

TRABAJO FIN DE GRADO

MODELADO DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ÁCIDO ACÉTICO CON RECUPERACIÓN DEL DISOLVENTE ORGÁNICO

TRABAJO FIN DE GRADO PARA
LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
GRADUADO EN INGENIERÍA
QUÍMICA

JUNIO 2016

Ana Sánchez Levoso

DIRECTOR DEL TRABAJO FIN DE GRADO:
Salvador León Cabanillas



RESUMEN

Palabras clave: simulación de procesos, extracción líquido-líquido, reextracción, destilación.
Códigos UNESCO: 332817, 330303, 330304, 330311, 331005.

INTRODUCCIÓN

El ácido acético es uno de los ácidos carboxílicos más utilizados tanto en la industria química como en la alimentaria, siendo sus principales aplicaciones la producción de acetato de vinilo monómero, empleado en la fabricación de pinturas, adhesivos y papel, y la producción de ácido terftálico purificado, precursor del poliéster PET. Además, es el ingrediente clave en el vinagre.

Se prevé que el mercado global de ácido acético crezca considerablemente de aquí a 2022, llegando a alcanzar los 13,31 billones de dólares.

Entre las formas de obtención del ácido acético se distinguen la fermentación bacteriana y las vías sintéticas. Los tres principales métodos de producción de ácido acético sintético son la oxidación de acetaldehído, la oxidación de hidrocarburos en fase líquida y la carbonilación de metanol.

La oxidación de acetaldehído con aire u oxígeno fue durante muchos años la principal vía de obtención del ácido, pero motivos económicos impulsaron la búsqueda de procesos alternativos. En la oxidación de hidrocarburos en fase líquida, destacó la de butano con acetato de cobalto como catalizador, pero este proceso tiene poca importancia hoy en día dadas las ventajas económicas de la carbonilación de metanol.

La mayor parte de la capacidad de producción de ácido acético en los últimos años corresponde a la carbonilación de metanol, proceso en el que se hace reaccionar metanol con monóxido de carbono.

La obtención de ácido acético a través de la fermentación de etanol, azúcar o biomasa, es el método más tradicional, aunque menos utilizado en la actualidad dadas las ventajas que presentan las vías sintéticas desde un punto de vista económico.

Los caldos recogidos en la fermentación están formados mayoritariamente por agua con una pequeña cantidad de ácido acético, lo cual hace necesario diseñar procesos que consigan concentrar y purificar esas disoluciones. Una ventaja que presenta la biosíntesis es la posibilidad de obtener las materias primas a partir de fuentes renovables. La reciente preocupación por el diseño de procesos sostenibles y con menos impacto sobre el medioambiente, ha hecho aumentar el interés por esta vía de obtención, así como por mejorar los procesos de recuperación del ácido acético de las diferentes soluciones acuosas producidas en la fermentación.

Algunos de los métodos propuestos para recuperar el ácido han sido la destilación reactiva, la precipitación de sales, el uso de membranas o la extracción líquido-líquido. Esta última ha sido la tecnología más estudiada para la recuperación primaria de ácidos carboxílicos, siendo apropiado su uso para concentraciones inferiores al 40%, ya que los costes de operación asociados a destilar esa gran cantidad de agua serían superiores a los costes de capital que supone un proceso de extracción. Teniendo esto en cuenta, en el presente trabajo se llevará a cabo un estudio sobre la extracción líquido-líquido como método para concentrar estas disoluciones acuosas de ácido acético, evaluando y comparando el uso de dos disolventes y sus procesos de regeneración.

Los dos disolventes considerados son metil-isobutil-cetona (MIBK) y acetato de etilo. La elección del MIBK viene dada por la existencia de un proyecto experimental previo realizado en el departamento de Tecnología Química de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales (UPM), en el que se lleva a cabo la puesta a punto de un proceso de extracción y recuperación de disolventes en planta piloto, siendo éste el disolvente utilizado. El método que se propone para reciclar el disolvente es una segunda extracción con hidróxido de sodio. Se pretende comprobar si este disolvente sería adecuado para un proceso a escala industrial. Por otro lado, el acetato de etilo es uno de los disolventes utilizados actualmente en la industria para la extracción de ácido acético, además de mencionarse en otros estudios disponibles en la literatura que tratan el tema que aquí se discute.

OBJETIVOS

En base a todo lo mencionado anteriormente, el principal objetivo de este trabajo es llevar a cabo un estudio sobre el proceso de extracción de ácido acético con recuperación del disolvente mediante simulación con Aspen Plus[®]. Se evaluará el comportamiento de la extracción dependiendo del disolvente utilizado (MIBK o acetato de etilo), así como el método más adecuado para su recuperación (reextracción con hidróxido de sodio o destilación).

En una primera fase, utilizando MIBK, se representarán las condiciones de operación encontradas en los ensayos experimentales de los que se dispone, evaluando qué proporciones de alimentación/disolvente favorecen la extracción.

Seguidamente, se simulará el proceso siendo la alimentación similar al producto obtenido en la biosíntesis de ácido acético, optimizando las etapas necesarias en la columna de extracción. Además, se evaluarán los procesos de regeneración del disolvente. Los mismo se llevará a cabo utilizando acetato de etilo como disolvente, para finalmente comparar y evaluar los resultados.

METODOLOGÍA

La base sobre la que se sustenta este trabajo es la utilización de un simulador de procesos como es Aspen Plus[®] para modelar, principalmente, una operación de extracción líquido-líquido.

La extracción en fase líquida es la operación de transferencia de materia en un sistema de dos fases líquidas. Los componentes de una disolución se separan al ponerse en contacto con otro líquido inmiscible o parcialmente miscible, distribuyéndose selectivamente entre las dos fases líquidas. Se denomina soluto al componente que se separa, disolvente al que se introduce para crear una nueva fase y separarlo, y diluyente a aquél del que se quiere separar el soluto. La fase que sale del equipo de extracción y contiene la mayor parte del disolvente y del soluto se conoce como extracto, mientras que la fase que contiene la mayor parte del diluyente se denomina refinado.

La viabilidad económica de un proceso de extracción líquido-líquido depende, principalmente, del disolvente elegido y de los procedimientos utilizados para la recuperación del mismo.

Para estudiar el comportamiento del proceso de extracción líquido-líquido se utilizará Aspen Plus[®], un simulador de procesos muy potente empleado para el modelado de procesos químicos, farmacéuticos y de refinado de petróleo. Permite cambiar la configuración del

diagrama de flujo, las condiciones de operación o la composición de la alimentación, de manera que sea posible analizar alternativas de proceso.

RESULTADOS

Metil-isobutil-cetona (MIBK)

Los datos experimentales de equilibrio líquido-líquido pueden correlacionarse con modelos de coeficientes de actividad semiempíricos tales como NRTL o UNIQUAC. En este caso se utiliza el modelo NRTL integrado en Aspen Plus[®], ya que se indica en la literatura que representa mejor el equilibrio del sistema agua-MIBK-ácido acético.

En primer lugar, se pretende definir el comportamiento de la operación de extracción, para lo que se simula únicamente una columna de extracción (bloque *Extract*) a temperatura ambiente y presión atmosférica. Se consideran alimentaciones con un contenido de ácido acético del 27% y el 10% en masa y se evalúan los resultados para un rango de proporciones alimentación/disolvente de 10:1 a 1:10.

Se observa que el hecho de aumentar la proporción de disolvente favorece el rendimiento de la extracción a la vez que disminuye las pérdidas de disolvente.

En estas condiciones sólo se consigue una recuperación de más del 90% de ácido acético para el ratio alimentación/disolvente 1:10. Para esta situación se simula la operación de regeneración del disolvente mediante una segunda extracción utilizando una disolución de hidróxido de sodio al 10% en masa. Asumiendo la purificación total del MIBK, lo cual no modifica su capacidad de retener soluto, se recicla el 94,8% del que entra a la columna.

El siguiente paso es considerar como alimentación una disolución acuosa cuyo contenido en ácido acético es del 5% en masa. De esta manera se representan las características de un caldo de fermentación.

Se ha observado que en una columna con 3 etapas de equilibrio, la calidad de la extracción es aceptable para una proporción alimentación/disolvente de 1:10. Ahora se quiere averiguar si, para las nuevas condiciones de alimentación, es posible mantener ese rendimiento de extracción, o mejorarlo, disminuyendo el consumo de disolvente y aumentando el número de etapas de equilibrio.

Los resultados muestran que, manteniendo el ratio alimentación /disolvente en 1:10, se llega a alcanzar el 99% de recuperación de ácido acético aumentando hasta 6 el número de etapas de equilibrio. Si se reduce a la mitad la proporción de disolvente (1:5), son necesarias 9 etapas de equilibrio para conseguir al menos el 90% de recuperación del ácido, mientras que habría que aumentar hasta 100 el número de etapas para conseguir el 99%. Al disminuir el consumo de disolvente aumentan sus pérdidas en el refinado, pero se incrementa la cantidad de agua eliminada. Reduciendo aún más la proporción de disolvente (1:2) sólo se consigue recuperar alrededor del 40% del ácido acético.

De nuevo se simula la reextracción con hidróxido de sodio, ahora considerándose 1:10 y 1:5 como ratios alimentación /disolvente en condiciones que proporcionan un rendimiento similar de la extracción con un número de etapas razonable. Se observa que, tanto el consumo de hidróxido de sodio como la cantidad de disolvente reciclado son parecidos, por lo que los aspectos clave son el consumo de disolvente y el número de etapas. Reducir a la mitad el primero implica triplicar el segundo, lo cual hace que sea necesario un análisis de costes para evaluar la mejor alternativa.

En este caso también se considera la posibilidad de la destilación como método de recuperación del disolvente, pero se concluye que no es un método adecuado dado que la poca

diferencia en la volatilidad del MIBK y el ácido acético hace que sean necesarias demasiadas etapas para su separación.

Acetato de etilo

Al igual que en el caso anterior, se utiliza NRTL como método de propiedades, ya que se encuentra en la literatura que tanto NRTL como UNIQUAC representan el equilibrio de forma satisfactoria.

En este caso, con el objetivo de comparar el uso de este disolvente con el anterior, se vuelve a simular la operación de extracción considerando como alimentación una disolución acuosa de ácido acético al 5% en masa. De nuevo, se empieza por establecer una proporción alimentación/disolvente de 1:10 y averiguar si se puede mantener el rendimiento de extracción, o mejorarlo, disminuyendo el consumo de disolvente y aumentando el número de etapas de equilibrio.

En general se observa que son necesarias menos etapas de equilibrio para alcanzar los objetivos de rendimiento de la extracción. Con 3 etapas y un ratio alimentación/disolvente de 1:10, la recuperación de ácido acético aumenta hasta el 97%, sin embargo las pérdidas de disolvente son ligeramente superiores y se elimina menos cantidad de agua. Si se dobla el número de etapas se consigue más del 99% de recuperación del ácido.

Reduciendo el consumo de disolvente a la mitad, si se especifican 5 etapas, se consigue extraer más del 90% de acético e, incrementando a 13 las etapas, se llega hasta el 99%. También se comprueba que aumentan tanto las pérdidas de disolvente como la cantidad de agua eliminada.

Con una proporción alimentación/disolvente más pequeña, de 1:2, solo es posible extraer alrededor del 52% de ácido acético.

En cuanto a métodos de regeneración del disolvente, la reextracción con hidróxido de sodio no es una buena opción en este caso. Esto se debe a que el acetato de etilo se descompone por hidrólisis alcalina, lo cual supondría un gran aumento en su consumo. Existen experimentos en la literatura en los que se comprueba este fenómeno.

La destilación es, en principio, el método recomendado dada la relativamente alta volatilidad del acetato de etilo con respecto al ácido acético.

En primer lugar, se modela la destilación a partir de la corriente de extracto que se obtiene al especificar una columna de extracción de 3 etapas de equilibrio con una relación alimentación/disolvente de 1:10. Son necesarias 17 etapas y una relación de reflujo de 0,6 en la columna de destilación para conseguir recuperar el 99,9% tanto de acetato de etilo por cabeza como de ácido acético por fondo. La diferencia en este caso es que el disolvente que se recircula contiene agua, disminuyendo su capacidad para retener soluto. La cantidad de ácido acético recuperado pasa del 97 al 94%. Con el objetivo de mejorar estos resultados, se lleva a cabo una primera aproximación al estudio de la influencia de la temperatura en la extracción, donde la corriente recirculada se mantiene a la temperatura de cabeza de la destilación (71,4 °C). En estas condiciones la recuperación de ácido acético vuelve a aumentar hasta más del 96%. Esto indica una influencia positiva de la temperatura, por lo que se podría estudiar más en profundidad una forma de optimizar el proceso variando este parámetro.

Lo siguiente es modelar la destilación a partir de la corriente de extracto obtenida con una columna de 8 etapas de equilibrio y con un ratio alimentación/disolvente de 1:5. En estas condiciones la cantidad de ácido acético recuperada es similar al caso anterior. Las características de la columna de destilación vuelven a ser 17 etapas con una relación de reflujo de 0,6, y la recuperación de acetato de etilo y ácido acético por cabeza y fondo

respectivamente vuelve a ser 99,9%. Al recircular el disolvente regenerado a la columna de extracción, se observa de nuevo una disminución en la cantidad de ácido acético recuperado, aunque en menor medida que en el anterior caso (de 96,9 a 95,7%).

En ambas alternativas de proceso se logra recuperar alrededor del 93% del disolvente que entra a la columna de extracción. A pesar de que aparentemente los resultados más favorables se obtienen al utilizar una proporción alimentación/disolvente de 1:5, ya que el consumo de disolvente es menor, se obtiene mayor recuperación de soluto y la eliminación de agua es mayor, sería necesario llevar a cabo un análisis de los costes de operación frente a los de capital para evaluar qué alternativa es más adecuada, al igual que cuando se estudiaba el uso de MIBK.

MIBK vs Acetato de etilo

En términos del comportamiento de la extracción, como ya se ha indicado, cuando el disolvente es acetato de etilo, son necesarias menos etapas en la columna de extracción que cuando el disolvente es MIBK, para obtener valores muy similares de recuperación de ácido acético. Por otro lado, se puede observar que las pérdidas de disolvente en la fase acuosa son mayores en el caso del acetato de etilo, a la vez que la eliminación de agua es menor. Esto se debe a la amplia diferencia entre las solubilidades en agua de los dos disolventes considerados, siendo mayor la del acetato de etilo que la del MIBK.

El método más adecuado para regenerar el MIBK es su reextracción utilizando una disolución de hidróxido de sodio, mientras que el método más adecuado para regenerar el acetato de etilo es la destilación.

La diferencia de precios entre ambos disolventes favorece al acetato de etilo, cuyo precio está entre 0,84 y 0,86 €/Kg, frente a los 1,45-1,62 €/Kg del MIBK.

Si se tienen en cuenta las diferentes configuraciones de proceso para cada disolvente, se podría decir que los costes de operación serán superiores utilizando acetato de etilo, ya que la operación de destilación supone mayor consumo energético que la reextracción. Sin embargo, se ha de considerar el hecho de que con la reextracción se introduce una nueva especie, por lo que se deberá tener en cuenta el coste de su consumo (0,48-0,50 €/Kg de sosa cáustica).

En cuanto al impacto sobre el medioambiente, el problema que más se puede relacionar con procesos de extracción con disolventes es la contaminación de aguas y, por tanto, los efectos nocivos que los disolventes puedan ejercer sobre la vida acuática. Tanto el MIBK como el acetato de etilo se eliminan relativamente rápido en caso de ponerse en contacto con agua, siendo la eliminación del acetato de etilo ligeramente más rápida. Analizando las alternativas de proceso asociadas a cada disolvente, como ya se ha mencionado, la destilación implica mayor consumo de energía mientras que la reextracción lleva asociada la introducción de hidróxido de sodio en el sistema. El peligro del hidróxido de sodio en el medioambiente viene dado por su influencia en el pH. A altas concentraciones sí es tóxico para organismos acuáticos, sin embargo a bajas concentraciones no tiene efectos perjudiciales sobre los organismos, ya que es neutralizado por otras sustancias presentes en el agua y el pH no aumenta.

En definitiva, este trabajo proporciona información sobre el comportamiento del proceso de extracción de ácido acético utilizando diferentes disolventes, que sirve de base para un diseño posterior más detallado.

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	7
1.1 Ácido acético	7
1.1.1 <i>Obtención</i>	<i>8</i>
1.1.2 <i>Mercado.....</i>	<i>11</i>
1.1.3 <i>Purificación y concentración de ácido acético</i>	<i>12</i>
1.2 Disolventes considerados	14
1.2.1 <i>Metil-isobutil-cetona (MIBK).....</i>	<i>15</i>
1.2.2 <i>Acetato de etilo</i>	<i>15</i>
2. OBJETIVOS.....	17
3. METODOLOGIA	19
3.1 Extracción líquido-líquido.....	19
3.1.1 <i>Equilibrio líquido-líquido.....</i>	<i>20</i>
3.1.2 <i>Elección del disolvente.....</i>	<i>22</i>
3.1.3 <i>Recuperación del disolvente.....</i>	<i>24</i>
3.1.4 <i>Consideraciones económicas</i>	<i>24</i>
3.2 Aspen Plus®	25
4. RESULTADOS.....	31
4.1 Metil-isobutil-cetona (MIBK)	31
4.1.1 <i>Definición del comportamiento de la operación de extracción</i>	<i>32</i>
4.1.2 <i>Estudio del proceso de extracción con recuperación del disolvente</i>	<i>37</i>
4.2 Acetato de etilo	43
4.3 MIBK vs Acetato de etilo.....	51
4.4 Valoración de impactos y responsabilidad legal, ética y profesional	54
5. CONCLUSIONES.....	55
6. LÍNEAS FUTURAS.....	57
7. REFERENCIAS	58
8. PLANIFICACIÓN TEMPORAL Y PRESUPUESTO	61
8.1 <i>Planificación temporal.....</i>	<i>61</i>
8.2 <i>Presupuesto.....</i>	<i>62</i>
9. INDICE DE FIGURAS.....	64
10. INDICE DE TABLAS	65
11. ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS	66
12. GLOSARIO.....	67
13. ANEXOS.....	68
13.1 <i>Composición detallada de las corrientes de proceso</i>	<i>68</i>
13.2 <i>Fichas internacionales de seguridad química.....</i>	<i>73</i>

1. INTRODUCCIÓN

El ácido acético es uno de los ácidos carboxílicos más utilizados tanto en la industria química como en la alimentaria. La aplicación más importante de este ácido es la producción de acetato de vinilo monómero, empleado en la fabricación de pinturas, adhesivos y papel, entre otros. La producción de ácido tereftálico purificado, precursor del poliéster PET, es también una aplicación de gran relevancia [1]. Además, el ácido acético es utilizado como ingrediente clave en el vinagre.

Existen diversas formas de obtener ácido acético, siendo la fermentación de etanol, azúcar o biomasa la más tradicional, menos utilizada en los últimos años dada la dificultad para purificar el ácido de forma económica. Sin embargo, la reciente preocupación por diseñar procesos sostenibles y con menos impacto sobre el medioambiente, ha hecho aumentar el interés por la biosíntesis, así como por mejorar los procesos de recuperación de ácido acético de las diferentes soluciones acuosas producidas en la fermentación [2]. Teniendo esto en cuenta, el presente trabajo pretende realizar un estudio de la extracción de disoluciones acuosas de ácido acético, evaluando el uso de dos disolventes (metil-isobutil-cetona y acetato de etilo), así como su proceso de recuperación.

1.1 Ácido acético

Es un líquido incoloro con un olor muy intenso y un sabor que produce sensación de ardor, parecido al vinagre, ya que es su ingrediente clave. El ácido puro se denomina ácido acético glacial, debido a que se encuentra en forma de cristales similares al hielo.

Algunas de sus propiedades físicas se muestran en la tabla 1.1 y su estructura molecular es la que aparece en la figura 1.1.

Tabla 1.1: Propiedades físicas del ácido acético puro [3]

Punto de ebullición	117,87 °C
Presión de vapor	$\text{Log } p = 7,55716 - 1642,54/(233,386+t)$
Densidad (20°C)	1,04928 g/ml
Viscosidad del líquido (20°C)	11,83 cP

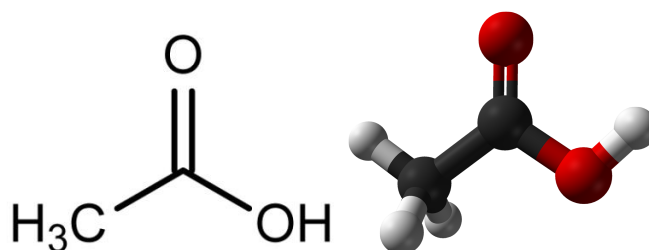
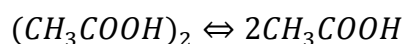


Figura 1.1: Estructura molecular del ácido acético

A presiones por debajo de la saturación, entre 25 y 120 °C, el vapor está formado por dos gases en equilibrio.



La dimerización es responsable de muchas de las aparentes anomalías encontradas en su ecuación de estado, funciones termodinámicas, etc.

Introducción

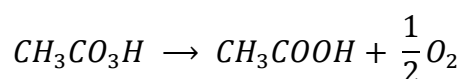
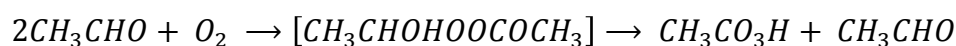
Otro factor que afecta al estado físico del ácido acético es su equilibrio con el anhídrido acético. En el punto de ebullición a presión atmosférica, tiene lugar una reacción en la que se forma anhídrido acético y agua.

1.1.1 Obtención

El ácido acético puede obtenerse de forma biológica, mediante fermentación bacteriana, o de forma sintética. Las tres principales vías de obtención de ácido acético sintético son: oxidación de acetaldehído, oxidación de hidrocarburos en fase líquida y carbonilación de metanol.

○ OXIDACIÓN DE ACETALDEHÍDO

La oxidación de acetaldehído con aire u oxígeno para obtener ácido acético, tiene lugar mediante la formación de ácido peracético como intermedio de reacción (radical libre).



En los procesos discontinuos, se utiliza una disolución de acetaldehído que contiene 0,5% de acetato de manganeso como catalizador. La temperatura está entre 55 y 80 °C y la presión entre 75 y 85 psig. La concentración de oxígeno en el gas de salida se mantiene por debajo del 10% por motivos de seguridad. El acetaldehído residual se recupera mediante destilación y el ácido acético se purifica hasta el 99% también mediante destilación. El rendimiento está entre el 85 y el 95% [4].

Hoy en día la oxidación se lleva a cabo con oxígeno y de forma continua. Un ejemplo es el proceso Hoechst que opera entre 50 y 70°C en torres de acero inoxidable con ácido acético como disolvente. El calor de reacción es eliminado haciendo circular la mezcla de oxidación por un sistema de refrigeración. Un control adecuado de la temperatura permite limitar la descomposición del ácido acético en ácido fórmico, CO₂, y pequeñas cantidades de CO y H₂O. La selectividad a ácido acético alcanza valores entre el 95 y el 97%.

