text{ ml}}{1,3150\text{ g}} = \mathbf{15,21\text{ ml}}$$

Resultados de la titulación:

Volumen de NaOH consumido: 98 ml

Densidad de la solución condensada:1,450 g/ml

V_1 = 98 ml de NaOH

N_1 =0,1 N

V_2 =20 ml HNO_3 .

N_2 =0,49 N = 0,49 M

Éste valor corresponde a la concentración de la solución diluida hasta 20 ml de HNO_3 , luego para saber la concentración de la alícuota de 0,5 ml se recurrió a la relación de las diluciones:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

V_1 = 20 ml de HNO_3

C_1 =0,49 M

V_2 =0,5 ml HNO_3 .

C_2 =19,6 M

Por lo tanto:

$$19,6 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \frac{63,0129 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1,450 \text{ g}} = 0,8518 \frac{\text{g}}{\text{g}} = \mathbf{85,18\% P/P de HNO_3}$$

Ensayo 2 (40 g de mezcla)

Razón: 2:1 (26,7 g: 13,33 g)

Densidades.

H₂SO₄ (97%)= 1,84 g/ml

HNO₃ (55%)= 1,3150 g/ml

Pasando los pesos a volúmenes:

$$26,7 \text{ g H}_2\text{SO}_4 \times \frac{1 \text{ ml}}{1,84 \text{ g}} = \mathbf{14,51 \text{ ml}}$$
$$13,33 \text{ g HNO}_3 \times \frac{1 \text{ ml}}{1,3150 \text{ g}} = \mathbf{10,14 \text{ ml}}$$

Resultados de la titulación:

Volumen de NaOH consumido: 110 ml

Densidad de la solución condensada: 1,470 g/ml

V₁= 110 ml de NaOH

N₁=0,1 N

V₂=20 ml HNO₃.

N₂=0,55 N = 0,55 M

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

V₁= 20 ml de HNO₃

C₁=0,55 M

V₂=0,5 ml HNO₃.

$C_2=22 \text{ M}$

Por lo tanto:

$$22 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \frac{63,0129 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1,470 \text{ g}} = 0,9431 \frac{\text{g}}{\text{g}} = \mathbf{94,31 \% P/P \text{ de } HNO_3}$$

Ensayo 3 (40 g de mezcla)

Razón: 3:1 (30 g: 10 g)

Densidades.

H_2SO_4 (97%)= 1,84 g/ml

HNO_3 (55%)= 1,3150 g/ml

Pasando los pesos a volúmenes:

$$30gH_2SO_4 \times \frac{1 \text{ ml}}{1,84 \text{ g}} = \mathbf{16,30 \text{ ml}}$$
$$10gHNO_3 \times \frac{1 \text{ ml}}{1,3150 \text{ g}} = \mathbf{7,60 \text{ ml}}$$

Resultados de la titulación:

Volumen de NaOH consumido: 105,5 ml

Densidad de la solución condensada: 1,475 g/ml

$V_1= 105,5 \text{ ml}$ de NaOH

$N_1=0,1 \text{ N}$

$V_2=20 \text{ ml}$ HNO_3 .

$N_2=0,5275 \text{ N} = 0,5275 \text{ M}$

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$V_1= 20 \text{ ml}$ de HNO_3

$C_1=0,5275 \text{ M}$

$V_2=0,5 \text{ ml}$ HNO_3 .

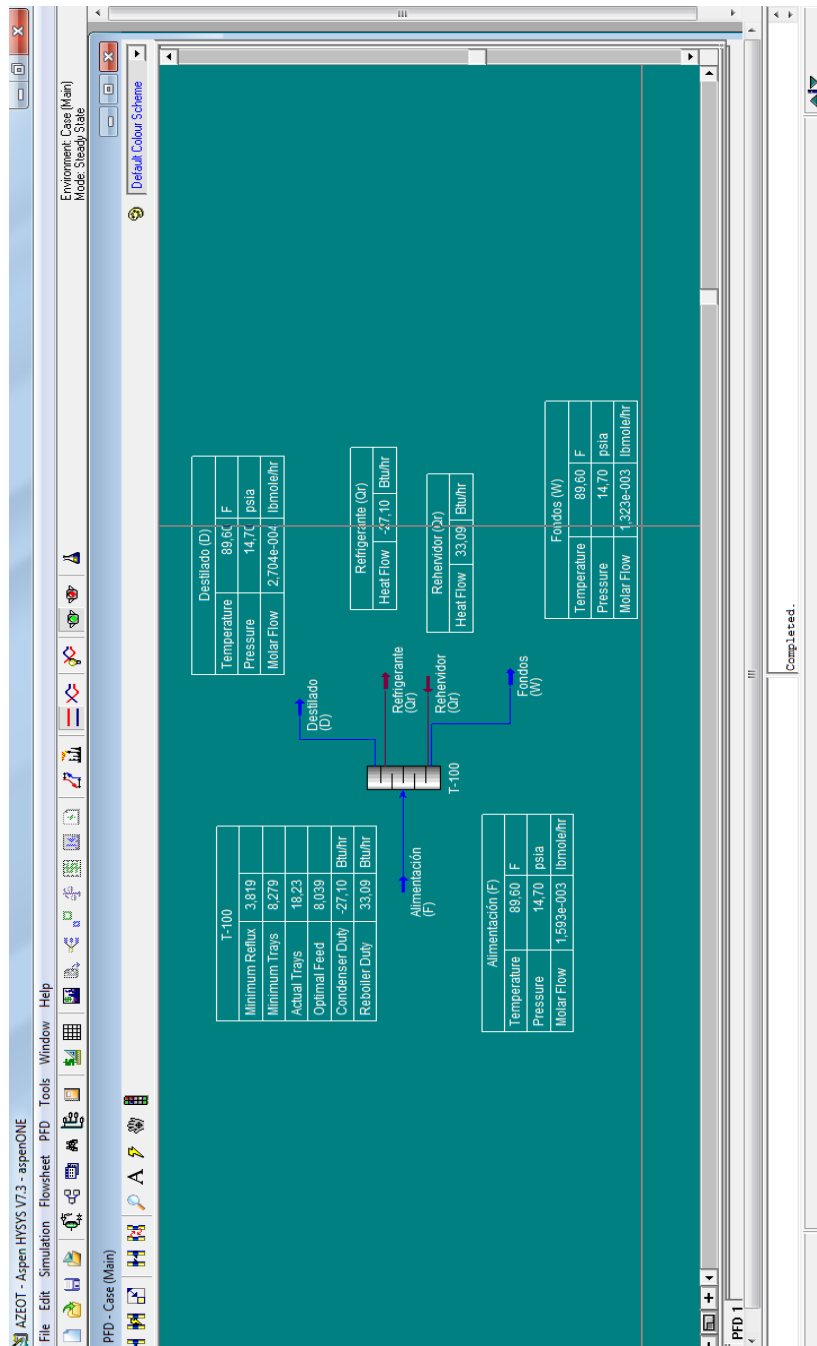
$C_2=21,1 \text{ M}$

Por lo tanto:

$$21,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times \frac{63,0129 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1,470 \text{ g}} = 0,9045 \frac{\text{g}}{\text{g}} = \mathbf{90,45 \% P/P \text{ de } HNO_3}$$

ANEXO E

Vista previa de la simulación de la columna de destilación *Shortcut* en Aspen®.