El mayor peligro de este proceso se encuentra en el arranque del reactor continuo. Una cuidadosa regulación automática del calor de reacción, la concentración de catalizador y la concentración de oxígeno en el gas de salida, elimina la mayor parte del peligro [5].

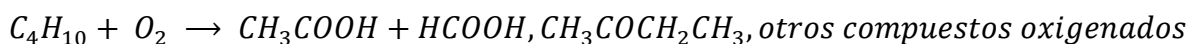
Durante muchos años la oxidación de acetaldehído fue la principal vía de obtención de ácido acético, pero motivos económicos impulsaron la búsqueda de procesos alternativos.

○ OXIDACIÓN DE HIDROCARBUROS EN FASE LÍQUIDA

La oxidación de hidrocarburos parafínicos y olefínicos se ha llevado a cabo bajo gran variedad de condiciones térmicas, enzimáticas y electroquímicas, entre otras, resultando en la producción de ácido acético en cantidades que varían entre apenas detectable y comercialmente aceptable. El objetivo no es solo producir ácido acético sino hacerlo de forma económicamente atractiva.

Hidrocarburos C₄-C₈ son los más favorables para la producción de ácido acético. De todas las olefinas y parafinas, es el butano el que ha recibido más atención.

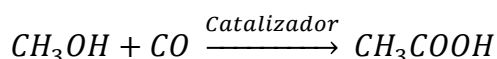
Fue Celanese la que inició, en 1952, la producción de ácido acético basada en la oxidación de butano en fase líquida. Este proceso opera a 175°C y 54 bar con acetato de cobalto como catalizador. La separación de la mezcla de ácidos acético, fórmico, propiónico, acrílico y butírico, entre otras sustancias, se lleva a cabo mediante una combinación de extracción, destilación y destilación extractiva.



Dadas las ventajas económicas de la carbonilación del metanol, este proceso se utiliza poco hoy en día.

○ CARBONILACIÓN DE METANOL

Se descubrió hacia 1913 que el metanol, principal producto de reacción del gas de síntesis, podía ser carbonilado para producir ácido acético, pero fue en 1920 cuando este método se hizo económicamente viable dada la posibilidad de obtener metanol en cantidades comerciales. Esta vía se ha convertido en la forma generalmente aceptada de obtener el ácido y ha supuesto gran parte de la capacidad de producción durante los últimos años. La reacción que tiene lugar es la siguiente:



La primera planta comercial fue puesta en funcionamiento por BASF hacia 1960, utilizando yoduro de cobalto como catalizador. En este proceso el metanol (solo o mezclado con dimetil éter y una pequeña cantidad de agua) reacciona con monóxido de carbono en presencia de yoduro de cobalto II, en fase líquida, a 250°C y 680 bar. La selectividad a ácido acético era 90% (basada en CH₃OH) y 70% (basada en CO) [5].

Unos años más tarde, Monsanto descubrió que el uso de rodio combinado con yodo como catalizador permitía utilizar condiciones de operación menos extremas obteniendo mayor selectividad.

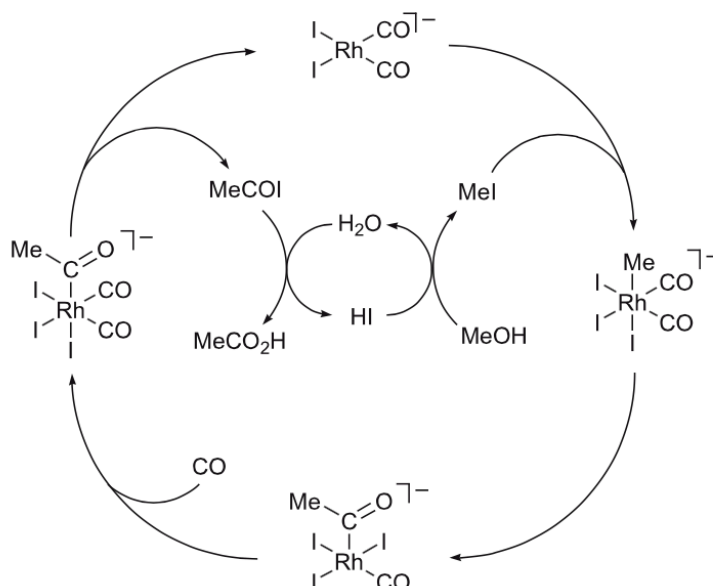


Figura 1.2: Ciclo catalítico de la carbonilación de metanol con catalizador basado en rodio

Introducción

En el proceso industrial metanol y monóxido de carbono reaccionan de forma continua, en fase líquida, a 150-200°C y bajo presiones de hasta 30 bar. De esta manera la selectividad a ácido acético llega al 99% (basada en CH₃OH) y supera el 90% (basada en CO)[5]. En una unidad comercial de proceso se incluye la producción y regeneración del catalizador.

En 1996 BP anunció un nuevo proceso para la carbonilación del metanol basado en el uso de un catalizador de iridio denominado Cativa™. Este proceso ofrece mejoras en cuanto a tecnología, además de un ahorro de costes [6].

La calidad del ácido acético obtenido mediante el proceso Cativa™ es excepcional. La cantidad de impurezas orgánicas de yoduro es muy baja, mientras que esto suponía un problema en procesos basados en catalizadores de rodio. La cantidad de ácido propiónico producido en el proceso Cativa™ es inferior a la formada en procesos con rodio, lo que significa menos consumo de energía a la hora de purificar el producto.

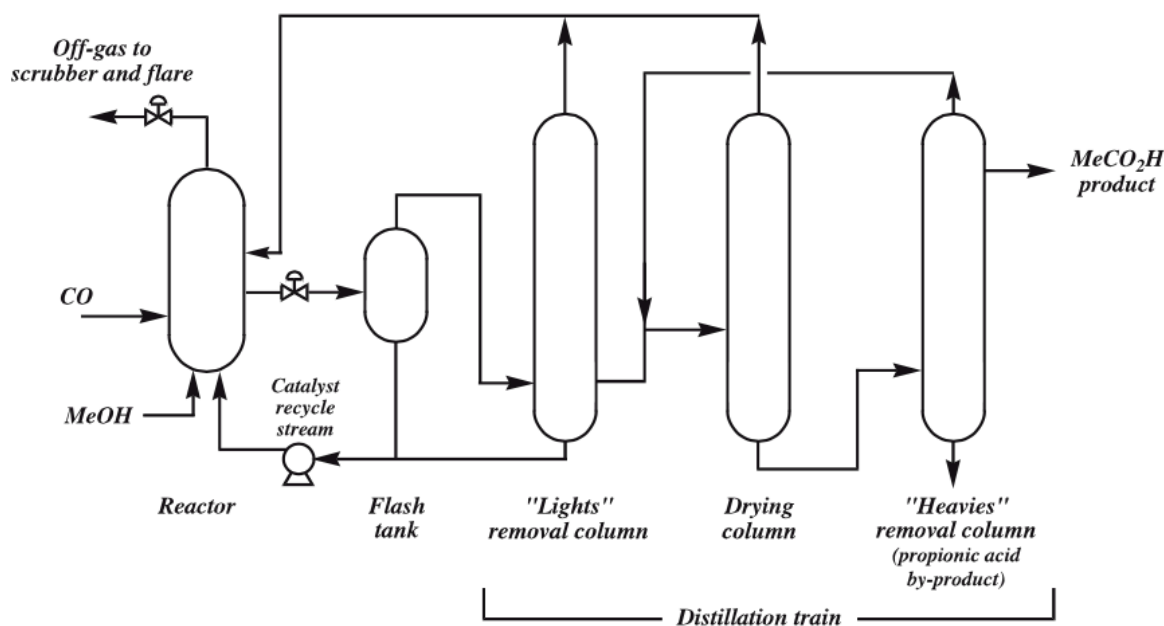


Figura 1.3: Diagrama esquemático de una planta de carbonilación de metanol [7]

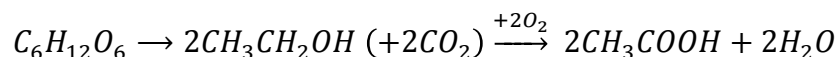
○ BIOSÍNTESIS DE ÁCIDO ACÉTICO

Desde un punto de vista económico, los métodos biotecnológicos de obtención de ácido acético no tienen comparación con los métodos sintéticos, en especial con la carbonilación de metanol. Sin embargo, la biosíntesis de ácido acético presenta algunas ventajas en otros aspectos. La principal es que la materia prima puede obtenerse a partir de fuentes renovables. Además, es posible conseguir un amplio rango de productos, no solo a partir de los métodos biológicos tradicionales, sino también de la ingeniería genética.

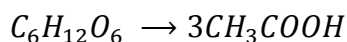
Tradicionalmente, el ácido acético obtenido de forma biológica se destina a la industria alimentaria. El proceso se puede llevar a cabo de forma aeróbica o anaeróbica.

La vía aeróbica está compuesta de dos pasos. En primer lugar se produce etanol a partir de glucosa, operación que se lleva a cabo a temperaturas que rondan los 30°C y en la que se utilizan microorganismos anaeróbicos como *Saccharomyces cerevisiae*. El rendimiento es

aproximadamente del 90%. El segundo paso es la oxidación del etanol utilizando la bacteria aeróbica *Acetobacter aceti* a 27-37°C con un rendimiento de aproximadamente 85% [8].



Por otro lado, en el proceso anaeróbico se utilizan especies de bacterias acetogénicas, las cuales son capaces de convertir la glucosa casi estequiométricamente en ácido acético.



Comparando ambas vías se encuentra que en el proceso aeróbico sólo se produce ácido acético, lo cual es una ventaja, mientras que en el proceso anaeróbico se obtienen cantidades significativas de ácidos propiónico y butírico. Además la fermentación aeróbica es un proceso más rápido y con ella se obtiene ácido acético de mayor concentración (hasta 11%). Esto hace que, para la obtención de vinagre, se utilice exclusivamente la vía aeróbica. Sin embargo, se está investigando el proceso anaeróbico dadas sus ventajas económicas. El coste de los equipos es más bajo, la operación es relativamente simple y se eliminan los costes de aireación. Con un rendimiento del 85%, la vía anaeróbica ofrece una reducción del 60% en materia prima frente a la vía aeróbica.

Los caldos de fermentación están formados mayoritariamente por agua, con una pequeña cantidad de ácido acético (generalmente igual o inferior al 5%). Esto hace que sea necesario diseñar procesos de recuperación del ácido de las disoluciones acuosas formadas. Los diferentes métodos estudiados para llevar a cabo este propósito se presentan con detalle en el apartado 1.2.

1.1.2 Mercado

Según un estudio realizado por Grand View Research Inc. en 2015 [9], se espera que el mercado global de ácido acético alcance los 13,31 billones de dólares en 2022. El aumento del uso de ácido tereftálico purificado en la fabricación de poliéster y el crecimiento de la demanda de acetato de vinilo monómero, impulsarán el crecimiento del mercado en los próximos seis años.

El estudio indica que, sólo en 2014, China fue el mercado más grande de ácido acético, representando el 40% del volumen de demanda global. Además se prevé que este dominio se mantendrá durante el periodo estudiado (2012-2022).

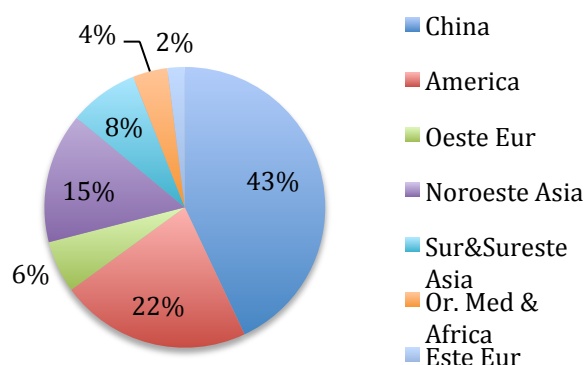


Figura 1.4: Producción de ácido acético según región en 2014 (Fuente: Tecnon OrbiChem)

Introducción

La demanda global de ácido acético para la producción de acetato de vinilo monómero sobrepasó las 3600 kilo toneladas en 2014 y se espera que la tasa de crecimiento anual sea de más del 4% desde 2015 a 2022.

En cuanto a la demanda global de ácido acético para la producción de ácido tereftálico purificado, sobrepasó las 2500 kilotoneladas en 2014 y se espera que esté por encima de las 3800 kilotoneladas en 2020.

Global acetic acid market, by application, 2012 – 2022 (Kilo Tons)

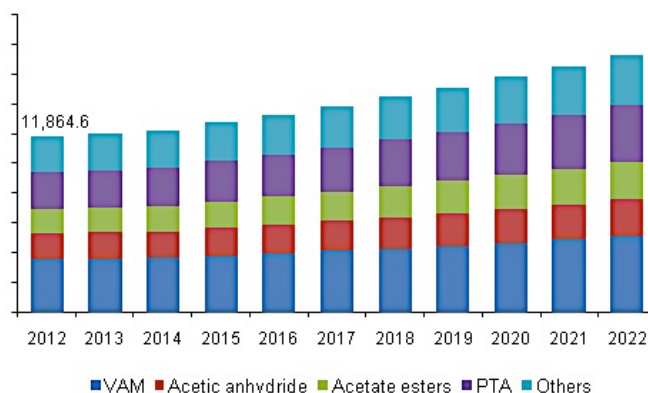


Figura 1.5: Evolución del mercado global de ácido acético, según su aplicación, en kilo toneladas [9]

1.1.3 Purificación y concentración de ácido acético

Como ya se ha comentado, en la biosíntesis del ácido acético es necesaria una operación de recuperación del producto del caldo de fermentación, siendo éste uno de los objetivos del desarrollo de este trabajo.

El propósito de la recuperación del producto es llevar el ácido hasta la pureza especificada, con posibilidad de reciclar el agua al proceso y recuperar otras especies. Los costes de esta operación son elevados, lo que hace que sean clave en la viabilidad económica del proceso.

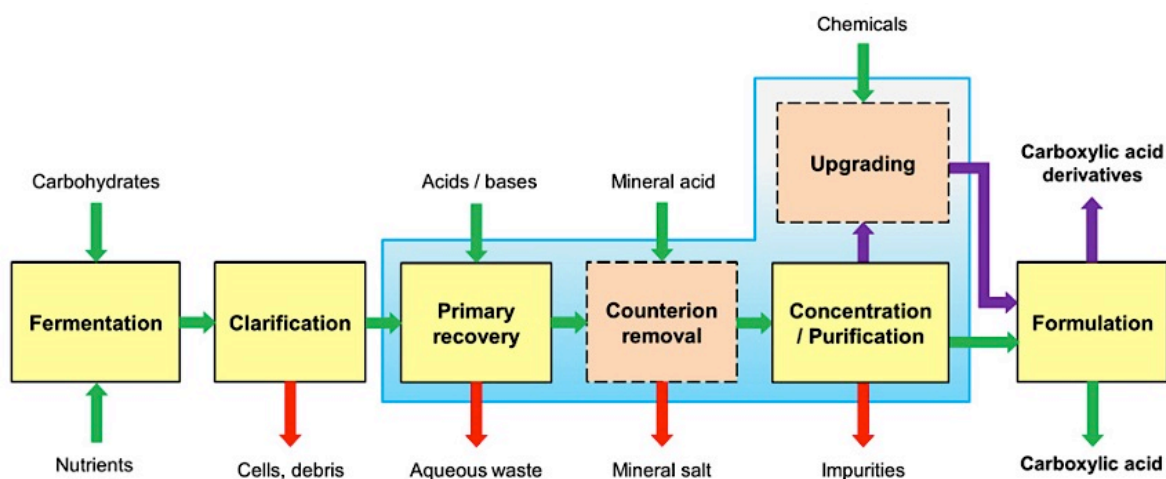


Figura 1.6: Secuencia de proceso para la recuperación de ácidos carboxílicos obtenidos mediante fermentación [10]

Se han propuesto diferentes métodos para purificar disoluciones acuosas de ácido acético como la precipitación de sales, la reacción con un alcohol para la posterior recuperación del éster, uso de membranas, destilación reactiva y extracción líquido-líquido.

Estudios en los que se hace especial hincapié en la eficiencia económica de la separación de ácido acético, consideran el uso de agentes de esterificación [11][12].

Para concentraciones de ácido inferiores al 40%, la extracción líquido-líquido es una solución más apropiada que la destilación, ya que los costes de operación asociados a destilar esa gran cantidad de agua sobrepasan los costes de capital correspondientes a los equipos de extracción [13][14].

La extracción líquido-líquido ha sido la tecnología más estudiada para la recuperación primaria de ácidos carboxílicos. La naturaleza de los disolventes ha evolucionado desde disolventes orgánicos de un solo componente hasta disolventes multicomponente, hechos casi a medida, que permiten optimizar las características de las que depende el proceso de extracción. Para conseguirlo, los disolventes más modernos pueden estar compuestos por un extractor, un modificador y un diluyente.

Busche [8] estableció el proceso tradicional para la recuperación de ácido acético obtenido mediante fermentación. El proceso es el que se muestra en la figura 1.7.

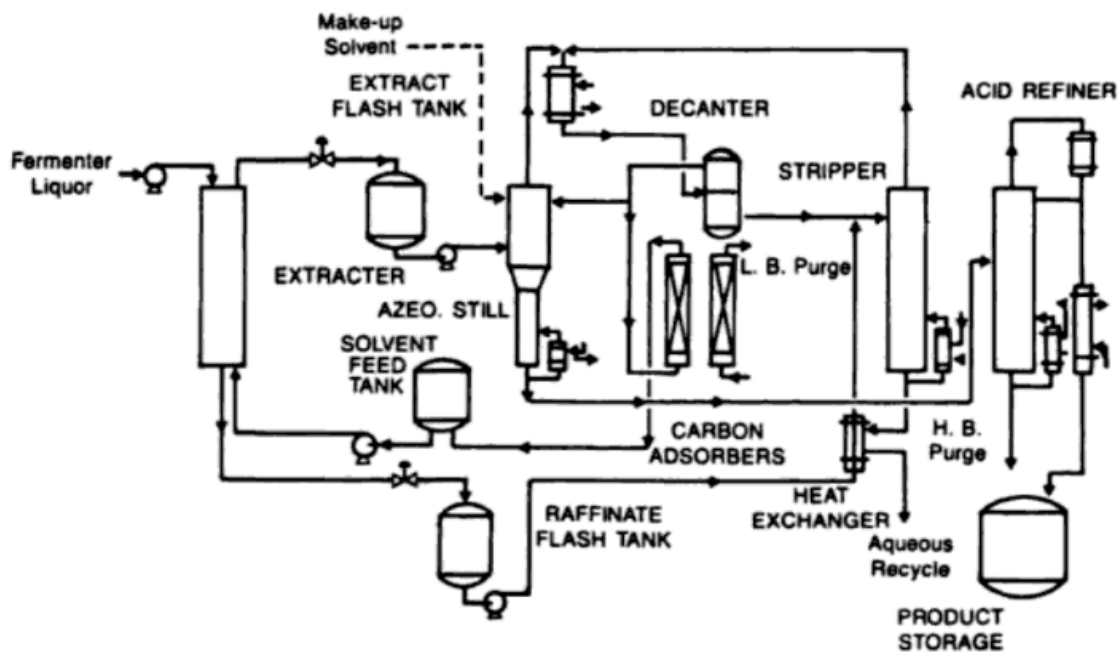


Figura 1.7: Proceso tradicional de recuperación de ácido acético [8]

La primera unidad es un extractor en el que el ácido acético es separado del caldo de fermentación utilizando el disolvente reciclado, el cual debe estar libre de ácido para que la eficiencia sea alta. La corriente de refinado contiene agua, ácido acético no recuperado y una cantidad de disolvente limitada por su solubilidad. Esta corriente se lleva a una columna de *stripping* para reciclar el disolvente presente y purificar el agua. La corriente de extracto formada por el disolvente, ácido acético y algo de agua, se alimenta a una columna de destilación azeotrópica.

La purificación del extracto de forma continua mediante destilación azeotrópica es aplicable cuando el disolvente forma un azeótropo heterogéneo de mínimo punto de ebullición y no existe azeótropo ternario. Agua y disolvente se separan por cabeza con una mínima cantidad de ácido acético. Los vapores se condensan y se decantan para formar una fase rica en

Introducción

disolvente y otra fase acuosa. La fase rica en disolvente se utiliza para proporcionar reflujo a la columna y se recicla al extractor. La fase acuosa se alimenta a la columna de *stripping* para retirar el disolvente residual antes de reciclar el agua. La corriente de fondo de la columna de destilación contiene el agua retirada del ácido acético, pero debe ser purificada para eliminar componentes pesados.

Se han estudiado diferentes tipos de disolventes para la operación de extracción.

Las aminas terciarias son consideradas disolventes altamente eficientes, en especial si se usan sistemas encapsulados para evitar que se formen emulsiones [15][16]. Debido a su funcionalidad interactúan mediante apareamiento de iones y enlaces de hidrógeno formando un complejo cuya estequiometría depende del número de grupos carboxílicos y de las características del disolvente.

Recientes investigaciones se han centrado en encontrar nuevos disolventes con alto coeficiente de distribución que faciliten la extracción. Un nuevo tipo de disolventes propuesto han sido los líquidos iónicos, considerados buenos candidatos para ser disolventes con poco impacto sobre el medioambiente. Las principales propiedades que hacen atractivos a los líquidos iónicos son su estabilidad ante la temperatura y el hecho de que su presión de vapor sea prácticamente cero.

También se ha considerado el uso de disolventes que proporcionen a la vez parejas de donantes y aceptores de enlaces de hidrógeno, como los ácidos carboxílicos, los cuales tienden a dimerizarse en ambientes hidrófobos. Ácidos grasos de cadena media han sido investigados como disolventes para recuperar ácido acético de disoluciones acuosas [2].

Un aspecto muy importante para el diseño de operaciones de extracción líquido-líquido es el sistema de recuperación del disolvente, sin embargo es escasa la información publicada al respecto. Existe un resumen de métodos propuestos para la recuperación de ácido láctico (de los cuales la mayoría podría aplicarse a los ácidos carboxílicos en general) en el que se indica que para disolventes con buenas propiedades de extracción, se requieren sistemas más complejos para su recuperación [17]. Más información acerca de procesos de recuperación del disolvente se muestra en el apartado 3.1.3.

1.2 Disolventes considerados

En el Grado en Ingeniería Química impartido en la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales (UPM) se llevan a cabo experimentos, tanto en laboratorio como en planta piloto, en los que se estudia la extracción de ácido acético utilizando MIBK como disolvente. Este hecho es el responsable de que haya sido este compuesto uno de los disolventes elegidos para el presente estudio. En los experimentos mencionados se utiliza el MIBK en una operación de extracción que tiene fines didácticos, lo que se pretende evaluar ahora es su eficiencia en un proceso de extracción en condiciones que se pueden encontrar a escala industrial, con fines comerciales.

Las dificultades técnicas encontradas en la columna de extracción de la planta piloto del departamento de Tecnología Química (DIQUIMA) llevaron a realizar un estudio cuyo objetivo era su puesta a punto, diseñando también un proceso para la recuperación del disolvente mediante una segunda extracción con hidróxido de sodio [18]. Las condiciones de operación encontradas en ese estudio se tomarán aquí como base para realizar las primeras simulaciones.