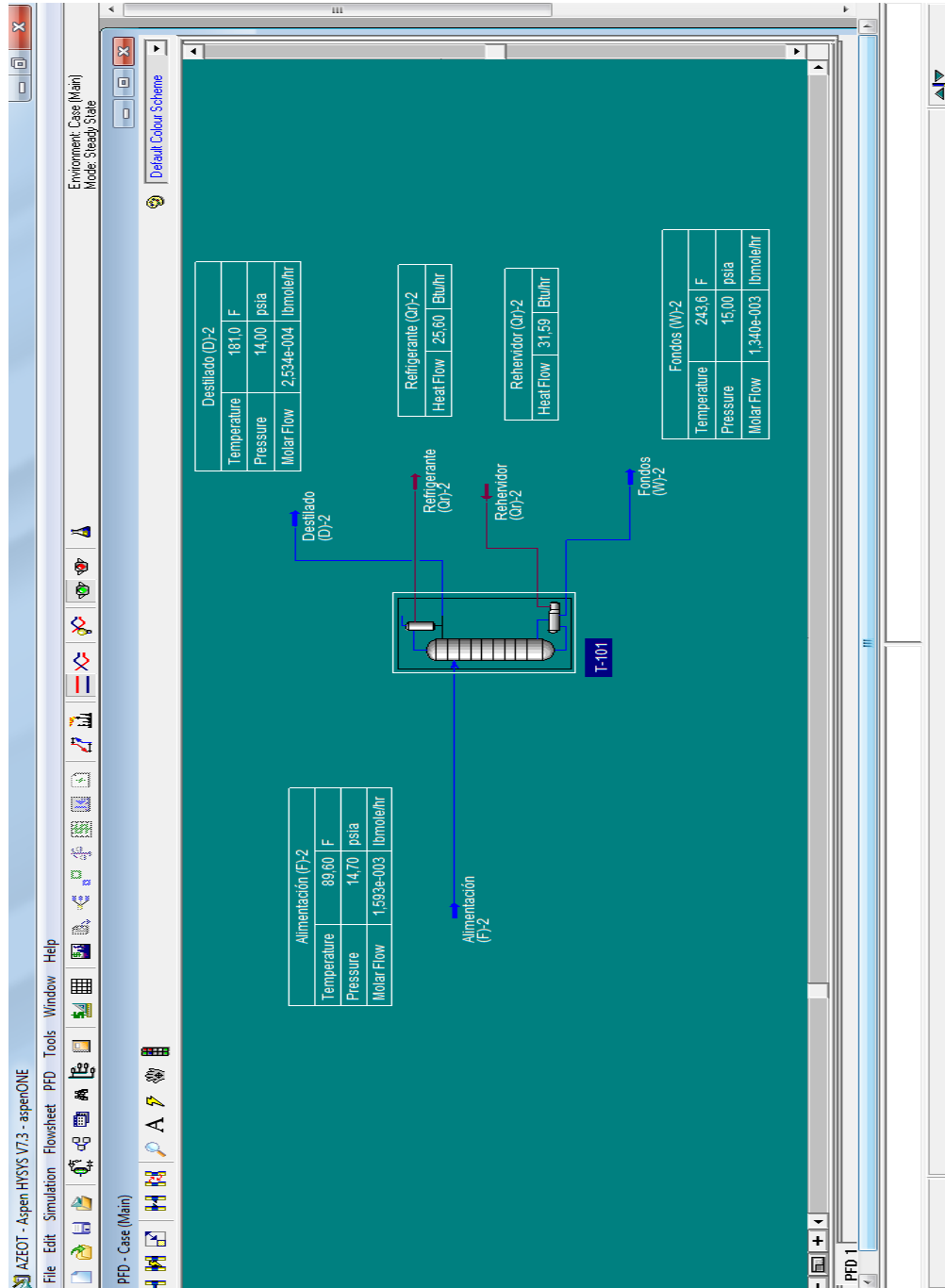
ANEXO F

Datasheet de la simulación del proceso de destilación shortcut

1	LEGENDS Burlington, MA USA		Case Name: AZEOT.HSC		
2			Unit Set: User Field		
3			Date/Time: Sun Mar 11 13:06:28 2012		
4					
5					
6	Shortcut Column: T-100				
7	Connections				
8	Feed	Condensor Duty	Distillate	Reboiler Duty	Bottoms
9	Alimentación (F)	Refrigerante (Qr)	Destilado (D)	Rehervidor (Qr)	Fondos (W)
10	Parameters				
11	Component			Mole Fraction	
12	Light Key	HNO3		2.660e-002 *	
13	Heavy Key	H2O		0.1773 *	
14					
15	Pressures (psia)		Reflux Ratios		
16	Condenser Pressure	14.70 *	External Reflux Ratio	4.583 *	
17	Reboiler Pressure	14.70 *	Minimum Reflux Ratio	3.819	
18	User Variables				
19					
20	Results Summary				
21	Trays / Temperatures		Flows		
22	Minimum # of Trays	8.279	Rectify Vapour	(lbmole/hr)	1.510e-003
23	Actual # of Trays	18.23	Rectify Liquid	(lbmole/hr)	1.239e-003
24	Optimal Feed Stage	8.039	Stripping Vapour	(lbmole/hr)	1.510e-003
25	Condenser Temperature (F)	185.6	Stripping Liquid	(lbmole/hr)	2.833e-003
26	Reboiler Temperature (F)	242.7	Condenser Duty	(Btu/hr)	-27.10
27			Reboiler Duty	(Btu/hr)	33.09
28					

ANEXO G

Vista previa de la simulación de la columna de destilación de platos en Aspen®.



AZEOT - Aspen HYSYS V7.3 - aspenONE
 File Edit Simulation Flowsheet Tools Window Help
 Environment: Case (Main) Mode: Steady State
 Default Colour Scheme

Column: T-101 / COL1 Fluid Pkg: Basis-1 / NRTL - SRK
 Sub-Flowsheet Tag: COL1

Design
 Connections
 Monitor
 Specs
 Specs Summary
 Subcooling
 Notes

Column Name: T-101
 Condenser Energy Stream: Refrigerante (Q1)2
 Condenser: Total Partial Full Reflux
 Delta P: 0.00000 psi
 Dryd Liquid Outlet: Destilado (D)2

Inlet Streams
 Stream: Alimentación 9_Mair
 Inlet Stage: 9_Mair
 Num of Stages: n = 19
 P cond: 14.00 psia
 P reb: 15.00 psia

Optional Side Draws
 Stream Type Draw Stage
 Reboiler Energy Stream: Reboilador (Q1)2
 Bottoms Liquid Outlet: Fondos (W)2

Stage Numbering
 Top Down Bottom Up
 Edit Trays...

Design Parameters Side Ops Rating Worksheet Performance Flowsheet Reactions Dynamics
 Delete Column Environment... Run Reset
 Update Outlets Ignored


F	psia	lbmole/hr
(Q)2	0	Btu/hr
(D)2	0	Btu/hr
(W)2	15.00	psia
	243.6	F
	-003	lbmole/hr


PFD 1

ANEXO H


Secciones relevantes del Datasheet del proceso de destilación en la columna de platos, obtenido de Aspen®.


1	LEGENDS Burlington, MA USA		Case Name: AZEOT.HSC			
2			Unit Set: User Field			
3			Date/Time: Sun Mar 11 12:09:15 2012			
4						
5	Distillation: T-101 @Main					
6	CONNECTIONS					
7	Inlet Stream					
8	STREAM NAME	Stage	FROM UNIT OPERATION			
9	Rehervidor (Qr)-2	Reboiler				
10	Alimentación (F)-2	9 Main TS				
11	Outlet Stream					
12	STREAM NAME	Stage	TO UNIT OPERATION			
13	Refrigerante (Qr)-2	Condenser				
14	Destilado (D)-2	Condenser				
15	Fondos (W)-2	Reboiler				
16	MONITOR					
17	Specifications Summary					
18		Specified Value	Current Value	Wt. Error		
19	Reflux Ratio	4.583 *	4.583	1.911e-005		
20	Distillate Rate	1.488e-002 lb/hr *	1.488e-002 lb/hr	2.163e-010		
21	Reflux Rate	---	1.181e-003 lbmole/hr	---		
22	Btms Prod Rate	---	1.340e-003 lbmole/hr	---		
23		Wt. Tol.	Abs. Tol.	Active	Estimate	
24	Reflux Ratio	1.000e-002	1.000e-002	On	On	
25	Distillate Rate	1.000e-002	2.205 lb/hr	On	On	
26	Reflux Rate	1.000e-002	2.205 lbmole/hr	Off	Off	
27	Btms Prod Rate	1.000e-002	2.205 lbmole/hr	Off	Off	
28	LEGENDS Burlington, MA USA		Case Name: AZEOT.HSC			
29			Unit Set: User Field			
30			Date/Time: Sun Mar 11 12:09:15 2012			
31						
32	Distillation: T-101 @Main (continued)					
33	Profile Estimates					
34		Temperature (F)	Net Liquid (lbmole/hr)	Net Vapour (lbmole/hr)		
35	Condenser	181.0	1.161e-003	1.513e-023		
36	1__Main TS	182.8	1.168e-003	1.415e-003		
37	2__Main TS	185.4	1.172e-003	1.419e-003		
38	3__Main TS	188.4	1.180e-003	1.428e-003		
39	4__Main TS	191.5	1.187e-003	1.433e-003		
40	5__Main TS	194.3	1.193e-003	1.440e-003		
41	6__Main TS	196.8	1.198e-003	1.446e-003		
42	7__Main TS	198.7	1.202e-003	1.451e-003		
43	8__Main TS	200.2	1.194e-003	1.455e-003		
44	9__Main TS	212.3	3.111e-003	1.448e-003		
45	10__Main TS	213.1	3.114e-003	1.771e-003		
46	11__Main TS	213.9	3.118e-003	1.774e-003		
47	12__Main TS	214.9	3.122e-003	1.778e-003		
48	13__Main TS	215.9	3.126e-003	1.782e-003		
49	14__Main TS	217.0	3.130e-003	1.786e-003		
50	15__Main TS	218.1	3.134e-003	1.790e-003		
51	16__Main TS	219.1	3.139e-003	1.794e-003		
52	17__Main TS	220.2	3.143e-003	1.799e-003		
53	18__Main TS	221.1	3.146e-003	1.803e-003		
54	19__Main TS	222.1	3.131e-003	1.806e-003		
55	Reboiler	243.6	1.340e-003	1.791e-003		


33	EFFICIENCIES						
34							
35	Stage Efficiencies						
36	Stages	Overall	H2O	H2SO4	HNO3		
37	Condenser	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
38	1_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
39	2_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
40	3_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
41	4_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
42	5_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
43	6_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
44	7_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
45	8_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
46	9_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
47	10_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
48	11_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
49	12_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
50	13_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
51	14_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
52	15_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
53	16_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
54	17_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
55	18_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
56	19_Main TS	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
57	Reboiler	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
58	SOLVER						
59							
60	Column Solving Algorithm:			HYSIM Inside-Out			
61	Solving Options			Acceleration Parameters			
62	Maximum Iterations:	10000	Accelerate K Value & H Model Parameters:				Off
63	Aspen Technology Inc.	Aspen HYSYS Version 7.3 (25.0.0.7336)				Page 2 of 18	
1	 LEGENDS Burlington, MA USA			Case Name:	AZEOT.HSC		
2				Unit Set:	User Field		
3				Date/Time:	Sun Mar 11 12:09:15 2012		
4							
5							
6							
7	Distillation: T-101 @Main (continued)						
8							
9	Column Solving Algorithm:			HYSIM Inside-Out			
10	Equilibrium Error Tolerance:	1.000e-05					
11	Heat/Spec Error Tolerance:	5.000e-004					
12	Save Solutions as Initial Estimate:	On					
13	Super Critical Handling Model:	Simple K					
14	Trace Level:	Low					
15	Init from Ideal K's:	Off	Damping Parameters				
16	Initial Estimate Generator Parameters		Azeotrope Check:	Off			
17	Iterative IEG (Good for Chemicals):	Off	Fixed Damping Factor:	1			
18							
19							
20	SIDE STRIPPERS						
21							
22	SIDE RECTIFIERS						
23							
24	PUMP AROUNDS						
25							
26	VAP BYPASSES						
27							
28	RATING						
29							