El acetato de etilo es el otro disolvente elegido para el estudio, ya que es un ejemplo de disolvente utilizado a escala industrial, además de haber sido escogido para estudiar el proceso de extracción de ácido acético en varios estudios disponibles en la literatura.

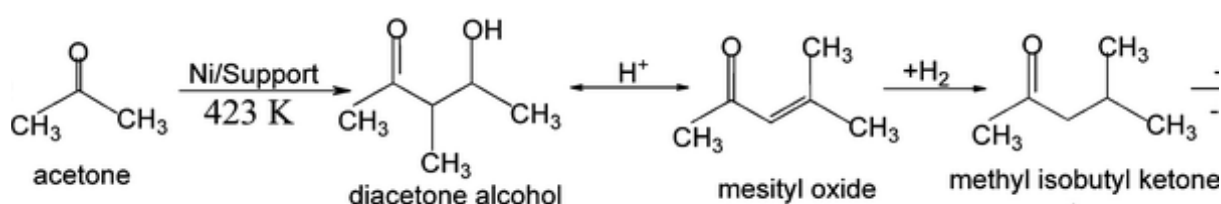
1.2.1 Metil-isobutil-cetona (MIBK)

La metil-isobutil-cetona ((CH₃)₂CHCH₂C(O)CH₃) es un líquido incoloro, estable y sin capacidad para polimerizar.

Se obtiene a partir de acetona en tres etapas, mediante intermedios aislables:

1. Condensación de aldol (catalizada con una base)
2. Deshidratación (catalizada con protones)
3. Hidrogenación (catalizada con Cu o Ni)

El esquema de reacción se muestra a continuación [19]:



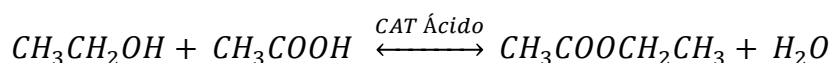
Los productos de la hidrogenación son separados y purificados mediante destilación. Los procesos modernos combinan estas tres etapas en una utilizando intercambiadores de cationes ácidos, zeolitas, fosfato de circonio como catalizadores. La condensación de aldol y la hidrogenación ocurren de manera simultánea, con alta selectividad y de forma exotérmica [5].

El MIBK se utiliza como intermedio químico, disolvente para la fabricación de pinturas, gomas, productos farmacéuticos y otros productos químicos. También se utiliza en la industria de los semiconductores. Funciona bien para disolver resinas usadas en pinturas, tintas y otros tipos de recubrimientos de superficies.

1.2.2 Acetato de etilo

El acetato de etilo (CH₃-COO-CH₂-CH₃) es un líquido incoloro con un característico olor dulce. Forma azeótropos con agua (8,2% en masa de agua y 70,4 °C), etanol (30,8% en masa de etanol y 71,8 °C) y metanol (44% en masa de metanol y 60,2°C). Con agua y etanol forma un azeótropo ternario (7,8 % en masa de agua, 9% en masa de etanol y 70,3°C) [21].

El acetato de etilo se obtiene a partir de etanol y ácido acético en procesos tanto continuos como discontinuos. Una etapa importante en el proceso continuo es la separación del éster, que se lleva a cabo mediante destilación, aprovechando el azeótropo alcohol-éster-agua. Tras la decantación y la purificación, el rendimiento del éster puede llegar al 95%.

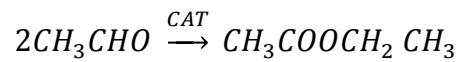


En la oxidación de *n*-butano también se forma acetato de etilo, junto a otros muchos productos.

La reacción Tishchenko es otra manera de obtener acetato de etilo. Dos moles de acetaldehído

Introducción

pueden reaccionar para formar acetato de etilo con un catalizador alcóxido metálico a bajas temperaturas.



El acetato de etilo es un disolvente importante utilizado principalmente en la industria de pinturas, adhesivos, tinta y cosméticos, además de ser un disolvente efectivo para muchos tipos de resinas. Es también utilizado como disolvente de extracción en la industria farmacéutica y en el proceso de obtener café descafeinado.

2. OBJETIVOS

El presente trabajo pretende, principalmente, llevar a cabo un estudio sobre del proceso de extracción de ácido acético con recuperación del disolvente mediante simulación con Aspen Plus[®]. El objetivo es comparar el comportamiento del proceso utilizando dos disolventes diferentes: metil-isobutil-cetona (MIBK) y acetato de etilo. Las razones por las que estos son los dos disolventes elegidos se mencionan en el apartado 1.2.

Se evaluarán las condiciones de operación requeridas en la operación de extracción para cada disolvente, así como la validez de dos modalidades de proceso para su recuperación: reextracción con hidróxido de sodio y destilación.

En primer lugar el objetivo es evaluar el comportamiento de la extracción. Ya se ha demostrado experimentalmente que la transferencia de materia de ácido acético a la fase orgánica ocurre [18], por lo que en la primera serie de simulaciones se comprobará qué proporción volumétrica de alimentación/disolvente da lugar a un comportamiento adecuado de la extracción. Se definirán las características de la alimentación y de la columna de extracción de acuerdo a los datos extraídos del estudio antes mencionado.

Una vez conocida la influencia que ejerce la proporción de disolvente sobre la operación de extracción, se procederá a cambiar las condiciones de alimentación a aquellas que se asimilen al producto obtenido en la biosíntesis de ácido acético, dado que ese es el tipo de disoluciones que interesaría purificar a escala industrial. En esta serie de simulaciones se pretende hallar el número de etapas que permiten una recuperación aceptable de ácido acético.

El siguiente paso será diseñar el proceso de recuperación del disolvente. En primer lugar se simulará la reextracción con hidróxido de sodio, cuya validez ya ha sido demostrada tanto a escala laboratorio como a escala de planta piloto [18], y seguidamente se evaluará la posibilidad de utilizar la destilación como método para reciclar el disolvente empleado.

La segunda parte de este trabajo se centrará en evaluar el uso de otro disolvente: acetato de etilo. Como ya se ha mencionado, se elige este compuesto debido a que es uno de los disolventes utilizados actualmente en la industria [14], además de existir en la literatura experimentos que lo tienen en cuenta al estudiar el comportamiento de la extracción de ácido acético [13][22][23].

Al igual que en el caso del MIBK, se llevarán a cabo una serie de simulaciones donde las condiciones de la alimentación serán las que se pueden encontrar al obtener ácido acético por fermentación. De esta manera, de nuevo se pretende averiguar el número de etapas necesario para obtener una recuperación aceptable de ácido acético, utilizando determinadas proporciones alimentación/disolvente.

A continuación se procederá a evaluar los métodos de recuperación del disolvente antes mencionados: reextracción con hidróxido de sodio o destilación.

Una vez conocidos los resultados del proceso de extracción con recuperación del disolvente, tanto para el MIBK como para el acetato de etilo, se podrá realizar una comparación entre ambos en términos de:

- ⇒ Comportamiento de la extracción (recuperación de soluto, pérdidas de disolvente, condiciones de operación...)

Objetivos

- ⇒ Costes derivados del consumo de disolvente
- ⇒ Costes de inversión
- ⇒ Impacto ambiental
- ⇒ Seguridad y toxicidad

3. METODOLOGIA

Las bases sobre las que se sustenta este trabajo son la utilización de la extracción líquido-líquido como método de separación y la utilización del simulador Aspen Plus[®] para representar el funcionamiento de esta operación.

3.1 Extracción líquido-líquido

La extracción en fase líquida es la operación de transferencia de materia en un sistema de dos fases líquidas. Los componentes de una disolución se separan al ponerse en contacto con otro líquido inmiscible o parcialmente miscible, distribuyéndose selectivamente entre las dos fases líquidas. Es una operación de uso bastante establecido, aunque no tanto como la destilación, la absorción o el *stripping*.

Se denomina soluto al componente que se separa, disolvente al que se introduce para crear una nueva fase y separarlo, y diluyente a aquél del que se quiere separar el soluto. La fase que sale del equipo de extracción y contiene la mayor parte del disolvente y del soluto, se conoce como extracto, mientras que la fase que contiene la mayor parte del diluyente se denomina refinado.

El disolvente puede ser un componente puro o una mezcla. Si la alimentación es una disolución acuosa, se usa un disolvente orgánico; si la alimentación es orgánica, el disolvente suele ser agua.

Una etapa teórica o etapa de equilibrio es un aparato que es capaz de mezclar dos líquidos inmiscibles hasta que se alcanzan concentraciones de equilibrio, para después separar las dos fases físicamente. La extracción en flujo cruzado es una cascada o serie de etapas en la que el refinado de una de las etapas se pone en contacto con disolvente fresco en una etapa consecutiva. Por otro lado, en la extracción en contracorriente el disolvente entra en la etapa más alejada de la alimentación, de manera que las dos fases avanzan en direcciones contrarias. El objetivo es transferir uno o más componentes de la alimentación al extracto. El esquema de cada modalidad se puede encontrar en la figura 3.1.

Cuando se utiliza un equipo de contacto por etapas, las dos fases se mezclan, estando una de ellas suspendida sobre la otra en forma de gotas. Las fases se separan antes de salir de cada etapa. Sin embargo, si lo que se utiliza es un equipo de contacto continuo (diferencial), una de las fases se puede mantener dispersa, en forma de gotas, a lo largo del equipo. La fase dispersa puede mezclarse antes de su descarga.

La extracción líquido-líquido se utiliza cuando la destilación es difícil de llevar a la práctica o cuando su coste es muy elevado. La viabilidad económica de un proceso de extracción líquido-líquido depende, principalmente, del disolvente elegido y de los procedimientos utilizados para la recuperación del mismo.

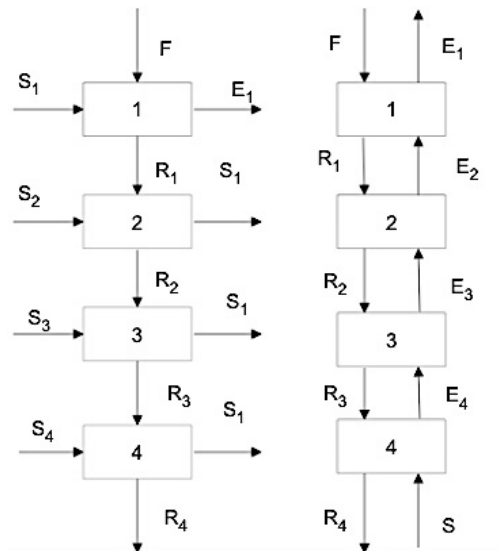
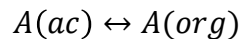


Figura 3.1: Esquema de extracción de flujo cruzado (izquierda) y de flujo en contracorriente (derecha)

3.1.1 Equilibrio líquido-líquido

Teniendo lugar la siguiente reacción de equilibrio:



Se denomina constante de reparto K al cociente entre la concentración de soluto en el extracto y la concentración de soluto en el refinado.

$$K = \frac{[A]^{org}}{[A]^{ac}}$$

La separación relativa o selectividad α , entre dos componentes, A y B, se puede definir como el ratio entre los dos coeficientes de reparto.

$$\alpha (A/B) = \frac{K_A}{K_B}$$

Esto es análogo a la volatilidad relativa en destilación.

El coeficiente de distribución D es el ratio entre la concentración total del soluto en la fase orgánica y la concentración total del soluto en la fase acuosa, generalmente medida en el equilibrio.

$$D = \frac{[A]_{tot}^{org}}{[A]_{tot}^{ac}}$$

Es importante distinguir entre K y D . La constante de reparto tiene un valor, mientras que el coeficiente de distribución puede cambiar con las condiciones de disolución si las cantidades relativas de las especies cambian. En una extracción líquido-líquido simple, sin reacciones

secundarias, la única reacción que afecta a la extracción es la de distribución entre las dos fases. En este caso el valor de K y D coincide.

En la termodinámica de la extracción líquido-líquido no existe una teoría sencilla como la de disoluciones ideales para el equilibrio líquido-vapor. A menudo es preferible el uso de datos experimentales en lugar de predicciones basadas en correlaciones con coeficientes de actividad. Estos datos pueden ser corregidos mediante el uso de ecuaciones de coeficiente de actividad, por ejemplo NRTL o UNIQUAC.

La forma más común de representar los datos de equilibrio líquido-líquido es mediante un diagrama triangular equilátero. Cada vértice es una componente puro de la mezcla, mientras que cada lado es una mezcla de los dos componentes puros situados en sus extremos. Cualquier punto en el interior del triángulo es una mezcla ternaria (figura 3.2). Los sistemas que se dan con más frecuencia son los del tipo I (figura 3.3 (a)), en los que solo una de las mezclas binarias es inmisible. De este tipo es el sistema ácido acético-agua-MIBK, donde solo la pareja agua-MIBK es inmisible. En el caso de un sistema de tipo II, dos de las mezclas binarias son inmiscibles, lo que significa que el soluto no es totalmente miscible en uno de los líquidos (figura 3.3 (b)).

Muchos sistemas líquidos inmiscibles presentan una temperatura crítica de disolución, a partir de la cual no existe separación de fases. En ocasiones un sistema también puede tener una temperatura crítica inferior, por debajo de la cual el sistema será totalmente miscible. Un ejemplo de este fenómeno es el sistema binario MIBK-agua. Cambios de presión generalmente tienen un efecto despreciable en el equilibrio líquido-líquido.

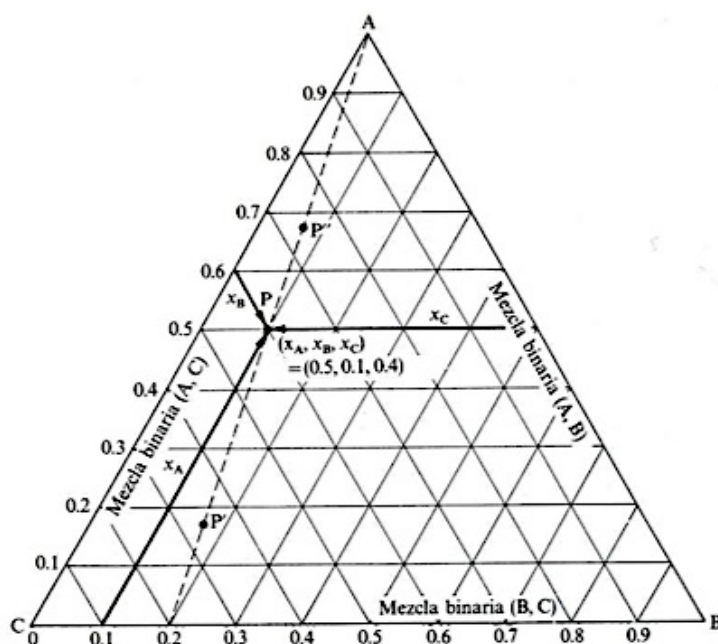


Figura 3.2: Diagrama triangular equilátero

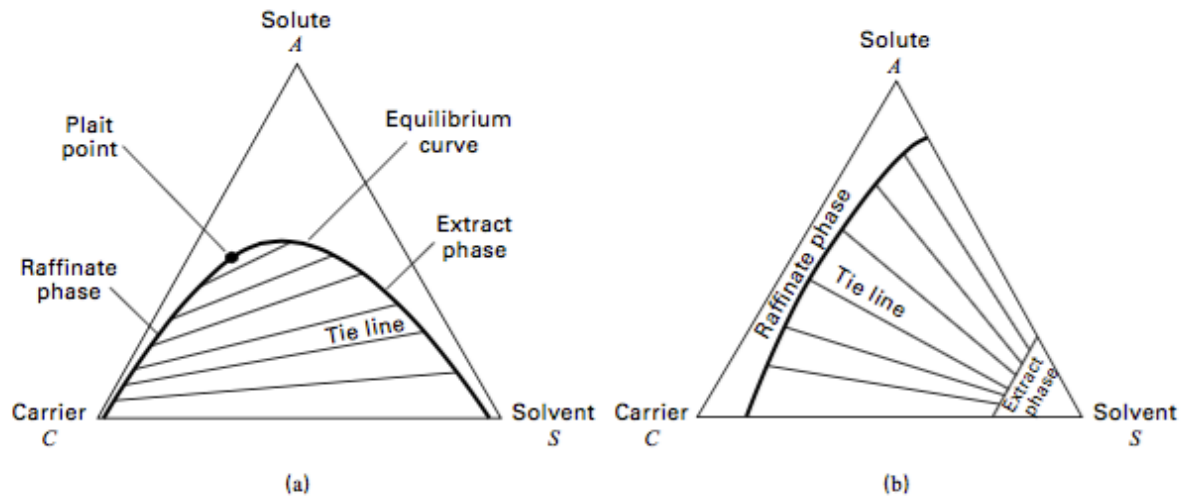


Figura 3.3: Sistemas Tipo I (a) y Tipo II (b) [24]

3.1.2 Elección del disolvente

En el proceso de separación líquido-líquido, las interacciones entre el soluto y el disolvente son muy complicadas, por lo que no se debe considerar la extracción independientemente de la recuperación del disolvente a la hora llevar a cabo el diseño. Los cálculos de diseño no pueden basarse únicamente en coeficientes de reparto, ya que en muchos casos se ha demostrado que la opción más económica no era la más evidente o la que se había estimado en los estudios preliminares.

Cuando el objetivo es recuperar sustancias orgánicas, el primer paso en el desarrollo de la extracción con disolventes es conocer la composición de la alimentación y su caudal, así como las especificaciones de calidad del producto y de la composición del refinado. Una vez hecho esto, se elabora una primera lista de posibles disolventes.

No existe un disolvente universal, lo que significa que la elección debe llevarse a cabo para cada proceso individualmente, basándose en la información conocida respecto a las interacciones entre las dos fases. Las características deseables en un disolvente son [25][26]:

a. *Alta capacidad de extracción de las especies deseadas*

Esta propiedad se refiere a la carga de soluto por masa de disolvente que se puede conseguir.

b. *Selectividad*

La selectividad o separación relativa (α), definida en el apartado 3.1.1, es la capacidad de disolver gran cantidad de uno de los componentes clave sin disolver significativamente otros componentes. El poder de separación de un sistema líquido-líquido estará determinado por la desviación de α de la unidad. Una separación relativa de 1 significa que no existe separación de los componentes entre las dos fases líquidas. Concentraciones de soluto diluidas generalmente proporcionan mayores factores de separación.

c. Baja solubilidad en el diluyente de la alimentación

El hecho de que el disolvente sea poco soluble en el diluyente de la alimentación que contiene el soluto (por ejemplo agua), implica que poca cantidad se pierda en la corriente de refinado.

También conviene que el diluyente de la alimentación tenga baja solubilidad en el disolvente, de manera que sea poca la cantidad de diluyente que pase a la corriente de extracto y sea mejor la separación relativa.

d. Fácil regeneración

El disolvente debe ser separado del soluto en la corriente de extracto, así como recuperado de la corriente de refinado con el objetivo de reciclarlo al proceso. La destilación es utilizada frecuentemente por lo que es deseable que la volatilidad relativa entre el disolvente y el resto de los componentes sea significativamente mayor o menor que la unidad.

e. Propiedades físicas adecuadas (densidad, viscosidad, tensión superficial, etc.)

La diferencia entre las densidades de las dos fases líquidas afecta a los caudales que pueden conseguirse en equipos de extracción en contracorriente, así como a la coalescencia.

Si la tensión superficial es alta, se favorece la rápida coalescencia y generalmente se requiere gran agitación para producir gotas pequeñas. Baja tensión superficial permite que las gotas se rompan con baja intensidad en la agitación, pero también supone coalescencia lenta. La tensión superficial suele disminuir a medida que la solubilidad y la concentración de soluto aumentan.

f. Relativamente barato, no tóxico y no corrosivo.

Es deseable que la toxicidad sea baja en caso de inhalación de vapores del disolvente o contacto con la piel, ya que se puede estar expuesto durante reparaciones de los equipos o al transferir el disolvente. También es conveniente que la toxicidad para peces y organismos sea baja cuando los efluentes de la extracción se liberan a ríos o lagos.

Una vez realizada la selección preliminar, se puede llevar a cabo una segunda criba basada en cálculos simplificados de consumo de energía, ya que los costes de capital para esquemas similares de proceso no variarán significativamente.

En la selección final, se deben llevar a cabo cálculos rigurosos acompañados de pruebas de laboratorio para el estudio de propiedades de la separación, estabilidad química, verificación de los datos de equilibrio, etc.

Si se obtiene la información suficiente para elaborar una hoja de procesos, se puede valorar la posibilidad de llevar a cabo ensayos en planta piloto. A partir de los datos obtenidos en la planta piloto se puede proceder a llevar el proceso a escala industrial, de acuerdo a los principios que se encuentran en la literatura.

3.1.3 Recuperación del disolvente

Una de las características que será determinante en la elección del disolvente adecuado es la facilidad con la que pueda ser regenerado. Esto es, el estudio de métodos para purificar el extracto, separando el disolvente del soluto, de manera que el primero pueda devolverse a la columna de extracción para ser reutilizado. El método para llevar a cabo la regeneración dependerá de las propiedades del disolvente. La destilación es uno de los métodos más utilizados, aunque también existe la posibilidad de llevar a cabo una segunda extracción líquido-líquido.

El trabajo realizado por Wasewar et al. [17] mencionado anteriormente, recoge diferentes formas de recuperar el ácido fórmico de la corriente del extracto. Entre ellas está la reextracción utilizando NaOH o NaCl para desplazar el equilibrio.

Existe otro estudio en el que se estudia la extracción tanto de ácido fórmico como de ácido acético (con gran variedad de disolventes) y se lleva a cabo la recuperación del disolvente mediante destilación a vacío [27]. La temperatura que se puede utilizar es limitada, dada la posibilidad de que los ácidos se descompongan a altas temperaturas. Los resultados obtenidos en ese estudio muestran que el ácido acético es más resistente a la descomposición térmica que el ácido fórmico.

También se han realizado experimentos en los que la regeneración del disolvente en la extracción de ácido acético se lleva a cabo mediante otra extracción líquido-líquido, utilizando una disolución de NaOH como agente extractor [13][22].

3.1.4 Consideraciones económicas

El diseño de un proceso de extracción líquido-líquido con éxito depende de la selección de disolventes con bajo coste que hagan posible operar en las condiciones naturales de la disolución, además de minimizar las pérdidas de fase orgánica a la fase acuosa.

Las pérdidas de disolvente pueden ocurrir de varias formas: disolución en la fase acuosa, arrastre, volatilización, degradación y formación de residuos, entre otras.

Para la mayoría de los sistemas, las pérdidas de disolvente por disolución en la fase acuosa son pequeñas y hay poco que se pueda hacer para evitarlas. Las pérdidas por arrastre pueden variar de forma considerable, habitualmente causadas por mal diseño de los equipos, inestabilidad del sistema, etc. La volatilización dependerá de la temperatura del sistema y de la validez de su aislamiento. En cuanto a la degradación, ésta será función de la estabilidad del disolvente, la composición de la fase acuosa y la temperatura. La formación de residuos viene dada principalmente por la presencia de sólidos en suspensión y la composición de la fase acuosa.

Las consideraciones económicas se dividen en dos áreas: la inversión de capital y los costes de operación.

La inversión de capital está relacionada con el tamaño de los equipos necesarios para conseguir una determinada capacidad de proceso, además de los caudales utilizados, el inventario de disolvente y la construcción de la planta. Para cada proceso existen diferentes posibilidades de diseño de la planta, incorporando diferentes tipos de equipos e instrumentación que resultan en variaciones en los costes de capital.

En resumen, los factores que influyen en la inversión de capital son los siguientes [25]:

1. Número de etapas y número de mezcladores o columnas requeridas
2. La cinética y, por tanto, el tamaño del aparato de mezcla
3. Fenómenos de coalescencia

4. Fenómenos de arrastre y, por tanto, los costes de los equipos de recuperación del disolvente
5. Caudales utilizados
6. Requisitos de construcción
7. Equipos auxiliares
8. Equipos necesarios para cumplir especificaciones medioambientales
9. La ingeniería de diseño

En cuanto a los costes de operación, éstos dependerán de las pérdidas de disolvente, mediante alguno de los fenómenos mencionados anteriormente, los costes de mantenimiento y el consumo energético. Además, si el refinado necesita ser tratado para recuperar mayor cantidad de soluto o para cumplir con las regulaciones medioambientales, esto supondrá costes adicionales.

3.2 Aspen Plus®

Aspen Plus® es un simulador de procesos muy potente; una herramienta utilizada para el modelado de procesos químicos, farmacéuticos y de refinado de petróleo.

La simulación de procesos permite predecir el comportamiento de un proceso utilizando relaciones básicas de ingeniería, como balances de masa y energía, y equilibrio químico y de fases.

Mediante datos termodinámicos fiables, condiciones de operación realistas y modelos rigurosos de equipos, es posible simular el comportamiento de una planta industrial. Con la simulación se pueden mejorar los diseños de futuras plantas o aumentar el rendimiento de plantas ya existentes.

Para convertir un proceso en una simulación de Aspen Plus® es necesario seguir estos pasos:

- I. Especificar los componentes químicos que participan en el proceso (se pueden obtener desde las bases de datos de Aspen o definirlos manualmente).
- II. Especificar los modelos termodinámicos que representan las propiedades físicas de los componentes y sus mezclas en el proceso. Estos modelos están integrados en el simulador.
- III. Definir el diagrama de flujo (operaciones unitarias, corrientes de proceso...)
- IV. Especificar los caudales y las condiciones termodinámicas de los componentes en las corrientes de entrada.
- V. Especificar las condiciones de operación de los equipos.

Aspen Plus® permite cambiar la configuración del diagrama de flujo, las condiciones de operación o la composición de la alimentación, de manera que sea posible analizar alternativas de proceso. Además, con Aspen Plus® se pueden realizar gran variedad de tareas, como estimar propiedades físicas, generar resultados gráficos y tabulares u optimizar el proceso.

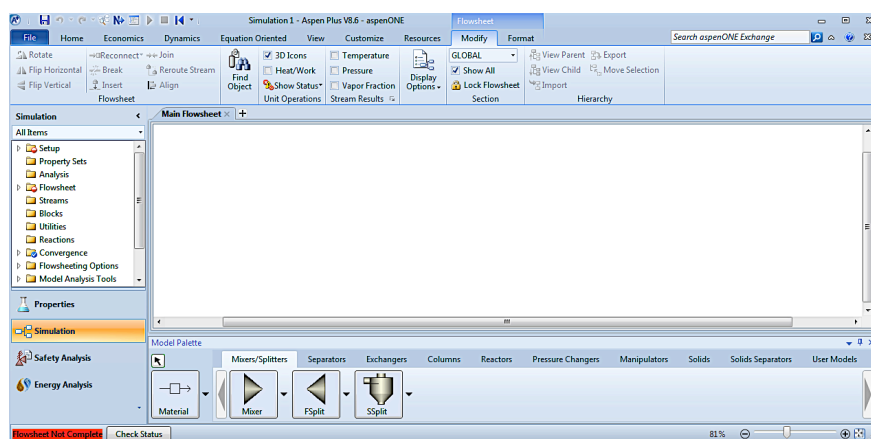


Figura 3.4: Interfaz de usuario Aspen Plus

- *Bloques basados en balance de materia*

Estos bloques tienen gran importancia, ya que cuando se combinan para crear un modelo simple de proceso, los resultados se utilizan como estimación inicial para un modelo más riguroso.

El bloque *Mixer* combina un número arbitrario de corrientes de entrada y produce una única corriente de salida mediante un simple balance de materia. Por el contrario el bloque *FSplit* está diseñado para dividir una corriente o una mezcla de corrientes, de las que se conoce su caudal, composición, temperatura y presión, en un número arbitrario de corrientes de salida en condiciones idénticas.

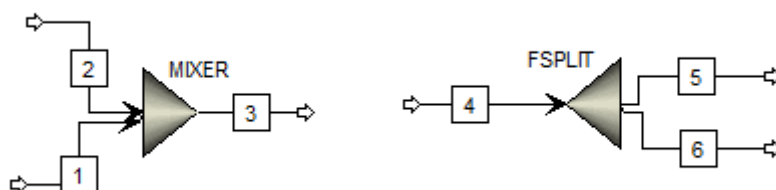


Figura 3.5: Esquema Bloques Mixer y FSplit

- *Bloques de separación simples*

Cuando se utiliza el bloque *Sep* las corrientes alimentadas se mezclan, computándose su caudal, composición y entalpía molar. Se permite asignar los caudales o la proporción en la que se desea separar cada uno de las $n-1$ corrientes de salida. La composición de la corriente n se calcula mediante balance global de materia.

El bloque *Sep2* está diseñado para modelar un separador simple, por ejemplo en una operación de destilación o extracción. La diferencia entre este bloque y el *Sep* es que éste proporciona mayor flexibilidad en sus especificaciones. Las especificaciones adicionales son el ratio entre el caudal de una corriente de salida y la suma de caudales de las corrientes de entrada y la fracción másica o molar de un componente en las corrientes de salida. Además, hay independencia entre algunas de las especificaciones.

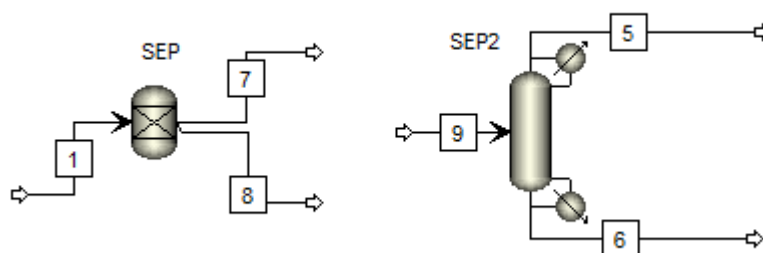


Figura 3.6: Esquema Bloques Sep y Sep2

También existen bloques cuyo objetivo es manipular las corrientes. Es el caso del duplicador de corrientes, el cual permite trabajar con corrientes idénticas cambiando los parámetros termodinámicos, o el multiplicador de corrientes

- *Decantador y bloques flash*

Hay dos bloques *flash* rigurosos que resuelven los balances de materia y energía adecuados, además de ecuaciones de equilibrio.

El bloque *Flash2* está diseñado para producir una única fase vapor y una única fase líquida que están en equilibrio cuando se especifican las condiciones de la mezcla multicomponente de tal manera que se encuentra en la región bifásica. De forma similar, el bloque *Flash3* está diseñado para producir una fase vapor y dos fases líquidas en equilibrio, además, es posible resolver un problema de equilibrio líquido-líquido cuando no existe fase vapor. El bloque *Decanter* está diseñado para producir únicamente dos fases líquidas en ausencia de vapor.

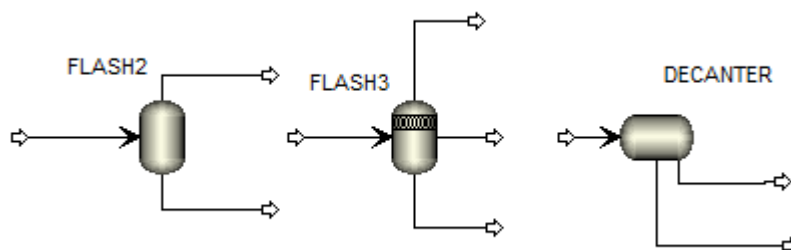


Figura 3.7: Esquema Bloques Flash2, Flash3 y Decanter

- *Bloques de cambio de presión*

Los bloques *Pump*, *Compressor* y *Multistage Compressor* modifican la presión como resultado de la conversión de algún tipo de trabajo en movimiento sobre una corriente.

El bloque *Pump* representa una bomba y se usa para calcular la potencia requerida para impulsar un fluido hasta una presión determinada. También puede utilizarse para modelar una turbina.

El bloque *Compressor* representa una operación de compresión en una única etapa, mientras que *Multistage Compressor* representa una operación de compresión multietapa.

Los otros tres modelos *Valve*, *Pipe* y *Pipeline*, son objetos estacionarios que incorporan resistencia al movimiento del fluido que debe ser vencida mediante el uso de una bomba o compresor.

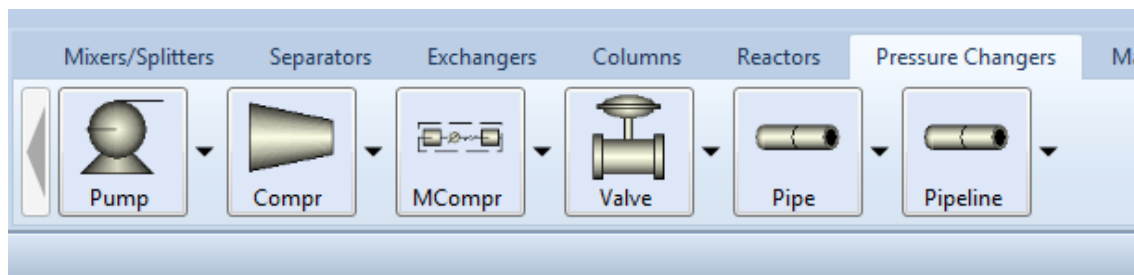


Figura 3.8: Bloques de cambio de presión

- *Cambiadores de calor*

La implementación de modelos de transferencia de calor es diferente de la mayoría de modelos de Aspen Plus[®], ya que algunos permiten un diseño detallado utilizando programas industriales de alta calidad ya integrados en el simulador (Hetrans and Tasc shell- and-tube heat exchanger y Aerotran air-cooled exchanger).

El bloque *Heater* permite especificar las condiciones de la corriente de salida de diferentes formas, lo que resulta en el cálculo de la energía requerida para calentar o enfriar una corriente. También es posible especificar la energía aportada o retirada de un intercambiador, información que el modelo utiliza para establecer el estado de la corriente de salida.

El bloque *Heatx*, que representa un cambiador de carcasa y tubos, debe ser diseñado para que pueda formar parte del cálculo secuencial. Es posible utilizarlo en modo simulación, diseño o *rating*, pudiendo ser el diseño simplificado o riguroso. También permite el cálculo de parámetros característicos a través de geometría.

El bloque *Mheatx* tiene la capacidad de manipular múltiples corrientes calientes y frías. Está organizado internamente en una colección de módulos *Heater* conectados por corrientes de calor.

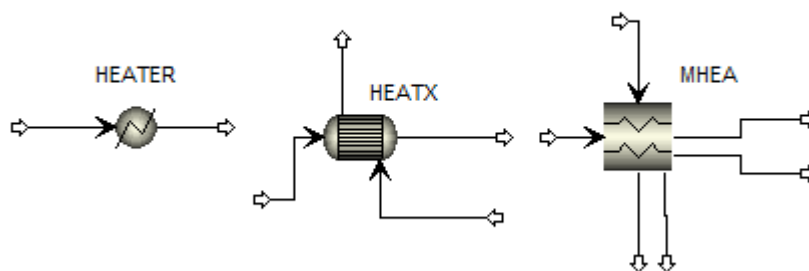


Figura 3.9: Esquema Bloques Heater, HeatX y MheatX

- *Reactores*

Los bloques que representan distintos modelos de reactores químicos son los que se pueden observar en el siguiente cuadro resumen.

BLOQUE	DESCRIPCIÓN
RStoic	Reactor basado en estequiometría, en el que se especifica conversión de la reacción.
RYield	Reactor basado en especificaciones de rendimiento.
REquil	Reactor de equilibrio riguroso basado en la estequiometría de la reacción.
RGibbs	Reactor que incluye equilibrios de fase utilizando la minimización de la energía libre de Gibbs.
RCSTR	Reactor de tanque agitado basado en la cinética especificada de las reacciones.
RPlug	Reactor de flujo basado en la cinética especificada de las reacciones.
RBatch	Reactor intermitente o semi-intermitente basado en la cinética especificada de las reacciones.

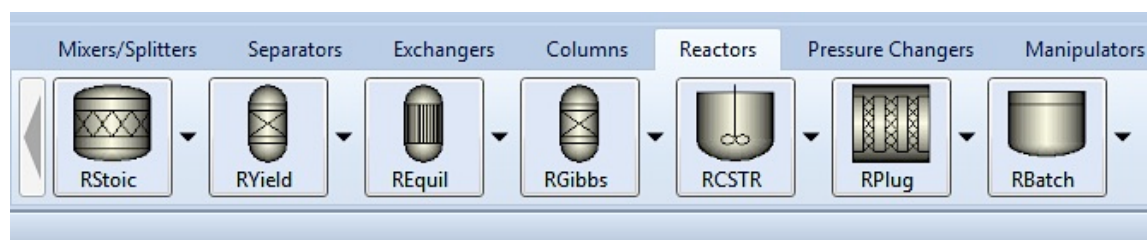


Figura 3.10: Reactores

- *Separadores de equilibrio multietapa*

La destilación y la extracción líquido-líquido son los métodos de separación más utilizados en la industria química, y sus modelados son una de las bases de Aspen Plus[®]. La simulación de estas operaciones significa la existencia de la configuración completa de una columna, lo que limita su diseño al rendimiento de los productos o la especificación de su composición. Se puede diferenciar entre bloques utilizados para el diseño preliminar y bloques utilizados para diseño riguroso.

En el caso de la destilación, existen el bloque *DSTW*, que emplea el método Winn-Underwood-Gilliland y su función es de diseño, y el bloque *Distl*, que usa el método Edmister y su función es la simulación. Ambos bloques son un modelo aproximado.

Para simular la destilación de forma rigurosa se utiliza el bloque *RadFrac*, basado en el modelo de Boston y Sullivan (1974), el cual emplea la reorganización de las ecuaciones básicas y de la secuencia de cálculo [24].

La extracción líquido-líquido se representa en Aspen Plus[®] mediante el módulo *Extract*, el cual lleva a cabo la simulación rigurosa de una columna de extracción.

Dado que no hay cambios de fase, no es común que haya grandes variaciones de energía en una columna de extracción y, por tanto, operan virtualmente de forma isotérmica. No hay condensadores o hervidores, por lo que el número de grados de libertad es igual al número de ecuaciones disponibles y no se requieren especificaciones de operación [28].

Metodología

El uso del bloque *Extract* necesita la especificación de caudales de alimentación y su localización, así como el número de etapas de equilibrio.

Por último el bloque *BatchSep* se utiliza para modelar la destilación discontinua.

Otras columnas que representan procesos más complejos son *MultiFrac*, *SCFrac*, *PetroFrac* y *RateFrac*.

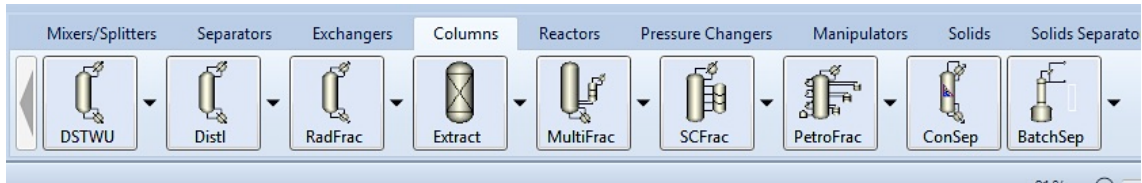


Figura 3.11: Columnas

Aspen Plus[®] también permite el análisis de propiedades, mostrando propiedades de componentes puros (factor de compresibilidad crítico, capacidad calorífica...) y estimando propiedades de mezclas mediante funciones multicomponente como ecuaciones de estado. Igualmente, existe la posibilidad de estimar propiedades para componentes definidos por el usuario.

4. RESULTADOS

A continuación se presentan los datos obtenidos al simular distintas configuraciones del proceso de extracción de ácido acético utilizando metil-isobutil-cetona (MIBK) y acetato de etilo como disolventes.

4.1 Metil-isobutil-cetona (MIBK)

En primer lugar se lleva a cabo un estudio preliminar con el objetivo de delimitar las condiciones de operación. Seguidamente, se estudiará el proceso en condiciones que se acercan más a la realidad industrial y, por último, se comparan los resultados utilizando acetato de etilo como disolvente.

Tabla 4.1: Propiedades MIBK [26]

Punto de ebullición (°C)	Solubilidad ¹		K ²
116	MIBK en agua	Agua en MIBK	0,657
	1,9	1,6	

Para el equilibrio líquido-líquido, los datos experimentales se pueden correlacionar con modelos de coeficiente de actividad semiempíricos tales como NRTL y UNIQUAC.

Existen algunos estudios que realizan experimentos para definir el equilibrio líquido-líquido del sistema que agua-MIBK-ácido acético [29][30]. Los resultados muestran que el método NRTL proporciona una mejor y más consistente predicción del equilibrio, por lo que se ha escogido este método para realizar las simulaciones.

En la figura 4.1 se muestra el diagrama triangular de equilibrio agua-MIBK-ácido acético, en base másica y a temperatura ambiente, obtenido con Aspen Plus[®].

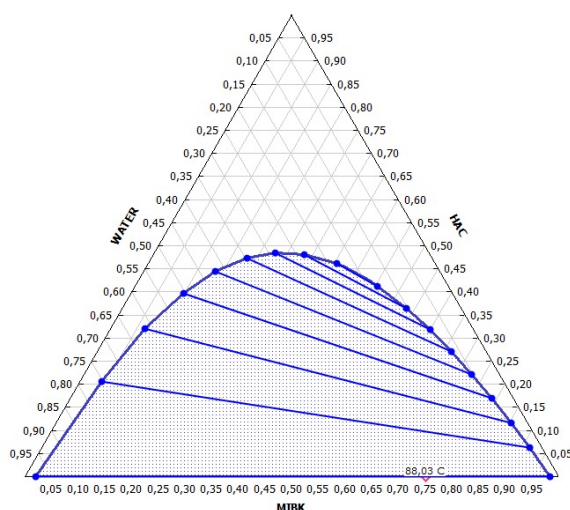


Figura 4.1: Diagrama de equilibrio del sistema agua-MIBK-ácido acético

¹ La solubilidad se da en gramos de soluto por 100 gramos de disolvente [31]

² Coeficiente de reparto para la línea de reparto correspondiente a la menor concentración de soluto que se ha registrado.

Resultados

4.1.1 Definición del comportamiento de la operación de extracción

En este apartado se pretende averiguar qué condiciones de operación favorecen el comportamiento de la extracción, en particular, qué proporción entre la corriente de alimentación y la corriente de disolvente que entra a la columna ayuda a la transferencia de soluto a la fase orgánica.

Se toman como base los datos conocidos de los ensayos de laboratorio y planta piloto realizados en la unidad docente de Tecnología Química (DIQUIMA), como parte de un estudio cuyo objetivo era la puesta a punto de un procedimiento de extracción y recuperación de disolventes [18]. Se trabaja con una columna de extracción de 3 etapas teóricas y disoluciones acuosas con concentraciones de ácido acético del 27 y el 10% en masa como corrientes de alimentación. Se realizan experimentos para un amplio rango de proporciones alimentación/disolvente, por lo que se llevarán a cabo las simulaciones correspondientes a cada proporción.

Se empieza por considerar únicamente la operación de extracción (sin recuperación del disolvente). El esquema es el que se observa en la figura 4.2, siendo F la alimentación, S el disolvente, E el extracto y R el refinado.

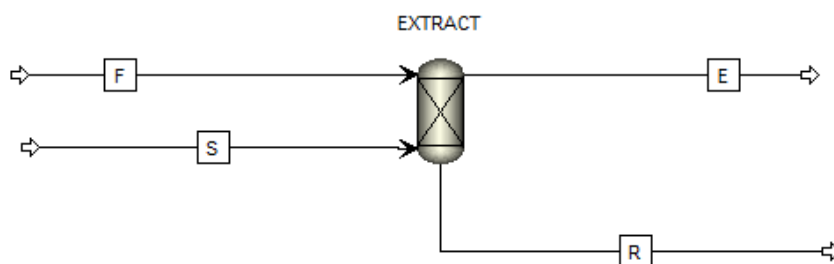


Figura 4.2: Módulo de Extracción en Aspen Plus

La extracción se lleva a cabo a temperatura ambiente y presión atmosférica.

Se estudia la calidad de la extracción calculando la proporción de soluto (ácido acético) que se ha recuperado:

$$\eta_{\text{soluto}} = \frac{\text{cantidad de ácido acético presente en el extracto}}{\text{cantidad de ácido acético presente en la alimentación}} \times 100$$

De manera similar se calculan las pérdidas de MIBK en el refinado:

$$\eta_{\text{disolvente}} = \frac{\text{cantidad de MIBK presente en el refinado}}{\text{cantidad de ácido acético presente en la alimentación}} \times 100$$

Igualmente, se calcula la proporción de agua eliminada:

$$\eta_{\text{agua}} = \frac{\text{cantidad de agua presente en el refinado}}{\text{cantidad de agua presente en la alimentación}} \times 100$$

Los resultados de la extracción para diferentes ratios alimentación/disolvente se presentan en la tablas 4.2 y 4.3 y figuras 4.3 y 4.4, siendo la concentración de ácido en la alimentación del 27% y 10% en masa respectivamente.