30				
31	Tray Sections			
32	Tray Section		Main TS	
33	Tray Diameter	(ft)	4.921	
34	Weir Height	(ft)	0.1640	*
35	Weir Length	(ft)	3.937	*
36	Tray Space	(ft)	1.804	*
37	Tray Volume	(ft3)	34.32	
38	Disable Heat Loss Calculations		No	
39	Heat Model		None	
40	Rating Calculations		No	
41	Tray Hold Up	(ft3)	3.120	
42				
43	Vessels			
44	Vessel		Reboiler	Condenser
45	Diameter	(ft)	3.914	3.914
46	Length	(ft)	5.871	5.871
47	Volume	(ft3)	70.63	70.63 *
48	Orientation		Horizontal	Horizontal
49	Vessel has a Boot		No	No
50	Boot Diameter	(ft)	---	---
51	Boot Length	(ft)	---	---
52	Hold Up	(ft3)	35.31	35.31
53				
54	Other Equipment In Column Flowsheet			
55				
56				
57	Pressure Profile			
58			Pressure (psia)	Pressure Drop (psi)
59	Condenser		14.00 psia *	0.0000 psi
60	1__Main TS		14.00 psia	5.556e-002 psi
61	2__Main TS		14.06 psia	5.556e-002 psi
62	3__Main TS		14.11 psia	5.556e-002 psi
63	Aspen Technology Inc.	Aspen HYSYS Version 7.3 (25.0.0.7336)	Page 3 of 18	
1	 LEGENDS Burlington, MA USA		Case Name:	AZEOT.HSC
2			Unit Set:	User Field
3			Date/Time:	Sun Mar 11 12:09:15 2012
4				
5				
6	Distillation: T-101 @Main (continued)			
7				
8				
9	4__Main TS		14.17 psia	5.556e-002 psi
10	5__Main TS		14.22 psia	5.556e-002 psi
11	6__Main TS		14.28 psia	5.556e-002 psi
12	7__Main TS		14.33 psia	5.556e-002 psi
13	8__Main TS		14.39 psia	5.556e-002 psi
14	9__Main TS		14.44 psia	5.556e-002 psi
15	10__Main TS		14.50 psia	5.556e-002 psi
16	11__Main TS		14.56 psia	5.556e-002 psi
17	12__Main TS		14.61 psia	5.556e-002 psi
18	13__Main TS		14.67 psia	5.556e-002 psi
19	14__Main TS		14.72 psia	5.556e-002 psi
20	15__Main TS		14.78 psia	5.556e-002 psi
21	16__Main TS		14.83 psia	5.556e-002 psi
22	17__Main TS		14.89 psia	5.556e-002 psi
23	18__Main TS		14.94 psia	5.556e-002 psi
24	19__Main TS		15.00 psia	---
25	Reboiler		15.00 psia *	0.0000 psi
26				
27	Pressure Solving Options			
28	Pressure Tolerance	1.000e-004	Pressure Drop Tolerance	1.000e-004
29	Damping Factor	1.000	Max Press Iterations	100

CONDITIONS						
Name	Alimentación (F)-2 @Main	Fondos (W)-2 @Main	Destilado (D)-2 @Main	Rehervidor (Qr)-2 @Main	Trigerante (Qr)-2 @Main	
Vapour	0.0000	0.0000	0.0000	---	---	---
Temperature (F)	89.6000 *	243.5991	180.9567	---	---	---
Pressure (psia)	14.6959 *	15.0000	14.0000	---	---	---
Molar Flow (lbmole/hr)	0.0016	0.0013	0.0003	---	---	---
Mass Flow (lb/hr)	0.0882 *	0.0733 *	0.0149 *	73.4819	---	---
Std Ideal Liq Vol Flow (USGPM)	0.0001	0.0001	0.0000	---	---	---
Molar Enthalpy (Btu/lbmole)	-1.980e+005	-2.160e+005	-7.892e+004	---	---	---
Molar Entropy (Btu/lbmole-F)	4.205	18.74	11.06	---	---	---
Heat Flow (Btu/hr)	-3.1549e+02	-2.8951e+02	-1.9998e+01	3.1592e+01	2.5602e+01	---
PROPERTIES						
Name	Alimentación (F)-2 @Main	Fondos (W)-2 @Main	Destilado (D)-2 @Main			
Molecular Weight	55.34	54.70	58.73			
Molar Density (lbmole/ft3)	1.858	1.891	1.424			
Mass Density (lb/ft3)	102.8	103.5	83.63			
Act. Volume Flow (barrel/day)	3.666e-003	3.029e-003	7.607e-004			
Mass Enthalpy (Btu/lb)	-3578	-3950	-1344			
Mass Entropy (Btu/lb-F)	7.598e-002	0.3426	0.1883			
Heat Capacity (Btu/lbmole-F)	26.13	25.62	36.60			
Mass Heat Capacity (Btu/lb-F)	0.4722	0.4683	0.6232			
LHV Vol Basis (Std) (MMBtu/gal)	3.417e-002	3.240e-002	4.351e-002			
HHV Vol Basis (Std) (MMBtu/gal)	0.1575	0.1764	5.750e-002			
HHV Mass Basis (Std) (Btu/lb)	341.0	386.5	117.3			
CO2 Loading	---	---	---			
CO2 Apparent Mole Conc. (lbmole/ft3)	---	---	---			
CO2 Apparent Wt. Conc. (lbmol/lb)	---	---	---			
LHV Mass Basis (Std) (Btu/lb)	73.98	70.98	88.76			
Phase Fraction [Vol. Basis]	0.0000	0.0000	0.0000			
Phase Fraction [Mass Basis]	0.0000	0.0000	0.0000			
Phase Fraction [Act. Vol. Basis]	0.0000	0.0000	0.0000			