Tabla 4.2: Resultados de Extracción para una Alimentación con el 27% de Ácido Acético

<i>F/S (volumen)</i>	<i>$\eta_{disolvente}$ (%)</i>	<i>η_{soluto} (%)</i>	<i>η_{agua} (%)</i>
10:1	66,8	0,9	99,9
5:1	32,4	3,8	99,6
2:1	11,8	12,3	98,6
1:1	5,1	26,1	97,0
1:2	1,9	50,0	94,1
1:5	0,4	85,4	87,5
1:10	0,2	97,1	78,3

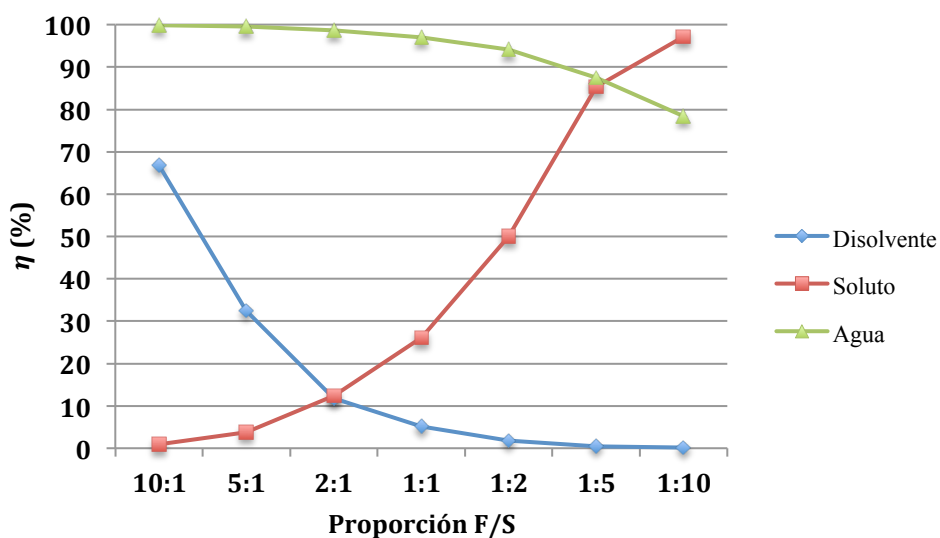


Figura 4.3: Evolución del rendimiento de extracción (alimentación 27% de ácido acético)

Tabla 4.3: Resultados de Extracción para una Alimentación con el 10% de Ácido Acético

<i>F/S (volumen)</i>	<i>$\eta_{disolvente}$ (%)</i>	<i>η_{soluto} (%)</i>	<i>η_{agua} (%)</i>
10:1	35,3	1,4	99,9
5:1	17,5	3,6	99,7
2:1	6,8	10,1	99,2
1:1	3,2	20,8	98,3
1:2	1,5	40,6	96,5
1:5	0,5	77,7	91,7
1:10	0,2	94,7	84,4

Resultados

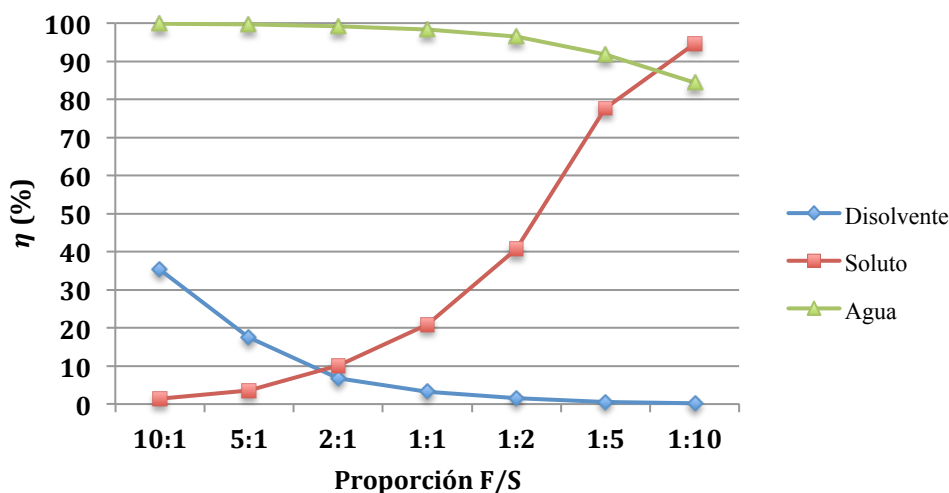


Figura 4.4: Evolución del rendimiento de extracción (alimentación 10% de ácido acético)

Como puede observarse, aumentar la proporción de disolvente favorece el rendimiento de la extracción a la vez que disminuye las pérdidas de disolvente en el refinado. Sin embargo, se empeora la eliminación del agua presente en la alimentación. Esto se debe a los efectos de las solubilidades del MIBK en agua y viceversa. El aumentar la cantidad de disolvente alimentado manteniendo constante la cantidad de agua presente hace que el agua vaya disminuyendo su capacidad de retener MIBK, mientras que éste sufre el efecto contrario.

- Recuperación del disolvente: reextracción con NaOH

A continuación, se procede a simular la operación de recuperación del disolvente mediante una segunda extracción líquido-líquido.

Como ya se ha mencionado anteriormente, está documentada la posibilidad de utilizar una disolución de NaOH en la segunda extracción para separar el ácido acético del disolvente. La reacción entre el ácido acético y el hidróxido de sodio para obtener acetato de sodio y agua, se considera instantánea e irreversible.

En concreto, se ha demostrado que se puede conseguir la purificación del MIBK para ser reutilizado en la extracción [18].

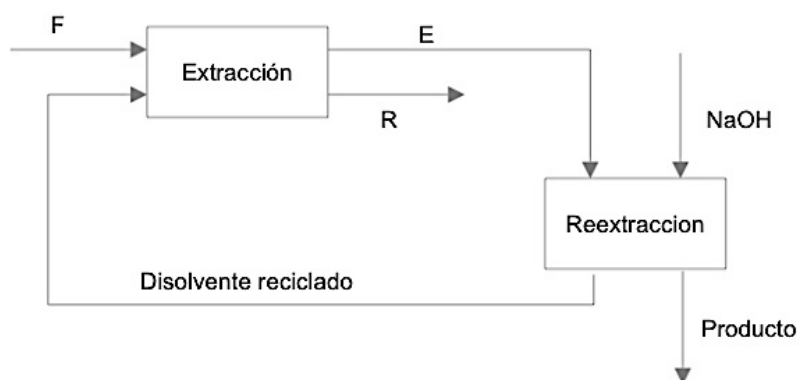


Figura 4.5: Diagrama de bloques del proceso de extracción con recuperación del disolvente mediante reextracción

En este caso no se utiliza el bloque Extract, ya que no permite incluir una reacción química. En su lugar, se utiliza el bloque *RStoic* para simular la reacción química entre el hidróxido sódico y el ácido acético y el bloque *Sep2* para simular la separación de las dos fases líquidas. El esquema del proceso representado en Aspen Plus® puede verse en la figura 4.6.

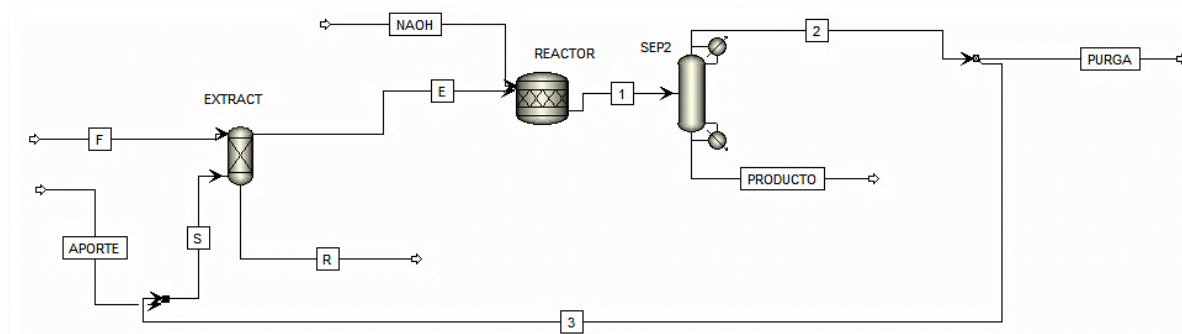


Figura 4.6: Esquema de extracción con reextracción-Aspen Plus®

Teniendo en cuenta los resultados anteriores se puede observar que, en las condiciones estudiadas en cuanto a temperatura, presión y etapas teóricas, sólo se obtiene una recuperación aceptable de ácido acético para grandes proporciones de disolvente. Por esta razón, se toman como base para el diseño de la reextracción, los datos de composición del extracto (tabla 4.4) cuando la alimentación contiene el 10% de ácido acético y la proporción alimentación/disolvente es de 1:10.

Tabla 4.4: Resultados de Extracción (alimentación con el 10% en masa de ácido acético 1:10)

	<i>F</i>	<i>S</i>	<i>E</i>	<i>R</i>
Caudal másico (toneladas/h)				
Agua	90,2	-	14,1	76,1
MIBK	-	796,3	794,7	1,6
Ácido acético	10,0	-	9,5	0,5
<i>Total</i>	100,2	796,3	818,2	78,3
Fracción másica				
Agua	0,900	-	0,017	0,973
MIBK	-	1	0,971	0,021
Ácido acético	0,100	-	0,012	0,007
Caudal molar (Kmol/h)				
Agua	5007,3	-	782,4	4224,9
MIBK	-	7949,9	7933,9	16,0
Ácido acético	166,9	-	158,0	8,9
<i>Total</i>	5174,2	7949,9	8874,3	4249,8
Fracción molar				
Agua	0,968	-	0,088	0,994
MIBK	-	1	0,894	0,004
Ácido acético	0,032	-	0,018	0,002

Resultados

A partir del caudal molar de ácido acético presente en el extracto se calcula la cantidad estequiométrica necesaria de NaOH para su neutralización (en disolución al 10% en masa). Se utiliza esta concentración de NaOH debido a que se considera suficiente para la neutralización del ácido [18].

Este cálculo da lugar a introducir una corriente de 3320 Kmol/h de disolución de sosa (63,3 ton/h). Los resultados del proceso de extracción con reextracción integrada se presentan en la tabla 4.5 (Véanse anexos para consultar la composición detallada de todas las corrientes).

Tabla 4.5: Resultados de Extracción+Reextracción (10% 1:10)

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>E</i>	<i>R</i>	<i>Producto</i>	<i>Purga</i>
Caudal másico (toneladas/h)						
Agua	90,2	-	13,8	76,4	73,6	-
MIBK	-	41,3	778,9	1,6	0,8	38,9
NaOH	-	-	-	-	-	-
Ácido acético	10,0	-	9,5	0,6	-	-
Acetato de sodio	-	-	-	-	12,9	-
Total	100,2	41,3	802,2	78,6	87,3	38,9
Fracción másica						
Agua	0,900	-	0,017	0,972	0,843	-
MIBK	-	1	0,971	0,021	0,009	1
NaOH	-	-	-	-	-	-
Ácido acético	0,100	-	0,012	0,007	-	-
Acetato de sodio	-	-	-	-	0,148	-
Caudal molar (Kmol/h)						
Agua	5007,3	-	765,6	4241,7	4084,8	-
MIBK	-	412,4	7776,7	16,2	7,8	388,4
NaOH	-	-	-	-	-	-
Ácido acético	166,9	-	157,4	9,5	-	-
Acetato de sodio	-	-	-	-	157,2	-
Total	5174,2	412,4	8699,8	4267,4	4250,7	388,4
Fracción molar						
Agua	0,968	-	0,088	0,994	0,961	-
MIBK	-	1	0,894	0,004	0,002	1
NaOH	-	-	-	-	-	-
Ácido acético	0,032	-	0,018	0,002	-	-
Acetato de sodio	-	-	-	-	0,037	-

De esta manera se recicla el 94,83% del MIBK que entra a la columna, por lo que la corriente APORTE está destinada a cubrir estas pérdidas, asegurando que se mantiene la proporción F/S deseada. Experimentos llevados a cabo en laboratorio indicaron que era posible una reextracción completa del ácido acético, incluso utilizando una proporción de NaOH menor que la estequiométrica [18]. En consecuencia, para el diseño de la unidad de reextracción se asume la total purificación del disolvente, es decir, que la corriente que se recircula a la

primera columna de extracción contiene únicamente MIBK. Esto hace que no se vea afectado el rendimiento de la extracción, manteniéndose los valores de pérdida de disolvente en el refinado, transferencia de soluto al extracto y cantidad de agua eliminada.

En un estudio más detallado, en el que se modele la unidad de extracción de forma rigurosa, deberá tenerse en cuenta la posibilidad de que el disolvente reciclado no sea puro, hecho que podrá afectar a su capacidad para retener el soluto.

4.1.2 Estudio del proceso de extracción con recuperación del disolvente

Una vez que se ha realizado el estudio preliminar y que se ha comprobado cómo se comporta la extracción con el sistema agua-MIBK-ácido acético en las condiciones de los ensayos en planta piloto, se procede a dirigir el estudio hacia condiciones encontradas a escala industrial.

Ahora se trabajará con una alimentación que contiene un 5% en masa de ácido acético con el objetivo de representar las condiciones en las que se encuentra el producto al salir del proceso de biosíntesis, como el caldo de fermentación utilizado en el experimento realizado por I. Jipa et al.[13].

Como se ha observado en el estudio anterior, en una columna con 3 etapas de equilibrio, la calidad de la extracción es aceptable para una proporción alimentación /disolvente de 1:10. El siguiente paso es averiguar si, para las nuevas condiciones de alimentación, es posible mantener ese rendimiento de extracción, o mejorarlo, disminuyendo el consumo de disolvente y aumentando el número de etapas de equilibrio. Se estudiará con qué número de etapas de equilibrio se recupera más del 90% del ácido acético presente en la alimentación, para diferentes proporciones alimentación/disolvente.

Los resultados obtenidos se pueden observar en la tabla 4.6.

Tabla 4.6: Resultados de Extracción sola con MIBK (alimentación 5% ácido acético)

1:10 (F/S)			
Número de etapas	η_{soluto} (%)	η_{agua} (%)	$\eta_{disolvente}$ (%)
3	93,834	85,713	0,213
4	97,005	85,693	0,211
5	98,521	85,686	0,210
6	99,264	85,670	0,210
1:5 (F/S)			
9	90,092	92,537	0,463
19	95,040	92,504	0,457
100	99,019	92,488	0,453

Estos datos muestran que, disminuyendo a la mitad el caudal de disolvente, se alcanza el objetivo de recuperación del ácido, a costa de triplicar el número de etapas de equilibrio.

Para la proporción 1:10 se observa que, con el doble de etapas, se logra una recuperación de ácido acético del 99%, sin embargo la eliminación de agua y las pérdidas de disolvente en el refinado no muestran variaciones significativas.

Resultados

En el caso de la proporción 1:5, sería necesario aumentar hasta 100 el número de etapas de equilibrio para llegar al 99% de ácido recuperado. Igualmente, la eliminación de agua y las pérdidas de disolvente en el refinado apenas presentan cambios.

Reduciendo aún más el caudal de disolvente (proporción 1:2), siendo el número de etapas de equilibrio el parámetro estudiado, tan solo se llega a recuperar alrededor del 40% del ácido. Este hecho se representa en la figura 4.7. En ella se puede observar cómo, a partir de la etapa 6, la variación en el rendimiento de la extracción es mínima. Con estos datos se asume que, para esta cantidad de disolvente, llega un momento en el que éste agota su capacidad de retener el soluto.

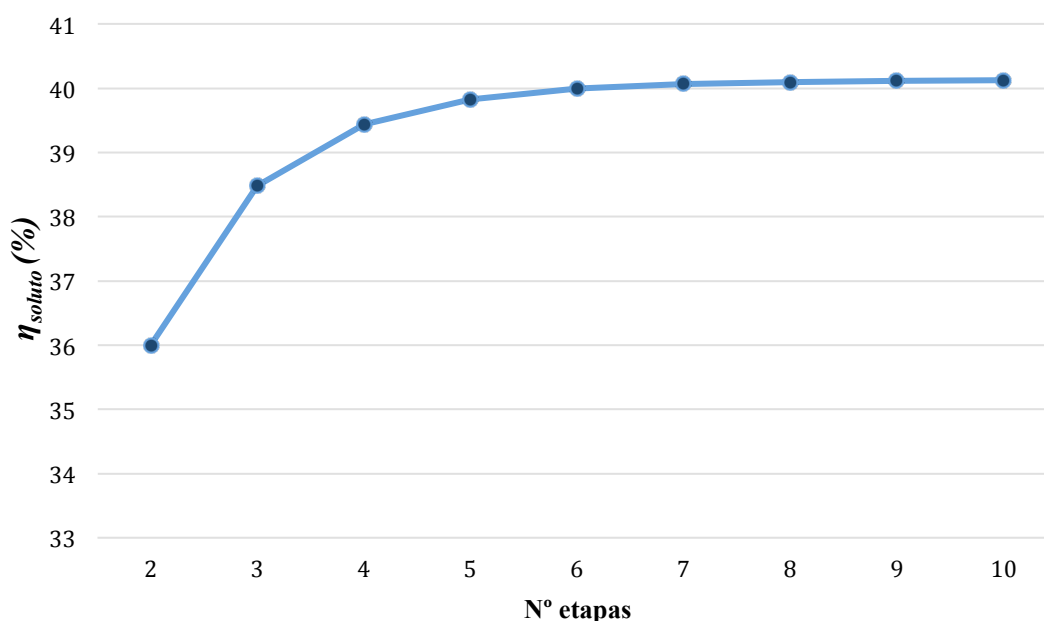


Figura 4.7: Recuperación de ácido acético en función del número de etapas de equilibrio (MIBK)

- Recuperación del disolvente: reextracción con NaOH

Al igual que en el apartado anterior, se procede a representar el proceso de extracción con recuperación del disolvente, mediante una segunda extracción líquido-líquido, en las nuevas condiciones de alimentación.

En primer lugar se parte de los resultados obtenidos en la extracción al utilizar una proporción alimentación/disolvente de 1:10 y una columna con tres etapas de equilibrio.

Tabla 4.7: Resultados de Extracción (alimentación con el 5% en masa de ácido acético 1:10)

	<i>F</i>	<i>S</i>	<i>E</i>	<i>R</i>
Caudal másico (toneladas/h)				
Agua	95,0	-	13,6	81,4
MIBK	-	796,3	794,6	1,7
Ácido acético	5,0	-	4,7	0,3
<i>Total</i>	100,0	796,3	812,8	83,4
Fracción másica				

Modelado del Proceso de Extracción de Ácido Acético con
Recuperación de Disolvente Orgánico

	<i>F</i>	<i>S</i>	<i>E</i>	<i>R</i>
Agua	0,950	-	0,017	0,976
MIBK	-	1	0,978	0,020
Ácido acético	0,050	-	0,006	0,004
Caudal molar (Kmol/h)				
Agua	5274,3	-	753,6	4520,7
MIBK	-	7949,9	7933,0	16,9
Ácido acético	83,3	-	78,1	5,1
<i>Total</i>	5357,6	7949,9	8764,7	4542,8
Fracción molar				
Agua	0,984	-	0,086	0,995
MIBK	-	1	0,905	0,004
Ácido acético	0,016	-	0,009	0,001

De nuevo se calcula la cantidad de NaOH estequiométricamente necesaria para neutralizar el ácido acético presente en el extracto. Se alimentarán 1640 Kmol/h de disolución de NaOH al 10% en masa.

El esquema del proceso representado en Aspen Plus® es el mismo que se indicaba en la figura 4.6 y los nuevos resultados se pueden consultar en la tabla 4.8.

Tabla 4.8: Resultados de Extracción+Reextracción (5% 1:10)

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>E</i>	<i>R</i>	<i>Producto</i>	<i>Purga</i>
Caudal másico (toneladas/h)						
Agua	95,0	-	13,3	81,73	42,8	-
MIBK	-	41,4	778,9	1,71	0,8	38,9
NaOH	5,0		4,7	0,33	-	-
Ácido acético	-	-	-	-	-	-
Acetato de sodio	-		-	-	6,4	-
<i>Total</i>	100,0	41,4	796,8	83,8	50,0	38,9
Fracción másica						
Agua	0,95	-	0,017	0,976	0,857	-
MIBK	-	1	0,977	0,02	0,016	1
NaOH			0,006	0,004	-	-
Ácido acético	0,05	-	-	-	-	-
Acetato de sodio			-	-	0,127	-
Caudal molar (Kmol/h)						
Agua	5274,3	-	737,7	4536,6	2377,3	-
MIBK	-	413,2	7776,1	17,0	7,8	388,4
NaOH	83,3		77,8	5,5	-	-
Ácido acético	-	-	-	-	-	-
Acetato de sodio	-		-	-	77,7	-
<i>Total</i>	5357,6	413,2	8591,6	4559,1	2463,2	388,4

Resultados

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>E</i>	<i>R</i>	<i>Producto</i>	<i>Purga</i>
Fracción molar						
Agua	0,984	-	0,086	0,995	0,965	-
MIBK	-	1	0,905	0,004	0,003	1
NaOH	0,016		0,009	0,001	-	-
Ácido acético	-	-	-	-	-	-
Acetato de sodio	-		-	-	0,032	-

Los mismos cálculos se llevan a cabo a partir de los resultados de la extracción con una proporción alimentación/disolvente de 1:5 y una columna de 9 etapas de equilibrio, de manera que se obtenga una recuperación de ácido acético similar al caso anterior con un número de etapas razonable.

Tabla 4.9: Resultados de Extracción (alimentación con el 5% en masa de ácido acético 1:5)

	<i>F</i>	<i>S</i>	<i>E</i>	<i>R</i>
Caudal másico (toneladas/h)				
Agua	95,0	-	7,1	87,9
MIBK	-	398,1	396,3	1,8
Ácido acético	5,0	-	4,5	0,5
<i>Total</i>	100,0	398,1	407,9	90,3
Fracción másica				
Agua	0,950	-	0,017	0,974
MIBK	-	1	0,972	0,020
Ácido acético	0,050	-	0,011	0,005
Caudal molar (Kmol/h)				
Agua	5274,3	-	393,6	4880,7
MIBK	-	3974,9	3956,5	18,4
Ácido acético	83,3	-	75,0	8,3
<i>Total</i>	5357,6	3974,9	4425,2	4907,3
Fracción molar				
Agua	0,984	-	0,089	0,995
MIBK	-	1	0,894	0,004
Ácido acético	0,016	-	0,017	0,002

En este caso los cálculos resultan en la necesidad de introducir 1600 Kmol/h de disolución de NaOH. De nuevo los resultados se pueden consultar en la tabla 4.10.

Tabla 4.10: Resultados de Extracción+Reextracción (5% 1:5)

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>Producto</i>	<i>R</i>	<i>Purga</i>
Caudal másico (toneladas/h)					
Agua	95,0	-	7,0	88,1	35,8
MIBK	-	21,6	388,4	1,9	0,4

Modelado del Proceso de Extracción de Ácido Acético con
Recuperación de Disolvente Orgánico

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>Producto</i>	<i>R</i>	<i>Purga</i>
NaOH	5,0		4,5	0,5	-
Ácido acético	-	-	0,0	-	0,1
Acetato de sodio	-		0,0	-	6,1
Total	100,0	21,6	399,8	90,4	42,3
<i>Fracción másica</i>					
Agua	0,95	-	0,017	0,974	0,845
MIBK	-	1	0,971	0,02	0,009
NaOH	-		0,011	0,006	-
Ácido acético	0,05	-	-	-	0,001
Acetato de sodio			-	-	0,145
<i>Caudal molar (Kmol/h)</i>					
Agua	5274,3	-	386,7	4887,6	1985,2
MIBK	-	216,1	3877,6	18,5	3,9
NaOH	83,3		74,8	8,5	-
Ácido acético	-	-	-	-	1,5
Acetato de sodio	-		-	-	74,7
Total	5357,6	216,1	4339,2	4914,6	2065,3
<i>Fracción molar</i>					
Agua	0,984	-	0,089	0,995	0,961
MIBK	-	1	0,894	0,004	0,002
NaOH	0,016		0,017	0,002	-
Ácido acético	-	-	-	-	0,001
Acetato de sodio	-		-	-	0,036

En la tabla 4.11 se compara el comportamiento del proceso para los dos casos estudiados.

Tabla 4.11: Comparación de los resultados de extracción + reextracción (MIBK)

F/S	1:10	1:5
Número de etapas	3	9
$\eta_{\text{disolvente}}$ (%)	0,2	0,5
η_{solute} (%)	93,4	89,8
η_{agua} (%)	86,0	92,7
Disolvente recuperado (%)	94,7	94,5
Consumo disolvente (ton/h)	41,4	21,6
Consumo NaOH (Kmol/h)	1640	1600

Como puede observarse, los aspectos clave que se deben analizar son el consumo de disolvente y el número de etapas necesarias en la columna de extracción.

Con respecto al aporte de disolvente, se ve como en el segundo caso pueden conseguirse resultados similares en cuanto a la cantidad de ácido acético extraído, cantidad de agua eliminada o pérdidas de disolvente, siendo necesario el consumo de la mitad de MIBK. Sin

Resultados

embargo, esto es posible dada la necesidad de aumentar de 3 a 9 el número de etapas de extracción.

Si se quisiera escoger una de las dos alternativas, sería necesario realizar una evaluación del coste que supone el consumo del doble de cantidad de disolvente, frente a adquirir y mantener una columna de extracción con el triple de etapas.

- Recuperación del disolvente: destilación

Como alternativa a la reextracción con NaOH, se considera el uso de la destilación como método para separar el disolvente del soluto en el extracto.

Teniendo en cuenta los datos de punto de ebullición para las especies implicadas observados en la tabla 4.12, se prevé que la destilación será complicada para separar el MIBK y el ácido acético, dada la baja diferencia de volatilidad.

Tabla 4.12: Puntos de ebullición del sistema ácido acético-MIBK-agua

Especie	Punto de ebullición (°C)
Agua	100
Metil-isobutil-cetona (MIBK)	116
Ácido acético	118,1

Esta predicción se comprobará a través de un estudio realizado con Aspen Plus[®].

En primer lugar se utiliza el modelo aproximado *DSTWU*, cuyo objetivo es el diseño de operaciones de destilación. Se especifica el 99% de recuperación tanto del componente clave ligero (MIBK), como del componente clave pesado (ácido acético).

Una vez conocidos los parámetros necesarios, se utilizan estos datos para comprobar cómo se comportaría realmente la destilación. Para ello se utiliza el modelo riguroso del bloque *RadFrac*. Los resultados del diseño de la destilación de la composición de las corrientes implicadas se muestran en las tablas 4.13 y 4.14 respectivamente.

Tabla 4.13: Resultados del diseño de la destilación (MIBK disolvente)

Relación de reflujo mínimo	0,998
Relación de reflujo	1,297
Mínimo número de etapas	149
Número de etapas	280
Etapas de posición de la alimentación	124
Número de etapas por encima de la alimentación	123
Potencia requerida por el hervidor (Gcal/h)	201,6
Potencia requerida por el hervidor (Gcal/h)	166,9
Temperatura del destilado (°C)	97,6
Temperatura de fondo (°C)	122,1
Fracción destilado/alimentación	0,982

Tabla 4.14: Resultados de las corrientes de destilación (MIBK disolvente)

	<i>E</i>	<i>D</i>	<i>B</i>
Caudal másico (toneladas/h)			
Agua	13,6	13,6	trazas
MIBK	794,6	786,6	8,0
Ácido acético	4,7	trazas	4,7
<i>Total</i>	812,8	800,2	12,7
Fracción másica			
Agua	0,017	0,017	trazas
MIBK	0,978	0,983	0,63
Ácido acético	0,006	trazas	0,37
Caudal molar (Kmol/h)			
Agua	753,8	753,8	trazas
MIBK	7933,0	7853,4	79,6
Ácido acético	78,1	trace	78,1
<i>Total</i>	8764,9	8607,2	157,8
Fracción molar			
Agua	0,086	0,088	trazas
MIBK	0,905	0,912	0,505
Ácido acético	0,009	trazas	0,495

Estos datos muestran que son necesarias un número altísimo de etapas (280) para conseguir los objetivos de recuperación de MIBK y ácido acético, lo que hace muy poco probable la posibilidad de construir una columna con la altura correspondiente. Además la dificultad de separación entre los componentes hace que el consumo de energía sea muy alto, lo que implica altos costes de operación.

Cabe mencionar que con esta opción el disolvente que se recupera no es puro, ya que por el destilado se separa toda el agua presente en el extracto. Esto podría afectar a la capacidad del disolvente y, por tanto, a la calidad de la extracción.

4.2 Acetato de etilo

El acetato de etilo es uno de los disolventes típicos utilizados actualmente en la industria para la recuperación de ácido acético [6].

Tabla 4.15: Propiedades del acetato de etilo [18]

Punto de ebullición (°C)	Solubilidad ³		K ⁴
77,1	Acet Et en agua	Agua en acet et	0,907
	8,5	3,3	

³ La solubilidad se da en gramos de soluto por 100 gramos de disolvente.

⁴ Coeficiente de reparto para la línea de reparto correspondiente a la menor concentración de soluto que se ha registrado.

Resultados

Se pueden encontrar en la bibliografía diferentes estudios (algunos ya mencionados), tanto experimentales como de simulación, sobre la extracción líquido-líquido de ácido acético utilizando acetato de etilo como disolvente [13][22][23]. Lo que se pretende ahora es comparar el comportamiento de la extracción con el estudio antes realizado utilizando metil-isobutil-cetona.

En cuanto al método de propiedades, se encuentra en la literatura que tanto UNIQUAC como NRTL representan el equilibrio de forma satisfactoria [32][33], por lo que se escoge NRTL para realizar las simulaciones.

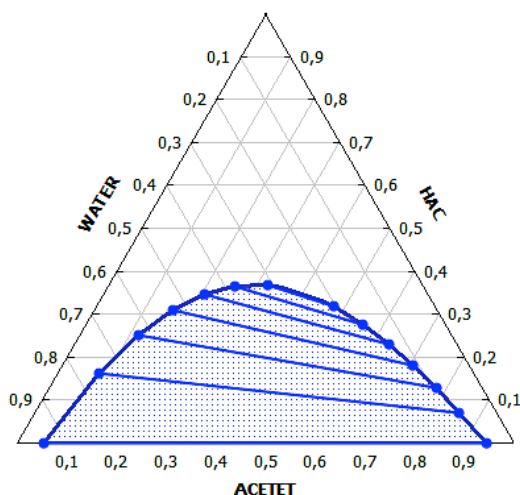


Figura 4.8: Diagrama de equilibrio ácido acético-agua-acetato de etilo

Al igual que en el caso del MIBK, se realizan varias simulaciones con el objetivo de averiguar el número de etapas necesario para recuperar al menos el 90% del ácido acético presente en la alimentación, para relaciones alimentación/disolvente de 1:10 y 1:5 (tabla 4.16).

Tabla 4.16: Resultados de extracción sola con acetato de etilo (alimentación 5% ácido acético)

1:10 (F/S)			
Número de etapas	$\eta_{\text{solute}} (\%)$	$\eta_{\text{agua}} (\%)$	$\eta_{\text{disolvente}} (\%)$
3	97,058	71,914	0,692
4	98,875	71,894	0,690
5	99,567	71,886	0,688
6	99,833	71,883	0,688
1:5 (F/S)			
5	92,371	85,446	1,656
7	95,874	85,404	1,646
13	99,208	85,381	1,636

Para la proporción 1:2 ocurre algo parecido a lo que se observaba al utilizar MIBK. Se consigue únicamente alrededor del 52% de recuperación de ácido, cuando lo que se varía es el número de etapas. A partir de la etapa 10, apenas cambia el rendimiento de la extracción (figura 4.9).

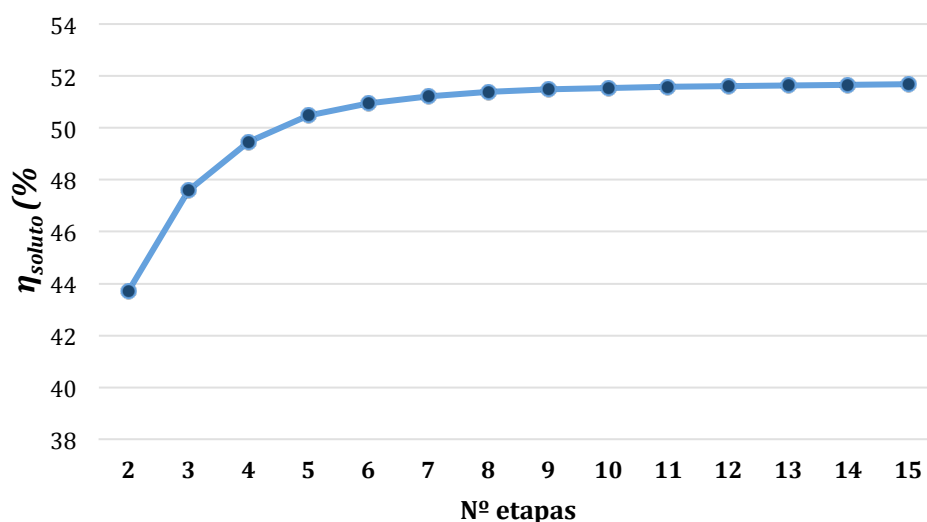


Figura 4.9: Recuperación de ácido acético en función del número de etapas de equilibrio (Acetato de etilo)

En comparación al uso de MIBK como disolvente en la extracción, se observa que es necesario un menor número de etapas para alcanzar los objetivos de recuperación de ácido acético.

Utilizando una proporción alimentación/disolvente de 1:10 y para 3 etapas de equilibrio, la recuperación de ácido acético aumenta, pasando del 94 al 97%. Sin embargo, al mismo tiempo se produce un pequeño aumento en las pérdidas de disolvente en el refinado (de 0,2 a 0,7% aproximadamente) y una disminución en la cantidad de agua eliminada (del 86 al 72%). Para la proporción 1:5, son necesarias 5 etapas para alcanzar el objetivo de más del 90% de recuperación de ácido acético, en lugar de las 9 que se necesitaban utilizando MIBK como disolvente. Con 13 etapas se consigue una recuperación de más del 99% de acético, mientras que con el MIBK eran necesarias 100. Sin embargo, se sigue observando cómo disminuye la cantidad de agua eliminada y aumenta el disolvente que se pierde en el refinado.

La causa de que con acetato de etilo se produzcan más pérdidas de disolvente en la corriente de refinado y sea menor la cantidad de agua eliminada, es la superior solubilidad tanto del acetato de etilo en agua como del agua en el acetato de etilo.

- *Recuperación del disolvente: reextracción*

Se considera, tal y como se ha hecho en el caso del MIBK, la reextracción con NaOH como método de recuperación del disolvente.

En principio éste no parece el método adecuado, dado que el acetato de etilo se descompone por hidrólisis alcalina. Este fenómeno fue comprobado por T. Dobre et al. [13][22]. Se realizaron experimentos a escala de planta piloto del proceso considerado, utilizando acetato de etilo, etil éter y una mezcla de hexano y etil éter como disolventes. También se realizó el modelado matemático del proceso. Los resultados muestran que el acetato de etilo, a pesar de ser más eficaz en la extracción, tiene la desventaja de reaccionar con la sosa en la segunda columna, suponiendo un aumento en el consumo de disolvente.

Todo esto hace que se descarte este método como forma de reciclar el acetato de etilo y se ponga el enfoque en la destilación.

Resultados

- Recuperación del disolvente: destilación

Se considera la destilación como método para recuperar el acetato de etilo, dada la relativamente alta volatilidad que éste presenta con respecto al ácido acético.

Tabla 4.17: Puntos de ebullición del sistema agua-acetato de etilo-ácido acético

Especie	Punto de ebullición (°C)
Acetato de etilo	77,1
Agua	100
Ácido acético	118,1

Para el modelado de la destilación, se parte de la corriente de extracto obtenida en la extracción con una relación F/S de 1:10 en una columna con 3 etapas.

En primer lugar, igual que se hizo en el estudio del MIBK, se utiliza el modelo aproximado del bloque *DSTWU* para diseñar la operación de destilación, especificando una recuperación del 99% tanto para el acetato de etilo (clave ligero), como para el ácido acético (clave pesado). Los parámetros obtenidos se introducen como especificaciones del bloque *RadFrac* para comprobar el comportamiento de la destilación.

Tabla 4.18: Resultados del diseño de la destilación (Acetato de etilo disolvente) – 1:10

Relación de reflujo mínimo	0,248
Relación de reflujo	0,323
Mínimo número de etapas	6
Número de etapas	17
Etapas de posición de la alimentación	9
Número de etapas por encima de la alimentación	8
Potencia requerida por el hervidor (Gcal/h)	145,9
Potencia requerida por el hervidor (Gcal/h)	118,3
Temperatura del destilado (°C)	72,7
Temperatura de fondo (°C)	89,1
Fracción destilado/alimentación	0,984

Tabla 4.19: Resultados de las corrientes de destilación (Acetato de etilo disolvente)

	<i>E</i>	<i>D</i>	<i>B</i>
Caudal másico (toneladas/h)			
Agua	26,7	26,7	0,0003
Acetato de etilo	887,5	878,1	9,4
Ácido acético	4,9	0,05	4,8
<i>Total</i>	919,1	904,9	14,2
Fracción másica			
Agua	0,029	0,030	19 PPM
Acetato de etilo	0,966	0,970	0,661

Modelado del Proceso de Extracción de Ácido Acético con
Recuperación de Disolvente Orgánico

	<i>E</i>	<i>D</i>	<i>B</i>
Ácido acético	0,005	60 PPM	0,339
Caudal molar (Kmol/h)			
Agua	1484,7	1484,7	0,02
Acetato de etilo	10072,5	9966,3	106,3
Ácido acético	80,8	0,9	79,9
<i>Total</i>	11638,0	11451,8	186,2
Fracción molar			
Agua	0,128	0,130	78 PPM
Acetato de etilo	0,865	0,870	0,571
Ácido acético	0,007	79 PPM	0,429

Haciendo uso de la herramienta *Design Specifications* (incluida en el bloque *RadFrac*) se intentará optimizar la destilación modificando la relación de reflujo y la relación destilado/alimentación, de manera que aumente la recuperación de acetato de etilo en el destilado y de ácido acético por fondo. Especificando recuperación del 99,9% para ambos componentes, se varían los parámetros antes mencionados hasta alcanzar el valor objetivo. Los resultados son los que se observan en las tablas 4.20 y 4.21.

Tabla 4.20: Resultados de optimización de la destilación

Parámetro	Valor inicial	Valor nuevo
Relación de reflujo	0,323	0,623
Relación destilado/alimentación	0,984	0,992
Recuperación acetato de etilo (%)	99	99,9
Recuperación ácido acético (%)	99	99,9

Tabla 4.21: Resultados de las corrientes de destilación optimizada

	<i>E</i>	<i>D</i>	<i>B</i>
Caudal másico (toneladas/h)			
Agua	26,7	26,7	0,0002
Acetato de etilo	887,4	886,6	0,9
Ácido acético	4,9	0,005	4,8
<i>Total</i>	919,0	913,2	5,7
Fracción másica			
Agua	0,029	0,029	38 PPM
Acetato de etilo	0,966	0,971	0,155
Ácido acético	0,005	6 PPM	0,845
Caudal molar (Kmol/h)			
Agua	1481,3	1481,3	0,01
Acetato de etilo	10072,4	10062,4	10,1
Ácido acético	80,8	0,09	80,7
<i>Total</i>	11634,6	11543,8	90,8
Fracción molar			

Resultados

	<i>E</i>	<i>D</i>	<i>B</i>
Agua	0,127	0,128	134 PPM
Acetato de etilo	0,866	0,872	0,111
Ácido acético	0,007	7 PPM	0,889

Una vez comprobada la validez de la extracción, se simula el sistema completo, recirculando la corriente que contiene el disolvente reciclado y comprobando cómo afecta a la extracción. El proceso sería el que se muestra en la figura 4.10. Se aprecia la presencia de un cambiador de calor, ya que la corriente de salida de la destilación por cabeza se encuentra a alta temperatura y el estudio de la operación de extracción se está llevando a cabo a temperatura ambiente.

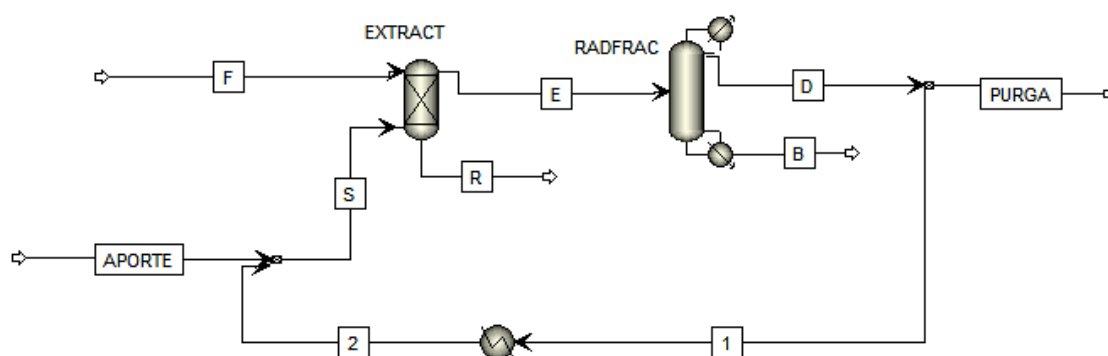


Figura 4.10: Esquema proceso de extracción con recuperación del disolvente por destilación

En la siguiente tabla se muestran los resultados de composición de las corrientes del proceso de extracción con recuperación del disolvente. En la tabla 4.23 se compara el rendimiento de la extracción sola y de la extracción utilizando el disolvente reciclado.

Tabla 4.22: Resultados de las corrientes (extracción+ recuperación del disolvente mediante destilación) – 1:10

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>E</i>	<i>R</i>	<i>B</i>	<i>Purga</i>
Caudal másico (toneladas/h)						
Agua	95,0	-	23,1	93,9	-	1,2
Acetato de etilo	-	50,1	717,5	8,0	6,5	35,5
Ácido acético	5,0	-	4,7	0,3	4,7	-
<i>Total</i>	100,0	50,1	745,3	102,2	11,2	36,7
Fracción másica						
Agua	0,950	-	0,031	0,918	-	0,031
Acetato de etilo	-	1	0,963	0,078	0,581	0,968
Ácido acético	0,050	-	0,006	0,003	0,418	-
Caudal molar (Kmol/h)						
Agua	5274,3	-	1282,9	5210,2	-	64,1
Acetato de etilo	-	568,5	8143,1	91,0	74,0	403,5
Ácido acético	83,3	-	78,9	5,1	78,1	-

Modelado del Proceso de Extracción de Ácido Acético con
Recuperación de Disolvente Orgánico

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>E</i>	<i>R</i>	<i>B</i>	<i>Purga</i>
<i>Total</i>	5357,6	568,5	9504,9	5306,3	152,1	467,6
<i>Fracción molar</i>						
Agua	0,984	-	0,135	0,982	-	0,137
Acetato de etilo	-	1	0,857	0,017	0,486	0,863
Ácido acético	0,016	-	0,008	0,001	0,514	-

Tabla 4.23: Comparación de los resultados para la extracción sin y con recuperación del disolvente – 1:10

	Extracción	Extracción con recuperación del disolvente
$\eta_{\text{solute}} (\%)$	97,1	93,9
$\eta_{\text{agua}} (\%)$	71,9	80,2
$\eta_{\text{disolvente}} (\%)$	0,7	1,1

Se aprecia una disminución tanto de la recuperación de acético como de la eliminación de agua, a la vez que un ligero aumento en las pérdidas del disolvente. Esto se puede deber a la presencia de agua en la corriente recirculada, la cual disminuye la capacidad del disolvente.

Con el objetivo de mejorar estos resultados, se podría estudiar la influencia de otro parámetro como es la temperatura. Una primera valoración se lleva a cabo eliminando el cambiador de calor que devuelve la corriente de disolvente reciclado a temperatura ambiente (véase figura 4.10). De esta manera se lleva a cabo la extracción a mayor temperatura, la de la corriente que sale por cabeza en la destilación. Hay que cuidar que la temperatura no sobrepase el punto de ebullición del acetato de etilo (77,1°C), para evitar pérdidas por volatilización. En este caso la temperatura de salida del destilado es 71,4°C.

Tabla 4.24: Comparación de los resultados para la extracción sin y con recuperación del disolvente (mayor temperatura) – 1:10

	Extracción	Extracción con recuperación del disolvente (mayor temperatura)
$\eta_{\text{solute}} (\%)$	97,1	96,4
$\eta_{\text{agua}} (\%)$	71,9	70,2
$\eta_{\text{disolvente}} (\%)$	0,7	0,7

Como se puede observar en la tabla 4.24, al aumentar la temperatura a la que se lleva a cabo la extracción, los parámetros de recuperación de soluto, eliminación de agua y pérdidas de disolvente varían muy ligeramente con respecto al proceso de extracción sola. Esto indica una influencia positiva de la temperatura, por lo que se podría estudiar más en profundidad una forma de optimizar el proceso variando este parámetro.

A continuación, se sigue el mismo procedimiento para modelar el proceso de purificación de la corriente de extracto obtenida al utilizar una relación alimentación/disolvente de 1:5, en una columna de 8 etapas. Se define este número de etapas dado que es el que consigue una

Resultados

recuperación de ácido acético similar al caso anterior, en concreto, 96,9 %. Las especificaciones obtenidas en el diseño de la columna de destilación se muestran en la tabla 4.25. Los valores de relación de reflujo y fracción destilación/alimentación indicados ya han sido optimizados.

Tabla 4.25: Resultados del diseño de la destilación (Acetato de etilo disolvente) – 1:5

Relación de reflujo mínimo	0,257
Relación de reflujo	0,616
Mínimo número de etapas	6
Número de etapas	17
Etapas de posición de la alimentación	9
Número de etapas por encima de la alimentación	8
Potencia requerida por el hervidor (Gcal/h)	73,7
Potencia requerida por el hervidor (Gcal/h)	59,6
Temperatura del destilado (°C)	72,6
Temperatura de fondo (°C)	95,8
Fracción destilado/alimentación	0,985

Una vez conocidas las características necesarias para columna, se simula el modelo riguroso *RadFrac* y, a continuación, se simula el proceso recirculando la corriente con el disolvente reciclado. En la tabla 4.26 se presenta la composición de las corrientes de relevantes del proceso y en la tabla 4.27 se comparan, una vez más, los parámetros de la extracción sin y con recuperación del disolvente,

Tabla 4.26: Resultados de las corrientes (extracción+ recuperación del disolvente mediante destilación) – 1:10

	<i>F</i>	<i>Aporte</i>	<i>E</i>	<i>R</i>	<i>B</i>	<i>Purga</i>
Caudal másico (toneladas/h)						
Agua	95,0	-	13,6	94,6	-	0,7
Acetato de etilo	-	28,5	409,1	8,0	0,2	20,4
Ácido acético	5,0	-	4,8	0,2	4,8	-
<i>Total</i>	100,0	28,5	427,5	102,8	5,0	21,1
Fracción másica						
Agua	0,95	-	0,032	0,92	-	0,032
Acetato de etilo	-	1	0,957	0,078	0,044	0,968
Ácido acético	0,05	-	0,011	0,002	0,956	-
Caudal molar (Kmol/h)						
Agua	5274,3	-	754,7	5251,0	-	37,7
Acetato de etilo	-	323,2	4643,3	91,2	2,5	232,0
Ácido acético	83,3	-	79,8	3,6	79,7	-
<i>Total</i>	5357,6	323,2	5477,7	5345,8	82,2	269,8
Fracción molar						
Agua	0,984	-	0,138	0,982	-	0,140
Acetato de etilo	-	1	0,848	0,017	0,030	0,860
Ácido acético	0,016	-	0,015	0,001	0,970	-

Tabla 4.27: Comparación de los resultados para la extracción sin y con recuperación del disolvente – 1:5

	Extracción	Extracción con recuperación del disolvente
$\eta_{\text{solute}} (\%)$	96,9	95,7
$\eta_{\text{agua}} (\%)$	85,4	87,4
$\eta_{\text{disolvente}} (\%)$	1,6	1,9

Como puede observarse, la presencia de agua en la corriente recirculada hace que disminuya el porcentaje de ácido acético recuperado, al igual que en el caso anterior, aunque la disminución es menor. También aumenta ligeramente el agua eliminada y las pérdidas de disolvente a la fase acuosa.