1	 LEGENDS Burlington, MA USA		Case Name: AZEOT.HSC	
2			Unit Set: User Field	
3			Date/Time: Sun Mar 11 12:09:15 2012	
4				
5				
6	Distillation: T-101 @Main (continued)			
7				
8				
9	PROPERTIES			
10				
11	Name	Alimentación (F)-2 @Main	Fondos (W)-2 @Main	Destilado (D)-2 @Main
12	Partial Pressure of CO2 (psia)	0.0000	0.0000	0.0000
13	Cost Based on Flow (Cost/\$)	0.0000	0.0000	0.0000
14	Act. Gas Flow (ACFM)	---	---	---
15	Avg. Liq. Density (lbmole/ft3)	1.787	1.829	1.595
16	Specific Heat (Btu/lbmole-F)	26.13	25.62	36.60
17	Std. Gas Flow (MMSCFD)	1.451e-005	1.220e-005	2.308e-006
18	Std. Ideal Liq. Mass Density (lb/ft3)	98.90	100.0	93.68
19	Act. Liq. Flow (USGPM)	1.069e-004	8.833e-005	2.219e-005
20	Z Factor	1.342e-003	1.051e-003	1.430e-003
21	Watson K	5.550	5.534	5.648
22	User Property	---	---	---
23	Partial Pressure of H2S (psia)	0.0000	0.0000	0.0000
24	Cp/(Cp - R)	1.082	1.084	1.057
25	Cp/Cv	1.063	1.065	2.156
26	Heat of Vap. (Btu/lbmole)	2.412e+004	2.447e+004	1.810e+004
27	Kinematic Viscosity (cSt)	2.723	0.7486	0.3210
28	Liq. Mass Density (Std. Cond) (lb/ft3)	103.8	109.1	92.83
29	Liq. Vol. Flow (Std. Cond) (barrel/day)	3.630e-003	2.871e-003	6.854e-004
30	Liquid Fraction	1.000	1.000	1.000
31	Molar Volume (ft3/lbmole)	0.5382	0.5287	0.7023
32	Mass Heat of Vap. (Btu/lb)	435.8	447.4	308.1
33	Phase Fraction [Molar Basis]	0.0000	0.0000	0.0000
34	Surface Tension (dyne/cm)	5.187e+004	5.297e+004	1709
35	Thermal Conductivity (Btu/hr-ft-F)	0.1862	0.2117	9.743e-002
36	Viscosity (cP)	4.486	1.241	0.4300
37	Cv (Semi-Ideal) (Btu/lbmole-F)	24.15	23.63	34.62
38	Mass Cv (Semi-Ideal) (Btu/lb-F)	0.4363	0.4320	0.5894
39	Cv (Btu/lbmole-F)	24.59	24.07	16.98
40	Mass Cv (Btu/lb-F)	0.4443	0.4399	0.2890
41	Cv (Ent. Method) (Btu/lbmole-F)	---	---	---
42	Mass Cv (Ent. Method) (Btu/lb-F)	---	---	---
43	Cp/Cv (Ent. Method)	---	---	---
44	Reid VP at 37.8 C (psia)	0.6996	0.1050	2.334
45	True VP at 37.8 C (psia)	0.8161	0.5551	2.202
46	Liq. Vol. Flow - Sum(Std. Cond) (barrel/day)	3.630e-003	2.871e-003	6.854e-004
47	Viscosity Index	14.33	-1.046	-20.56
48	SUMMARY			
49				
50	Flow Basis:	Molar	The composition option is selected	
51	Feed Composition			
52				
53	Flow Rate (lbmole/hr)	Alimentación (F)-2		
54		0.0016		
55	H2O	0.4630		
56	H2SO4	0.3754		
57	HNO3	0.1617		
58	Flow Basis:	Molar	The composition option is selected	
59	Feed Flows			
60				
61	Flow Rate (lbmole/hr)	Alimentación (F)-2		
62		0.0016		
63				
63	Aspen Technology Inc.	Aspen HYSYS Version 7.3 (25.0.0.7336)		Page 5 of 18

1	 LEGENDS Burlington, MA USA			Case Name: AZEOT.HSC				
2				Unit Set: User Field				
3				Date/Time: Sun Mar 11 12:09:15 2012				
4								
5	Distillation: T-101 @Main (continued)							
6	SUMMARY							
7								
8								
9								
10	Alimentación (F)-2							
11	H2O (lbmole/hr)	0.0007						
12	H2SO4 (lbmole/hr)	0.0006						
13	HNO3 (lbmole/hr)	0.0003						
14								
15	Products							
16	Flow Basis:	Molar		The composition option is selected				
17	Product Compositions							
18								
19	Destilado (D)-2		Fondos (W)-2					
20	Flow Rate (lbmole/hr)	0.0003		0.0013				
21	H2O	0.0951		0.5325				
22	H2SO4	0.0000		0.4463				
23	HNO3	0.9049		0.0211				
24	Flow Basis:	Molar		The composition option is selected				
25	Product Flows							
26								
27	Destilado (D)-2		Fondos (W)-2					
28	Flow Rate (lbmole/hr)	0.0003 *		0.0013 *				
29	H2O (lbmole/hr)	0.0000 *		0.0007 *				
30	H2SO4 (lbmole/hr)	0.0000 *		0.0006 *				
31	HNO3 (lbmole/hr)	0.0002 *		0.0000 *				
32	Flow Basis:	Molar		The composition option is selected				
33	Product Recoveries							
34								
35	Destilado (D)-2		Fondos (W)-2					
36	Flow Rate (lbmole/hr)	0.0003		0.0013				
37	H2O (%)	3.2669		96.7326				
38	H2SO4 (%)	0.0000		100.0000				
39	HNO3 (%)	89.0028		10.9988				
40								
41	COLUMN PROFILES							
42	Reflux Ratio:	4.583	Reboil Ratio:	1.336	The Flows Option is Selected		Flow Basis: Molar	
43	Column Profiles Flows							
44		Temp (F)	Pres (psia)	Net Liq (lbmole/hr)	Net Vap (lbmole/hr)	Net Feed (lbmole/hr)	Net Draws (lbmole/hr)	Duty (Btu/hr)
45	Condenser	181.0	14	1.161e-003	---	---	2.534e-004	25.6 *
46	1_Main TS	182.8	14	1.166e-003	1.415e-003	---	---	---
47	2_Main TS	185.4	14	1.172e-003	1.419e-003	---	---	---
48	3_Main TS	188.4	14	1.180e-003	1.426e-003	---	---	---
49	4_Main TS	191.5	14	1.187e-003	1.433e-003	---	---	---
50	5_Main TS	194.3	14	1.193e-003	1.440e-003	---	---	---
51	6_Main TS	198.8	14	1.198e-003	1.446e-003	---	---	---
52	7_Main TS	198.7	14	1.202e-003	1.451e-003	---	---	---
53	8_Main TS	200.2	14	1.194e-003	1.455e-003	---	---	---
54	9_Main TS	212.3	14	3.111e-003	1.448e-003	1.593e-003	---	---
55	10_Main TS	213.1	14	3.114e-003	1.771e-003	---	---	---
56	11_Main TS	213.9	15	3.118e-003	1.774e-003	---	---	---
57	12_Main TS	214.9	15	3.122e-003	1.778e-003	---	---	---
58	13_Main TS	215.9	15	3.126e-003	1.782e-003	---	---	---
59	14_Main TS	217.0	15	3.130e-003	1.786e-003	---	---	---
60	15_Main TS	218.1	15	3.134e-003	1.790e-003	---	---	---
61	16_Main TS	219.1	15	3.139e-003	1.794e-003	---	---	---
62								
63	Aspen Technology Inc.			Aspen HYSYS Version 7.3 (25.0.0.7336)			Page 6 of 18	

1	 LEGENDS Burlington, MA USA			Case Name: AZEOT.HSC				
2				Unit Set: User Field				
3				Date/Time: Sun Mar 11 12:09:15 2012				
4								
5								
6	Distillation: T-101 @Main (continued)							
7								
8								
9	COLUMN PROFILES							
10								
11		Temp (F)	Pres (psia)	Net Liq (lbmole/hr)	Net Vap (lbmole/hr)	Net Feed (lbmole/hr)	Net Draws (lbmole/hr)	Duty (Btu/hr)
12								
13	17__Main TS	220.2	15	3.143e-003	1.799e-003	---	---	---
14	18__Main TS	221.1	15	3.140e-003	1.803e-003	---	---	---
15	19__Main TS	222.1	15	3.131e-003	1.806e-003	---	---	---
16	Reboiler	243.6	15	---	1.791e-003	---	1.340e-003	31.6 *
17	Column Profiles Energy							
18		Temperature (F)		Liq Enthalpy (Btu/lbmole)		Vap Enthalpy (Btu/lbmole)		Heat Loss (Btu/hr)
19								
20	Condenser	181.0		-7.892e+004		-5.884e+004		---
21	1__Main TS	182.8		-8.212e+004		-6.082e+004		---
22	2__Main TS	185.4		-8.609e+004		-6.351e+004		---
23	3__Main TS	188.4		-9.052e+004		-6.686e+004		---
24	4__Main TS	191.5		-9.493e+004		-7.060e+004		---
25	5__Main TS	194.3		-9.887e+004		-7.434e+004		---
26	6__Main TS	196.8		-1.021e+005		-7.768e+004		---
27	7__Main TS	198.7		-1.045e+005		-8.039e+004		---
28	8__Main TS	200.2		-1.062e+005		-8.244e+004		---
29	9__Main TS	212.3		-1.515e+005		-8.375e+004		---
30	10__Main TS	213.1		-1.521e+005		-8.479e+004		---
31	11__Main TS	213.9		-1.528e+005		-8.601e+004		---
32	12__Main TS	214.9		-1.536e+005		-8.738e+004		---
33	13__Main TS	215.9		-1.544e+005		-8.890e+004		---
34	14__Main TS	217.0		-1.553e+005		-9.053e+004		---
35	15__Main TS	218.1		-1.562e+005		-9.223e+004		---
36	16__Main TS	219.1		-1.571e+005		-9.394e+004		---
37	17__Main TS	220.2		-1.579e+005		-9.561e+004		---
38	18__Main TS	221.1		-1.587e+005		-9.720e+004		---
39	19__Main TS	222.1		-1.597e+005		-9.866e+004		---
40	Reboiler	243.6		-2.180e+005		-9.982e+004		---
41	FEEDS / PRODUCTS							
42								
43	Flow Basis:	Molar						
44		Stream	Type	Duty (Btu/hr)	State	Flows (lbmole/hr)	Enthalpy (Btu/lbmole)	Temp (F)
45								
46	Condenser	Refrigerante (Qr)-2	Energy	26 *		---	---	---
47		Destilado (D)-2	Draw	---	Liquid	2.53e-004 *	-7.9e+004 *	180.98
48	1__Main TS							
49	2__Main TS							
50	3__Main TS							
51	4__Main TS							
52	5__Main TS							
53	6__Main TS							
54	7__Main TS							
55	8__Main TS							
56	9__Main TS	Alimentación (F)-2	Feed	---	Liquid	1.59e-003 *	-2.0e+005 *	89.60
57	10__Main TS							
58	11__Main TS							
59	12__Main TS							
60	13__Main TS							
61	14__Main TS							
62	15__Main TS							
63	Aspen Technology Inc.				Aspen HYSYS Version 7.3 (25.0.0.7336)		Page 7 of 18	

44	DYNAMICS			
45				
46	Vessel Dynamic Specifications			
47				
48	Vessel		Reboiler	Condenser
49	Diameter	(ft)	3.914	3.914
50	Height.0	(ft)	5.871	5.871
51	Volume.0	(ft3)	70.63 *	70.63 *
52	Liquid Volume Percent	(%)	50.00	50.00
53	Level Calculator		Horizontal cylinder	Horizontal cylinder
54	Fraction Calculator		Use levels and nozzles	Use levels and nozzles
55	Vessel Delta P	(psi)	0.0000	0.0000
56	Fixed Vessel P Spec	(psia)	15.00	14.00
57	Fixed P Spec Active		Not Active	Not Active