La siguiente tabla muestra un resumen de los parámetros obtenidos para los dos casos estudiados en este apartado.

Tabla 4.28: Comparación de los resultados de extracción + destilación (acetato de etilo)

F/S	1:10	1:5
Número de etapas	3	8
$\eta_{\text{solute}}(\%)$	93,9	96,9
$\eta_{\text{agua}} (\%)$	80,2	85,4
$\eta_{\text{disolvente}} (\%)$	1,1	1,6
Disolvente recuperado (%)	93,1	93,2
Consumo disolvente (ton/h)	50,1	28,5

Aparentemente los resultados más favorables se obtienen al utilizar una proporción alimentación/disolvente de 1:5, ya que el consumo de disolvente es menor, se obtiene mayor recuperación de soluto y la eliminación de agua es mayor. Sin embargo esta situación es posible gracias al aumento del número de etapas de la columna de extracción (las de la columna de destilación son iguales para ambos casos). Sería necesario estudiar la ventaja en los costes gracias a consumir menos disolvente, frente a invertir en una columna con más etapas.

4.3 MIBK vs Acetato de etilo

Teniendo en cuenta los resultados de simulaciones plasmadas en los apartados anteriores y recopilando información adicional acerca de los dos disolventes considerados, se lleva a cabo una evaluación cuantitativa del comportamiento de las diferentes configuraciones del proceso, así como una evaluación cualitativa de las características de cada disolvente.

Utilizando tanto MIBK como acetato de etilo, es necesario que haya gran cantidad de disolvente con respecto a la cantidad de disolución acuosa alimentada, para obtener una

Resultados

transferencia aceptable (superior al 90%) de ácido acético a la fase orgánica. En concreto se contempla utilizar cinco o diez veces más disolvente que alimentación.

Cuando el disolvente es acetato de etilo, son necesarias menos etapas en la columna de extracción que cuando el disolvente es MIBK, para obtener valores muy similares de recuperación de ácido acético. Esto queda en evidencia en el estudio de la extracción cuando la alimentación tiene un contenido de ácido acético del 5% en masa (tablas 4.6 y 4.16). En él se aprecia como, por ejemplo, utilizando una proporción alimentación/disolvente de 1:5, se alcanza el 95% de recuperación de acético con 7 etapas en el caso del acetato de etilo, mientras que con MIBK son necesarias 19. El número de etapas determinará la altura de la columna y, por tanto, la inversión requerida.

Por otro lado, en ese mismo estudio, se puede observar que las pérdidas de disolvente en la fase acuosa son mayores en el caso del acetato de etilo, a la vez que la eliminación de agua es menor. Esto se debe a la amplia diferencia entra las solubilidades en agua de los dos disolventes considerados, siendo mayor la del acetato de etilo que la del MIBK (véanse tablas 4.1 y 4.15).

El sistema de recuperación del disolvente más adecuado (de los que se han estudiado), es la reextracción con hidróxido de sodio para el MIBK y la destilación para el acetato de etilo. Esto implica que en caso de utilizar MIBK como disolvente, la corriente producto de la reextracción contiene el ácido acético en forma de acetato de sodio, por lo que será necesario un tratamiento adicional para recuperar el ácido.

En términos de costes habrá que valorar, por un lado, la diferencia de precio entre los disolventes y, por otro, la diferencia entre los procesos de recuperación que requiere cada uno. La diferencia de precios favorece al acetato de etilo, cuyo precio está entre 0,84 y 0,86 €/Kg (Fuente: TranTech Consultants) frente a los 1,45-1,62 €/Kg del MIBK (Fuente: Tecnon OrbinChem). A pesar de ser mayor la corriente de aporte utilizando acetato de etilo, el hecho de que su precio sea menor que el del MIBK hace que el coste de la corriente sea menor.

En cuanto al proceso de recuperación de disolvente, los resultados han mostrado que en el caso del MIBK la reextracción es más favorable, mientras que para el acetato de etilo lo es la destilación. El consumo de energía es generalmente superior en las operaciones de destilación que en las operaciones de extracción líquido-líquido, lo que indica, en principio, que los costes de operación serán superiores. Sin embargo, hay que tener en cuenta que la reextracción se lleva a cabo con una disolución de hidróxido de sodio, por lo que habrá que valorar el coste del superior consumo energético de la destilación, frente al consumo de una especie adicional. El precio de la sosa cáustica se sitúa entre 0,48 y 0,50 €/Kg

En cuanto a las consecuencias sobre el medioambiente de utilizar acetato de etilo o MIBK, se pueden analizar los efectos que produce cada producto químico si se libera al medioambiente, además del impacto ambiental del proceso de recuperación que acompaña a cada disolvente.

El MIBK, si se pone en contacto con el suelo, se elimina mediante fotólisis directa en la superficie, volatilización o biodegradación aeróbica. El acetato de etilo se pierde mediante evaporación o lavado de aguas subterráneas.

En caso de liberarse al agua, el MIBK, se elimina por volatilización (periodo de semidesintegración de 15-33h) o por fotólisis directa. El acetato de etilo se elimina por volatilización, siendo el periodo de semidesintegración 10 horas.

Por último, en caso de liberarse a la atmósfera, el MIBK sufre fotólisis directa (periodo de semidesintegración de 15h) o reacciona con radicales hidroxilo (periodo de semidesintegración de 16-17h). El acetato de etilo también reacciona con radicales hidroxilo, aunque con un periodo de semidesintegración de 8,3 días y, en presencia de *smog fotoquímico* se pierde 1,9-3,4% de acetato de etilo por hora [34].

El problema medioambiental que más se puede relacionar con procesos de extracción con disolventes es la contaminación de aguas y, por tanto, los efectos nocivos que los disolventes puedan ejercer sobre la vida acuática. La información proporcionada anteriormente indica que tanto el MIBK como el acetato de etilo se eliminan relativamente rápido en caso de ponerse en contacto con agua, siendo la eliminación del acetato de etilo ligeramente más rápida. Los datos de toxicidad se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 4.29: Toxicidad acuática de MIBK vs Acetato de etilo [35][36]

	MIBK	Acetato de etilo
LC50⁵ (Peces, 96h)	505,509,780 mg/l(Pimephelas promelas) 600 mg/l (Salmo gairdneri)	230 mg/l(Pimephelas promelas) 230,455 mg/l (Salmo gairdneri)
EC50⁶ (Crustacea, 24h)	240,862,930,1550,3682,4280 mg/l (Daphnia magna)	717 mg/l (Daphnia magna)
EC50 (Algae)	980 mg/l (Scenedesmus subspicatus)	3300,5600 mg/l (Scenedesmus subspicatus)
EC50 (Bacteria)	80 mg/l (Photobacterium phosphoreum)	1180,5870 mg/l (Photobacterium phosphoreum)

Si se analiza el impacto medioambiental de acuerdo a las características de cada proceso, lo primero que hay que tener en cuenta es que en el caso de utilizar MIBK, es necesario introducir otra especie en el sistema para llevar a cabo la recuperación del disolvente: hidróxido de sodio. El peligro del hidróxido de sodio en el medioambiente viene dado por su influencia en el pH. A altas concentraciones sí es tóxico para organismos acuáticos, sin embargo a bajas concentraciones no tiene efectos perjudiciales sobre los organismos, ya que es neutralizado por otras sustancias presentes en el agua y el pH no aumenta [37]. En caso de utilizar acetato de etilo, el problema es el aumento en el consumo de energía, ya que se utiliza la destilación para recuperar el disolvente. Sería necesario hacer un estudio más detallado de las consecuencias de cada alternativa para poder tomar una decisión.

Por último se analizan las características de cada disolvente en cuanto al riesgo al que se somete el personal de planta al manejarlos, así como las medidas de seguridad que se deben tomar. La información detallada se puede consultar en las hojas de seguridad de cada producto (véanse anexos).

Identificando los peligros para la salud de cada especie, se conoce que el acetato de etilo puede causar somnolencia, mareo y, en caso de que haya contacto con la piel, puede causar sequedad e irritación, mientras que el MIBK es dañino si se inhala y puede causar irritación en las vías respiratorias.

⁵ Concentración que resulta letal para el 50% de los peces expuestos durante un periodo de 96 horas.

⁶ Concentración que se espera que produzca un determinado efecto en el 50% de los organismos de experimentación bajo ciertas condiciones (IUPAC, 1993)

Resultados

Ambos son líquidos inflamables, pero con el MIBK se debe utilizar agua con precaución, debido a que flota y puede incendiarse en la superficie. Además, es posible que forme peróxidos explosivos.

A la hora del almacenamiento de acetato de etilo, se debe evitar inhalar sus vapores o que haya contacto con la piel o los ojos. Con el MIBK es necesario mantenerlo alejado de fuentes de calor o de posibles chispas. Una vez abierto, el contenedor debe ser purgado con nitrógeno antes de volver a cerrarlo y, en caso de almacenamiento prolongado, se debe comprobar si existe formación de peróxidos.

En cuanto a estabilidad y reactividad lo único destacable es la posible formación de peróxidos del MIBK, como ya se ha mencionado.

4.4 Valoración de impactos y responsabilidad legal, ética y profesional

Dado el carácter de este trabajo, centrado en la simulación de procesos, todos los experimentos se han llevado a cabo de forma virtual, lo que hace que su impacto sobre el medioambiente sea prácticamente inexistente, asociado únicamente al consumo energético del equipo informático.

El impacto de este estudio sobre el área de conocimiento con el que está relacionada será positivo, ya que se proporciona información que puede servir de base para investigaciones posteriores.

El simulador elegido para llevar a cabo los objetivos del trabajo ha sido la versión 8.4 de Aspen Plus[®], utilizando la licencia adquirida para la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de la Universidad Politécnica de Madrid.

Algunos recursos bibliográficos han sido consultados a través de las plataformas *Ingenio* y *Web of Science*, que permiten acceder a diversos artículos científicos gracias al consorcio Madroño al que pertenece la Universidad Politécnica de Madrid. También se han utilizado los recursos físicos disponibles en las bibliotecas públicas y la mucha información que se puede encontrar fácilmente en internet, teniendo cuidado de discernir las fuentes fiables. A lo largo de este documento se citan adecuadamente los datos que han sido obtenidos de fuentes externas, ya que esa información ha sido elaborada por otros profesionales que merecen el reconocimiento de su trabajo.

Durante los últimos años se ha demostrado un gran interés por parte de la comunidad científica, la industria y las instituciones públicas, en el desarrollo de procesos sostenibles que minimicen el impacto de la actividad derivada del ser humano en el medioambiente. Éste es uno de los factores que justifican la importancia de un estudio como el que aquí se desarrolla. El hecho de conseguir un proceso de concentración y purificación de disoluciones acuosas de ácido acético que sea viable tanto técnica como económicamente, supondría la posibilidad de establecer la fermentación como vía de obtención de ácido acético preferible. De esta manera se reduciría el impacto medioambiental del proceso, dada la posibilidad de obtener las materias primas a partir de fuentes renovables.

Como proyecto de ingeniería, este trabajo tiene el objetivo de aportar información que ayude al desarrollo de la industria, en este caso, la de obtención de ácido acético. Este producto, como se mencionó en la primera parte de este documento, posee una gran variedad de características que le hacen útil para numerosas aplicaciones. Es responsabilidad del ingeniero contribuir al desarrollo tecnológico de acuerdo a sus capacidades.

5. CONCLUSIONES

Todo el trabajo plasmado en este documento, las diferentes simulaciones llevadas a cabo y la información recopilada, ha permitido llegar a ciertas conclusiones que se explican a continuación. Se diferencia entre el comportamiento del proceso de extracción cuando se utiliza metil-isobutil-cetona y cuando se utiliza acetato de etilo como disolventes.

Metil-isobutil-cetona (MIBK)

Se confirma, mediante simulación con Aspen Plus[®], la información adquirida a partir de ensayos de laboratorio y planta piloto acerca del sistema agua-MIBK-ácido acético, donde se indica que existe transferencia de materia de ácido acético de la fase acuosa a la fase orgánica.

Los resultados de la primera serie de simulaciones, en las que se trabaja con alimentaciones que contienen 27% y 10% en masa de ácido acético, indican que, siendo 3 el número de etapas de la columna, se favorece la extracción aumentando el caudal de disolvente. De esta manera sólo se obtiene una recuperación aceptable de soluto para una proporción volumétrica alimentación/disolvente de 1:10.

En la siguiente serie de simulaciones, donde se representan condiciones habituales a escala industrial (la alimentación contienen un 5% en masa de ácido acético), se comprueba que puede alcanzarse más del 90% de recuperación de soluto tanto para proporción 1:10 como para 1:5, siendo necesario en este último caso triplicar el número de etapas.

En cuanto al proceso de recuperación del disolvente, la reextracción con hidróxido de sodio es un método más adecuado que la destilación, ya que la cercanía entre los puntos de ebullición del MIBK y el ácido acético hace que sea necesario un número excesivo de etapas.

En general, se deduce que el uso de MIBK como disolvente es técnicamente viable, pero sería necesario profundizar más en el diseño del proceso para evaluar si podría ser económicamente rentable.

Acetato de etilo

Para condiciones de alimentación encontradas a escala industrial (las mismas que en el caso del MIBK) se observa que son necesarias menos etapas para alcanzar una recuperación de ácido acético de más del 90%. Las proporciones volumétricas utilizadas vuelven a ser 1:10 y 1:5, siendo necesarias más etapas (5 en lugar de 3) para la menor cantidad de disolvente.

Se observan mayores pérdidas de disolvente en la corriente de refinado, dada la mayor solubilidad del acetato de etilo en agua.

En este caso, el proceso más adecuado para la recuperación del disolvente es la destilación, ya que la diferencia de volatilidades es adecuada para un diseño de columna viable.

Se descarta la reextracción con hidróxido de sodio debido a que el acetato de etilo sufre hidrólisis alcalina, lo que implicaría un aumento en el consumo del disolvente.

El problema al reciclar el acetato de etilo mediante destilación es que el disolvente que se recircula contiene cierta cantidad de agua, que afecta a su capacidad de extracción de ácido acético, especialmente para la proporción 1:10.

Conclusiones

Una primera aproximación al estudio de la influencia de la temperatura en la extracción indica que su aumento favorece la transferencia de soluto a la fase orgánica cuando el acetato de etilo no es puro porque contiene agua.

En términos de consumo de disolvente, éste es mayor en el caso de utilizar acetato de etilo, sin embargo la diferencia de precio hace que el coste sea menor, a pesar de consumir más disolvente.

Los datos disponibles no permiten llevar a cabo una evaluación de los costes de inversión, ya que sería necesario un diseño detallado de los equipos.

6. LÍNEAS FUTURAS

Las características de este trabajo hacen que sea posible extender el alcance de sus objetivos en diferentes direcciones.

En primer lugar, se podría definir mejor la operación de recuperación del disolvente siendo éste MIBK. Para ello se procedería al modelado matemático de la extracción reactiva con hidróxido de sodio, de manera que se pueda estudiar su comportamiento de forma más realista.

Por otro lado se podrían completar las distintas configuraciones de proceso propuestas. Sería conveniente definir los tratamientos adicionales que deben sufrir tanto las corrientes de refinado como las corrientes de producto. Sometiendo la corriente de refinado a otras operaciones de separación, se podría recuperar tanto el disolvente que se ha perdido como el ácido acético residual. En el caso de utilizar MIBK, la corriente de producto contiene acetato de sodio en lugar de ácido acético y gran cantidad de agua. Es necesario diseñar un tratamiento que permita separar el acetato y volver a obtener ácido acético en la concentración deseada. Para el acetato de etilo, la corriente de producto contiene el ácido acético recuperado más el disolvente que no ha sido reciclado. Se deberá purificar esta corriente para recuperar todo el disolvente posible, además de conseguir la pureza deseada del ácido. También se puede considerar la posibilidad de eliminar el agua que contiene la corriente de destilado y así evitar que se modifique la capacidad del disolvente.

Una vez diseñado el proceso completo se podría continuar con el diseño detallado de los equipos, de manera que se puedan calcular los costes de inversión. Esto permitiría analizar las características económicas de cada alternativa, en cuanto a costes de capital y costes de operación, disponiendo así de más información para tomar una decisión en cuanto a qué disolvente convendría más utilizar. Además sería conveniente llevar a cabo una evaluación detallada de impactos ambientales, ya que es un factor importante a la hora de considerar la viabilidad de un proceso.

Otra posibilidad podría ser reconducir la línea del estudio y proponer el uso de otros disolventes.

Algunos disolventes mencionados en la literatura y con los que se han llevado a cabo experimentos a escala laboratorio o planta piloto son aminas terciarias [15][16], líquidos iónicos [38] y ácidos grasos [2].

7. REFERENCIAS

- [1] ICIS. (s.f.). *Acetic acid, Market, Prices and Analysis*. Recuperado el 15 de Marzo de 2016, de Overview: <http://www.icis.com/chemicals/acetic-acid/?tab=tbc-tab4>
- [2] H.M. IJmker, M. G. (18 de Febrero de 2014). Acetic acid extraction from aqueous solution using fatty acids. *Separation and Purification Technology* , pp. 256-263.
- [3] Kirk-Othmer. (2007). *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology - Volume I* (5ª ed.). John Wiley and sons.
- [4] Victor H. Agreda, J. R. (1993). *Acetic Acid and its Derivatives*. CRC Press.
- [5] Klaus Weissermel, H.-J. A. (2008). *Industrial Organic Chemistry*. John Wiley and Sons.
- [6] Jones, J. H. (2000). The Cativa Process for the manufacture of Acetic Acid. *Platinum Metals* , 94-105.
- [7] Haynes, A. (25 de Mayo de 2006). Acetic Acid Synthesis by Catalytic Carbonylation of Methanol. *Topics in Organometallic Chemistry* , págs. 179-205.
- [8] Busche, R.M., (1985). *Biotechnology Applicationd and Research*. Technomic Publishing, Lancaster, PA.
- [9] Grand View Research. (Julio de 2015). *Organic Chemicals*. Recuperado el 9 de Mayo de 2016, de Acetic Acid Market Analysis By Application (VAM, Acetic Anhydride, Acetate Esters, PTA) And Segment Forecasts To 2022 : <http://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/acetic-acid-market>
- [10] Camilo S. López-Garzón, A. J. (18 de Abril de 2014). Recovery of carboxylic acids produced by fermentation . *Biotechnology Advances* , págs. 873-904.
- [11] V. Ragaini, C. B. (18 de abril de 2006). Increasing the value of dilute acetic acid streams through esterification: Part I. Experimental analysis of the reaction zone. *Applied Catalysis B: Environmental* , págs. 66-71.
- [12] C.L. Bianchia, V. R. (28 de enero de 2003). A new method to clean industrial water from acetic acid via esterification. *Applied Catalysis B: Environmental* , págs. 93-99.
- [13] T. Dobre, I. J. (2009). Acetic Acid Extraction from Fermentation Broth: Experimental and modeling studies. *Revista de Chimie* , 1084-1089.
- [14] Koch Modular Process System, LLC. (s.f.). *Acetic Acid Extraction*. Recuperado el 15 de Marzo de 2016, de Liquid-liquid extraction - Acetic Acid: <http://modularprocess.com/liquid-extraction/industrial-applications/acetic-acid-extraction>

- [15] A. Schunk, G. M. (31 de enero de 2006). On the influence of some strong electrolytes on the partitioning of acetic acid to aqueous/organic two-phase systems in the presence of tri-n-octylamine: Part I: Methyl isobutyl ketone as organic solvent. *Fluid Phase Equilibria* , págs. 223-239.
- [16] J X.C. Gong, G. L. (15 de marzo de 2006). Separation of organic acids by newly developed polysulfone microcapsules containing triethylamine. *Separation and Purification Technology* , pp. 235-246.
- [17] Kailas L. Wasewar, A. A. (2004). Fermentation of Glucose to Lactic Acid Coupled with Reactive Extraction: A Review. *Industrial and Engineering Chemistry Research* , 5969-5982.
- [18] Martínez, M. A. (2015). *Trabajo Fin de Máster: PUESTA A PUNTO DE UN PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN Y RECUPERACIÓN DE DISOLVENTES EN PLANTA PILOTO*. Universidad Politécnica de Madrid. ETSI Industriales, DIQUIMA, Madrid.
- [19] Pendyala Venkat Ramana Rao, V. P. (2012). Vapor phase selective hydrogenation of acetone to methyl isobutyl ketone over Ni/CeO₂ catalysts. *Catalysis Science and Technology*, 1665-1673.
- [20] American Chemistry Council. (s.f.). *Chemical Products and Technology Groups*. Recuperado el 20 de Mayo de 2016, de Metil isobutyl ketone (MIBK): <https://www.americanchemistry.com/ProductsTechnology/Ketones/Methyl-Isobutyl-Ketone-MIBK.html>
- [21] Ullmann, F. (2011). *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (7^a ed.). Berlin: John Wiley and Sons.
- [22] T. Dobre, T. O. (2006). Liquid-liquid extraction by continuous solvent recycling for acetic acid separation. *Science Bulletin, Series B, Vol. 68, No. 1*.
- [23] Li, K. L., Chien, I. L., & Chen, C. L.(2014) Design and Optimization of Acetic Acid Dehydration Processes. *ADCONIP*. Hiroshima.
- [24] J.D. Seader, E. J. (2010). *Separation Process Principles*. Nueva York: John Wiley & Sons.
- [25] Rydberg, J. M. (2004). *Solvent Extraction Principles and Practice, Revised and Expanded*. Nueva York: CRC Press.
- [26] Robert H. Perry, D. W. *Chemical Engineers Handbook (Volume I)* (7^a ed.). McGraw-Hill.
- [27] Abayneh G. Demesaa, A. L. (15 de Mayo de 2014). Comparison of solvents for the recovery of low-molecular carboxylic acids and furfural from aqueous solutions. *Chemical Engineering Research and Design* , págs. 531–540.
- [28] Schefflan, R. (2011). *Teach Yourself the Basics of Aspen Plus*. John Wiley & Sons.