58 **Other Equipment in Column Flowsheet**

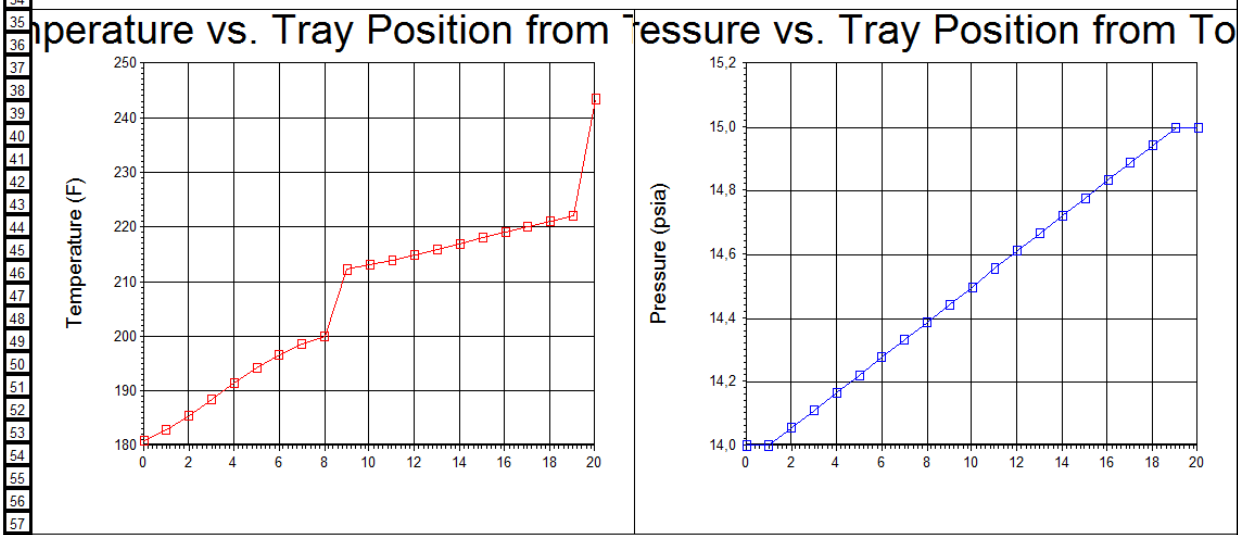
59

60

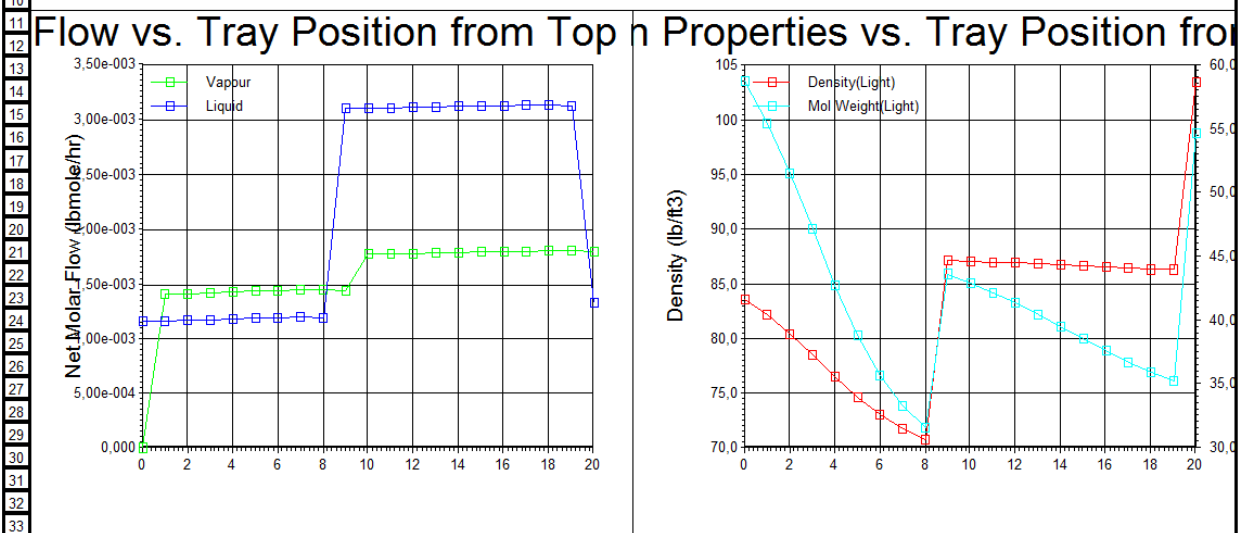
61 **Holdup Details**

62

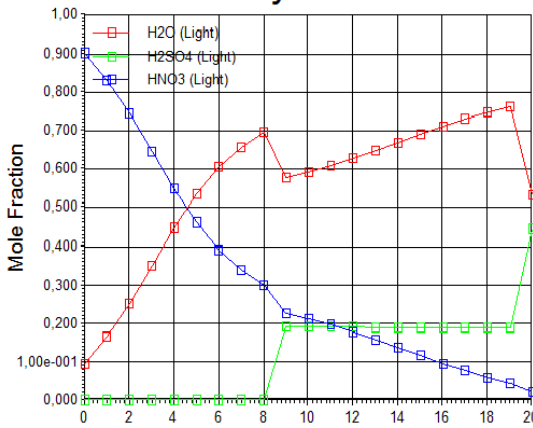
33 **TRAY by TRAY PROPERTIES PLOTS**



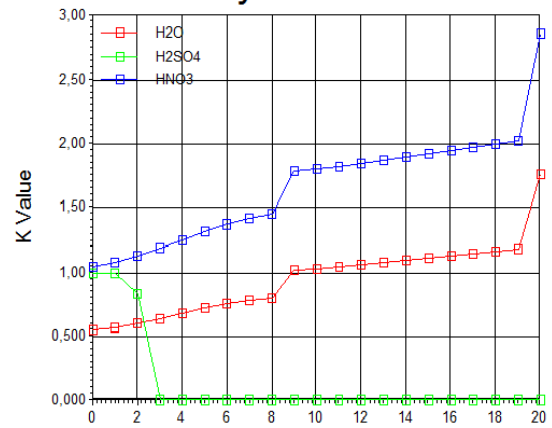
9 **TRAY by TRAY PROPERTIES PLOTS**



34 Composition vs. Tray Position from Top
 35
 36
 37
 38
 39
 40
 41
 42
 43
 44
 45
 46
 47
 48
 49
 50
 51
 52
 53
 54
 55
 56



57 K-Value vs. Tray Position from Top
 58
 59
 60
 61
 62



34 TRAY by TRAY PROPERTIES TABLES
 35
 36

37 Column Temperature / Pressure Profile

38	Column Stage	Temperature (F)	Pressure (psia)
39			
40	Condenser	181.0	14.00
41	1_Main TS	182.8	14.00
42	2_Main TS	185.4	14.06
43	3_Main TS	188.4	14.11
44	4_Main TS	191.5	14.17
45	5_Main TS	194.3	14.22
46	6_Main TS	196.8	14.28
47	7_Main TS	198.7	14.33
48	8_Main TS	200.2	14.39
49	9_Main TS	212.3	14.44
50	10_Main TS	213.1	14.50
51	11_Main TS	213.9	14.56
52	12_Main TS	214.9	14.61
53	13_Main TS	215.9	14.67
54	14_Main TS	217.0	14.72
55	15_Main TS	218.1	14.78
56	16_Main TS	219.1	14.83
57	17_Main TS	220.2	14.89
58	18_Main TS	221.1	14.94
59	19_Main TS	222.1	15.00
60	Reboiler	243.6	15.00
61			
62			

11	Column Flow Profile						
12							
13	Options Selected						
14	Molar flow is selected			Net is selected as flow basis			
15	Tray Number	Vapour (lbmole/hr)	Bulk Liquid (lbmole/hr)				
16							
17	Condenser	1.513e-023	1.161e-003				
18	1_Main TS	1.415e-003	1.166e-003				
19	2_Main TS	1.419e-003	1.172e-003				
20	3_Main TS	1.426e-003	1.180e-003				
21	4_Main TS	1.433e-003	1.187e-003				
22	5_Main TS	1.440e-003	1.193e-003				
23	6_Main TS	1.446e-003	1.198e-003				
24	7_Main TS	1.451e-003	1.202e-003				
25	8_Main TS	1.455e-003	1.194e-003				
26	9_Main TS	1.448e-003	3.111e-003				
27	10_Main TS	1.771e-003	3.114e-003				
28	11_Main TS	1.774e-003	3.118e-003				
29	12_Main TS	1.778e-003	3.122e-003				
30	13_Main TS	1.782e-003	3.126e-003				
31	14_Main TS	1.786e-003	3.130e-003				
32	15_Main TS	1.790e-003	3.134e-003				
33	16_Main TS	1.794e-003	3.139e-003				
34	17_Main TS	1.799e-003	3.143e-003				
35	18_Main TS	1.803e-003	3.146e-003				
36	19_Main TS	1.806e-003	3.131e-003				
37	Reboiler	1.791e-003	1.340e-003				
38	Column Properties Profile						
39							
40	Options Selected						
41	Mass basis is selected						
42	Stage	Surf Tens (dyne/cm)	Mol Wt L-Liq	Dens L-Liq (lb/ft3)	Visc L-Liq (cP)	Therm Con L-Liq (Btu/hr-ft-F)	Heat Cap L-Liq (Btu/lb-F)
43							
44							
45	Condenser	1.71e+003	58.7	83.6	0.430	9.74e-002	0.623
46	1_Main TS	1.57e+003	55.5	82.2	0.422	0.111	0.634
47	2_Main TS	1.40e+003	51.6	80.5	0.412	0.130	0.648
48	3_Main TS	1.21e+003	47.2	78.5	0.400	0.154	0.667
49	4_Main TS	1.03e+003	42.8	76.6	0.387	0.180	0.690
50	5_Main TS	866	38.9	74.7	0.374	0.206	0.714
51	6_Main TS	738	35.7	73.1	0.362	0.230	0.737
52	7_Main TS	642	33.3	71.7	0.353	0.248	0.757
53	8_Main TS	578	31.6	70.7	0.346	0.262	0.773
54	9_Main TS	2.39e+004	43.7	87.1	0.713	0.223	0.593
55	10_Main TS	2.39e+004	43.0	87.1	0.712	0.228	0.596
56	11_Main TS	2.38e+004	42.3	87.0	0.711	0.234	0.598
57	12_Main TS	2.37e+004	41.4	86.9	0.710	0.241	0.601
58	13_Main TS	2.36e+004	40.5	86.8	0.710	0.248	0.604
59	14_Main TS	2.35e+004	39.5	86.7	0.709	0.256	0.607
60	15_Main TS	2.34e+004	38.6	86.6	0.709	0.264	0.611
61	16_Main TS	2.34e+004	37.6	86.5	0.708	0.272	0.614
62	17_Main TS	2.33e+004	36.8	86.4	0.708	0.280	0.618
9	TRAY by TRAY PROPERTIES TABLES						
10							
11	Stage	Surf Tens (dyne/cm)	Mol Wt L-Liq	Dens L-Liq (lb/ft3)	Visc L-Liq (cP)	Therm Con L-Liq (Btu/hr-ft-F)	Heat Cap L-Liq (Btu/lb-F)
12							
13							
14	18_Main TS	2.32e+004	35.9	86.3	0.708	0.287	0.621
15	19_Main TS	2.33e+004	35.3	86.4	0.710	0.293	0.623
16	Reboiler	5.30e+004	54.7	103	1.24	0.212	0.468

19	Column Composition Profile					
20	Options Selected					
21	Fraction is selected as the composition basis			Net is selected as flow basis		
22	Molar basis is selected					
23	Stage	H2O L-Liq	H2SO4 L-Liq	HNO3 L-Liq		
24	Condenser	0.0951	0.0000	0.9049		
25	1_Main TS	0.1660	0.0000	0.8340		
26	2_Main TS	0.2540	0.0000	0.7460		
27	3_Main TS	0.3520	0.0000	0.6480		
28	4_Main TS	0.4494	0.0000	0.5506		
29	5_Main TS	0.5363	0.0000	0.4637		
30	6_Main TS	0.6068	0.0000	0.3932		
31	7_Main TS	0.6599	0.0000	0.3401		
32	8_Main TS	0.6976	0.0000	0.3023		
33	9_Main TS	0.5792	0.1923	0.2285		
34	10_Main TS	0.5940	0.1921	0.2139		
35	11_Main TS	0.6109	0.1918	0.1972		
36	12_Main TS	0.6296	0.1916	0.1788		
37	13_Main TS	0.6496	0.1913	0.1590		
38	14_Main TS	0.6705	0.1911	0.1384		
39	15_Main TS	0.6916	0.1908	0.1175		
40	16_Main TS	0.7123	0.1906	0.0971		
41	17_Main TS	0.7320	0.1903	0.0777		
42	18_Main TS	0.7501	0.1901	0.0598		
43	19_Main TS	0.7652	0.1911	0.0436		
44	Reboiler	0.5325	0.4463	0.0211		
45						
46						
30	Column K-Values Profile					
31	Tray Number	H2O	H2SO4	HNO3		
32	Condenser	0.5499	1.000	1.047		
33	1_Main TS	0.5729	1.000	1.085		
34	2_Main TS	0.6039	0.8389	1.135		
35	3_Main TS	0.6413	3.871e-005	1.195		
36	4_Main TS	0.6821	4.418e-005	1.260		
37	5_Main TS	0.7218	4.989e-005	1.322		
38	6_Main TS	0.7565	5.524e-005	1.376		
39	7_Main TS	0.7842	5.979e-005	1.419		
40	8_Main TS	0.8049	6.341e-005	1.450		
41	9_Main TS	1.022	1.061e-004	1.785		
42	10_Main TS	1.035	1.092e-004	1.802		
43	11_Main TS	1.048	1.128e-004	1.822		
44	12_Main TS	1.064	1.169e-004	1.845		
45	13_Main TS	1.081	1.215e-004	1.870		
46	14_Main TS	1.100	1.264e-004	1.897		
47	15_Main TS	1.119	1.316e-004	1.924		
48	16_Main TS	1.138	1.370e-004	1.952		
49	17_Main TS	1.156	1.423e-004	1.978		
50	18_Main TS	1.173	1.475e-004	2.003		
51	19_Main TS	1.191	1.529e-004	2.028		
52	Reboiler	1.764	3.591e-004	2.859		
53						