Referencias

- [29] D. Laiadi, A. H. (5 de Octubre de 2011). Homotopy method to predict liquid-liquid equilibria for ternary mixtures of water+carboxylic acid+organic solvent. *Fluid Phase Equilibria* .
- [30] Javier Saien, S. D. (2012). Liquid-Liquid Equilibria for the System Water + 4-Methylpentan-2-one + Acetic Acid at Several Temperatures. *Journal of Chemical & Engineering Data* .
- [31] Smallwood, I. M. (2002). *Solvent Recovery Handbook*. CRC Press.
- [32] Luo Jin-fei, W. S.-h.-l. (Noviembre de 2008). Liquid-liquid equilibrium of ethyl acetate-acetic acid-water system under magnetic field. *Journal of Tianjin University* , págs. 1357-61.
- [33] A. Columbo, P. B. (Febrero de 1999). Liquid-liquid equilibria of the ternary systems water plus acetic acid plus ethyl acetate and water plus acetic acid plus isophorone (3,5,5-trimethyl-2-cyclohexen-1-one). *Journal of Chemical and Engineering Data*
- [34] Howard, P. H. (1990). *Handbook of Environmental Fate and Exposure Data For Organic Chemicals, Volumen 2*. CRC Press.
- [35]Megaloid laboratories (2014). Safety Data Sheet - Methyl isobutyl ketone
- [36] Megaloid laboratories (2012). Safety Data Sheet – Ethyl Acetate
- [37]Evonik Industries (2011). GPS Safety Summary – Sodium Hydroxide (NaOH)
- [38] E. Reyhanitash, B. Z. (29 de Junio de 2015). CO₂-enhanced extraction of acetic acid from fermented wastewater. *Green Chemistry* , págs. 4393-4400.

8. PLANIFICACIÓN TEMPORAL Y PRESUPUESTO

8.1 Planificación temporal

Con el objetivo de organizar la elaboración de este estudio, se divide el trabajo en tres grandes bloques: documentación, simulaciones (incluyendo la recopilación de resultados) y redacción de la memoria. La distribución detallada de las tareas se muestra en la figura 8.1.

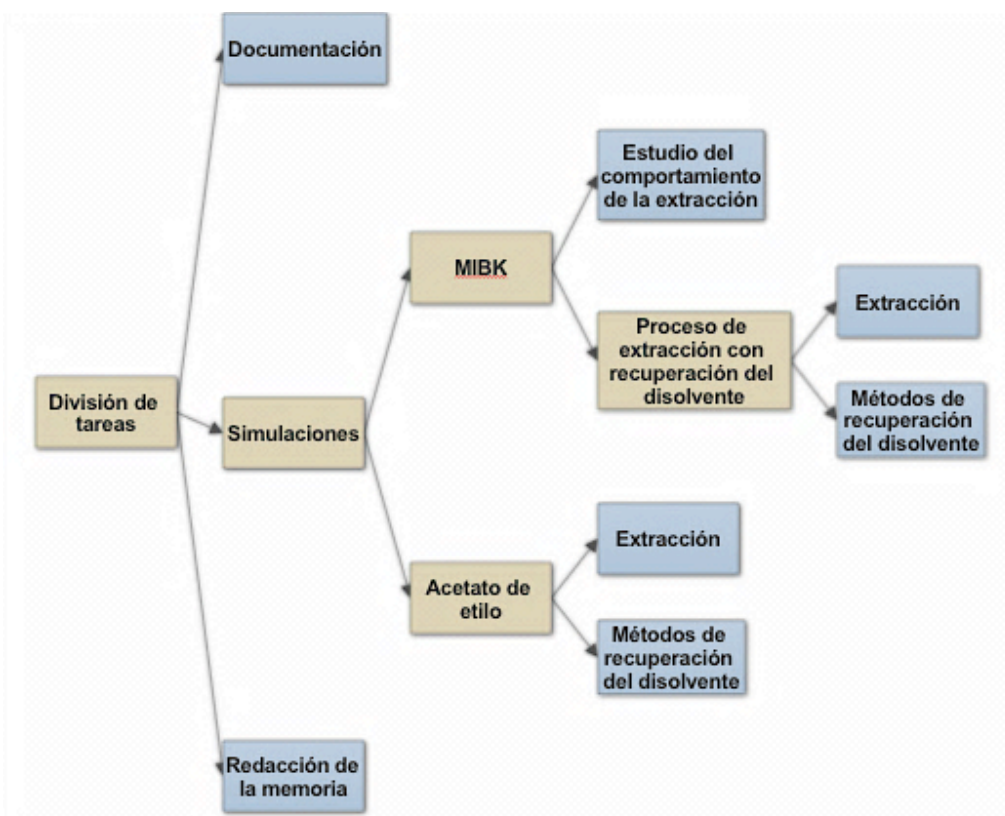


Figura 8.1: Distribución de las tareas

El tiempo total invertido en este trabajo han sido 320 horas distribuidas durante 9 meses, las cuales corresponden a los 12 créditos ECTS asignados al Trabajo Fin de Grado. Un desglose del número de horas empleadas para la ejecución de cada tarea se muestra a continuación.

Planificación temporal y presupuesto

Tabla 8.1: Distribución temporal de tareas

		Horas	Fecha de inicio	Fecha de finalización
Documentación		70	21/09/2015	23/05/2016
Simulaciones	<i>MIBK</i>	95	15/10/2015	14/03/2016
	<i>Acetato de etilo</i>	65	7/03/2016	23/05/2016
Redacción de la memoria		90	15/03/2016	15/06/2016

Las tareas se muestran de forma cronológica, sin embargo algunas se llevan a cabo de forma simultánea. La escala temporal se ilustra en el siguiente diagrama.

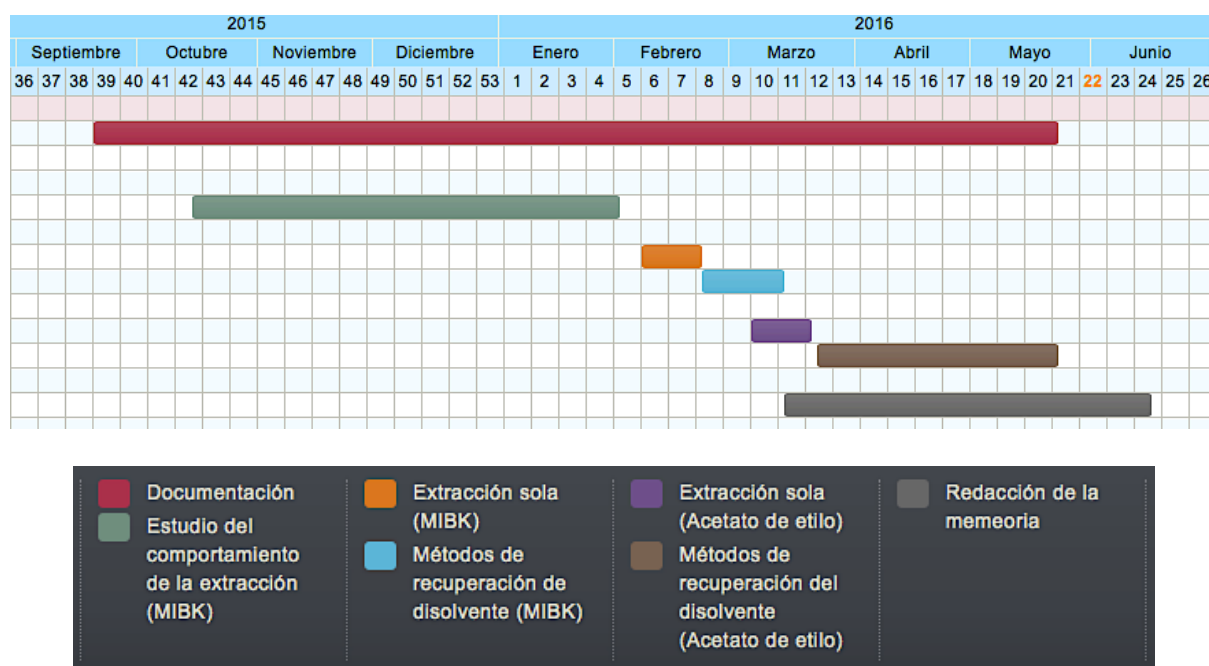


Figura 8.2: Diagrama de Gantt

8.2 Presupuesto

Para la elaboración del presupuesto se distribuyen los gastos entre gastos de mano de obra, consumo eléctrico y equipos y herramientas informáticas.

En los gastos de mano de obra se incluye el ingeniero junior, que lleva a cabo el desarrollo principal de este trabajo, así como el tutor (ingeniero sénior) que hará la labor de supervisar y asesorar el trabajo desempeñado por el ingeniero junior. Se supone un salario bruto de 15 €/h para el ingeniero junior y de 30 €/h para el ingeniero sénior.

Tabla 8.2: Gastos de mano de obra

	Horas trabajadas	Salario (€/h)	Total (€)
Ingeniero Sénior	48	30	1440
Ingeniero Junior	320	15	4800

En cuanto a los gastos de equipos y herramientas informáticas, se incluye la licencia que permite la utilización de la versión 8.4 de Aspen Plus[®] y el equipo informático en el que se llevan a cabo las simulaciones.

Se calculará el gasto proporcional al periodo durante el que se desarrolla el TFG, considerado de 9 meses (véase figura 8.2).

Tabla 8.3: Precios equipos y herramientas informáticas

	Precio	Amortización	Coste para el TFG
Licencia Aspen Plus[®]	1762 €	1 año	1321,5 €
Ordenador portátil MacBook Pro 13'	1199 €	6 años	149,9 €

Para completar el presupuesto se calculan los gastos de consumo eléctrico derivados de la utilización del ordenador, imprescindible para el uso del simulador de procesos, aunque también se ha empleado para el proceso de documentación y de redacción de la memoria.

Tabla 8.4: Gastos consumo eléctrico

Potencia	Precio electricidad	Gastos consumo eléctrico
63,5 W/h	0,1 €/kW	2,03 €

Por último, los gastos considerados se resumen en la tabla x, indicando también el presupuesto total del TFG.

Tabla 8.5: Resumen del presupuesto

Gastos de mano de obra	6240 €
Consumo eléctrico	2,03 €
Equipos y herramientas informáticas	1471,4 €
Total	7713,4 €

9. INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1: Estructura molecular del ácido acético	7
Figura 1.2: Ciclo catalítico de la carbonilación de metanol con catalizador basado en rodio ...	9
Figura 1.3: Diagrama esquemático de un planta de carbonilación de metanol [7]	10
Figura 1.4: Producción de ácido acético según región en 2014 (Fuente: Tecnon OrbiChem). 11	
Figura 1.5: Evolución del mercado global de ácido acético, según su aplicación, en kilo toneladas [9]	12
Figura 1.6: Secuencia de proceso para la recuperación de ácidos carboxílicos obtenidos mediante fermentación [10].....	12
Figura 1.7: Proceso tradicional de recuperación de ácido acético [8].....	13
Figura 3.1: Esquema de extracción de flujo cruzado (izquierda) y de flujo en contracorriente (derecha).....	20
Figura 3.2: Diagrama triangular equilátero	21
Figura 3.3: Sistemas Tipo I (a) y Tipo II (b) [24]	22
Figura 3.4: Interfaz de usuario Aspen Plus	26
Figura 3.5: Esquema Bloques Mixer y FSplit	26
Figura 3.6: Esquema Bloques Sep y Sep2.....	27
Figura 3.7: Esquema Bloques Flash2, Flash3 y Decanter	27
Figura 3.8: Bloques de cambio de presión	28
Figura 3.9: Esquema Bloques Heater, HeatX y MheatX	28
Figura 3.10: Reactores.....	29
Figura 3.11: Columnas	30
Figura 4.1: Diagrama de equilibrio del sistema agua-MIBK-ácido acético.....	31
Figura 4.2: Módulo de Extracción en Aspen Plus.....	32
Figura 4.3: Evolución del rendimiento de extracción (alimentación 27% de ácido acético)...	33
Figura 4.4: Evolución del rendimiento de extracción (alimentación 10% de ácido acético)...	34
Figura 4.5: Diagrama de bloques del proceso de extracción con recuperación del disolvente mediante reextracción.....	34
Figura 4.6: Esquema de extracción con reextracción-Aspen Plus®	35
Figura 4.7: Recuperación de ácido acético en función del número de etapas de equilibrio (MIBK).....	38
Figura 4.8: Diagrama de equilibrio ácido acético-agua-acetato de etilo	44
Figura 4.9: Recuperación de ácido acético en función del número de etapas de equilibrio (Acetato de etilo).....	45
Figura 4.10: Esquema proceso de extracción con recuperación del disolvente por destilación	48
Figura 8.1: Distribución de las tareas	61
Figura 8.2: Diagrama de Gantt	62

10. INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1: Propiedades físicas del ácido acético puro [3]	7
Tabla 4.1: Propiedades MIBK [26]	31
Tabla 4.2: Resultados de Extracción para una Alimentación con el 27% de Ácido Acético... 33	33
Tabla 4.3: Resultados de Extracción para una Alimentación con el 10% de Ácido Acético... 33	33
Tabla 4.4: Resultados de Extracción (alimentación con el 10% en masa de ácido acético 1:10)	35
Tabla 4.5: Resultados de Extracción+Reextracción (10% 1:10).....	36
Tabla 4.6: Resultados de Extracción sola con MIBK (alimentación 5% ácido acético).....	37
Tabla 4.7: Resultados de Extracción (alimentación con el 5% en masa de ácido acético 1:10)	38
Tabla 4.8: Resultados de Extracción+Reextracción (5% 1:10).....	39
Tabla 4.9: Resultados de Extracción (alimentación con el 5% en masa de ácido acético 1:5) 40	40
Tabla 4.10: Resultados de Extracción+Reextracción (5% 1:5).....	40
Tabla 4.11: Comparación de los resultados de extracción + reextracción (MIBK).....	41
Tabla 4.12: Puntos de ebullición del sistema ácido acético-MIBK-agua.....	42
Tabla 4.13: Resultados del diseño de la destilación (MIBK disolvente)	42
Tabla 4.14: Resultados de las corrientes de destilación (MIBK disolvente).....	43
Tabla 4.15: Propiedades del acetato de etilo [18]	43
Tabla 4.16: Resultados de extracción sola con acetato de etilo (alimentación 5% ácido acético)	44
Tabla 4.17: Puntos de ebullición del sistema agua-acetato de etilo-ácido acético.....	46
Tabla 4.18: Resultados del diseño de la destilación (Acetato de etilo disolvente) – 1:10	46
Tabla 4.19: Resultados de las corrientes de destilación (Acetato de etilo disolvente).....	46
Tabla 4.20: Resultados de optimización de la destilación.....	47
Tabla 4.21: Resultados de las corrientes de destilación optimizada	47
Tabla 4.22: Resultados de las corrientes (extracción+ recuperación del disolvente mediante destilación) – 1:10	48
Tabla 4.23: Comparación de los resultados para la extracción sin y con recuperación del disolvente – 1:10	49
Tabla 4.24: Comparación de los resultados para la extracción sin y con recuperación del disolvente (mayor temperatura) – 1:10	49
Tabla 4.25: Resultados del diseño de la destilación (Acetato de etilo disolvente) – 1:5	50
Tabla 4.26: Resultados de las corrientes (extracción+ recuperación del disolvente mediante destilación) – 1:10	50
Tabla 4.27: Comparación de los resultados para la extracción sin y con recuperación del disolvente – 1:5	51
Tabla 4.28: Comparación de los resultados de extracción + destilación (acetato de etilo).....	51
Tabla 4.29: Toxicidad acuática de MIBK vs Acetato de etilo [35][36].....	53
Tabla 8.1: Distribución temporal de tareas	62
Tabla 8.2: Gastos de mano de obra	63
Tabla 8.3: Precios equipos y herramientas informáticas.....	63
Tabla 8.4: Gastos consumo eléctrico.....	63
Tabla 8.5: Resumen del presupuesto	63

11. ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS

MIBK: metil-isobutil-cetona

DIQUIMA: Departamento de Ingeniería Química Industrial y del Medio Ambiente

UPM: Universidad Politécnica de Madrid

NRTL: Non-random two-liquid model

UNIQUAC: Universal Quasichemical

F: Corriente de alimentación

S: Corriente de disolvente

E: Corriente de extracto

R: Corriente de refinado

TFG: Trabajo fin de Grado

12. GLOSARIO

Extracción líquido-líquido: operación de transferencia de materia en un sistema de dos fases líquidas. Los componentes de una disolución se separan al ponerse en contacto con otro líquido inmiscible o parcialmente miscible, distribuyéndose selectivamente entre las dos fases líquidas.

Soluto: componente que se quiere separar en una extracción líquido-líquido.

Disolvente: componente que se introduce en un sistema de extracción líquido-líquido para crear una nueva fase y separar el soluto.

Diluyente: componente del que se quiere separar el soluto.

Extracto: fase que sale del equipo de extracción y contiene la mayor parte del disolvente y del soluto.

Refinado: fase que sale del equipo de extracción y contiene la mayor parte del diluyente se denomina refinado.

Etapa teórica: aparato que es capaz de mezclar dos líquidos inmiscibles hasta que se alcanzan concentraciones de equilibrio, para después separar las dos fases físicamente.

Constante de reparto: cociente entre la concentración de soluto en el extracto y la concentración de soluto en el refinado.

Selectividad: capacidad de disolver gran cantidad de uno de los componentes clave en un sistema sin disolver significativamente otros componentes.

Destilación: proceso que consiste en calentar un líquido hasta que sus componentes más volátiles pasan a la fase de vapor y, a continuación, enfriar el vapor para recuperar dichos componentes en forma líquida por medio de la condensación.

Fermentación: proceso catabólico de oxidación incompleta, que no requiere oxígeno, y cuyo producto final es un compuesto orgánico.

Líquido iónico: sales formadas por iones muy asimétricos y de gran tamaño que presentan fuerzas atractivas catión-anión más débiles que las que se dan en sales iónicas convencionales, lo que provoca que sean líquidos en un amplio intervalo de temperaturas, incluyendo la temperatura ambiente en la mayoría de los casos.

13. ANEXOS

13.1 Composición detallada de las corrientes de proceso

Extracción + Reextracción – Alimentación: 5% masa Ácido Acético – F/S = 1:10

EXTRACCIÓN + REEXTRACCIÓN (F/S 1:10)											
	1	2	3	APORTE	E	F	NAOH	PRODUCTO	PURGA	R	S
Temperature C	20	20	20	20	16,9	20	20	20	20	16,1	20
Pressure bar	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Vapor Frac	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr	12019,806	7769,081	7380,627	412,387	8699,8	5174,2	3320	4250,7	388,454	4267,4	7793,014
Mass Flow kg/hr	865459,84	778153,556	739245,879	41305	802175,278	100230,544	63284,562	87306,284	38907,678	78606,13	780550,864
Volume Flow cum/hr	1061,206	971,682	923,098	51,578	990,297	99,93	56,943	89,772	48,584	78,984	974,676
Enthalpy Gcal/hr	-909,049	-606,347	-576,03	-32,185	-676,405	-360,959	-234,17	-307,321	-30,317	-292,768	-608,215
Mass Flow kg/hr											
WATER	73588,235	0	0	0	13791,943	90207,49	56963,739	73588,235	0	76415,547	0
MIBK	778919,556	778140,636	739233,605	41305	778919,556	0	0	778,92	38907,032	1619,033	780538,589
NAOH	32,054	0	0	0	0	0	6320,823	32,054	0	0	0
HAC	9,452	0,009	0,009	0	9451,551	10023,054	0	9,442	0	571,512	0,009
NAAC	12910,544	12,911	12,265	0	12,228	0	0	12897,633	0,646	0,038	12,266
Mass Frac											
WATER	0,085	0	0	0	0,017	0,9	0,9	0,843	0	0,972	0
MIBK	0,9	1	1	1	0,971	0	0	0,009	1	0,021	1
NAOH	0	0	0	0	0	0	0,1	0	0	0	0
HAC	0	0	0	0	0,012	0,1	0	0	0	0,007	0
NAAC	0,015	0	0	0	0	0	0	0,148	0	0	0
Mole Flow kmol/hr											
WATER	4084,768	0	0	0	765,6	5007,277	3161,968	4084,8	0,0	4241,7	0,0
MIBK	7776,7	7768,923	7380,477	412,387	7776,7	0	0	7,8	388,4	16,2	7792,9
NAOH	0,801	0	0	0	0,0	0	158,032	0,8	0,0	0,0	0,0
HAC	0,157	0	0	0	157,4	166,905	0	0,2	0,0	9,5	0,0
NAAC	157,38	0,157	0,15	0	0,1	0	0	157,2	0,0	0,0	0,2
Mole Frac											
WATER	0,34	0	0	0	0,088	0,968	0,952	0,961	0	0,994	0
MIBK	0,647	1	1	1	0,894	0	0	0,002	1	0,004	1
NAOH	0	0	0	0	0	0	0,048	0	0	0	0
HAC	0	0	0	0	0,018	0,032	0	0	0	0,002	0
NAAC	0,013	0	0	0	0	0	0	0,037	0	0	0

Modelado del Proceso de Extracción de Ácido Acético con
Recuperación de Disolvente Orgánico

Extracción + Reextracción – Alimentación: 5% masa Ácido Acético – F/S = 1:10

EXTRACCIÓN + REEXTRACCIÓN (F/S 1:10)											
	E	F	1	NAOH	PRODUCTO	PURGA	R	2	3	APORTE	S
Temperature C	17	20	20	20	20	20	16,1	20	20	20	20
Pressure bar	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Vapor Frac	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr	8591,6	5357,6	10231,618	1640	2463,2	388,419	4559,1	7768,383	7379,964	413,226	7793,188
Mass Flow kg/hr	796823,189	100018,681	828084,238	31261,049	49999,088	38904,258	83765,144	778085,15	739180,893	41389	780569,652
Volume Flow cum/hr	986,15	99,957	1022,765	28,129	51,31	48,58	84,2	971,598	923,018	51,683	974,7
Enthalpy Gcal/hr	-665,615	-369,976	-779,351	-115,674	-176,712	-30,314	-312,583	-606,286	-575,972	-32,25	-608,222
Mass Flow kg/hr											
WATER	13289,959	95017,747	42828,112	28138,714	42828,112	0	81727,788	0	0	0	0
MIBK	778857,625	0	778857,625	0	778,858	38903,938	1705,963	778078,767	739174,829	41389	780563,587
HAC	4669,593	5000,934	4,67	0	4,665	0	331,346	0,005	0,004	0	0,004
NAOH	0	0	15,332	3122,334	15,332	0	0	0	0	0	0
NAAC	6,013	0	6378,5	0	6372,121	0,319	0,047	6,378	6,06	0	6,06
Mass Frac											
WATER	0,017	0,95	0,052	0,9	0,857	0	0,976	0	0	0	0
MIBK	0,977	0	0,941	0	0,016	1	0,02	1	1	1	1
HAC	0,006	0,05	0	0	0	0	0,004	0	0	0	0
NAOH	0	0	0	0,1	0	0	0	0	0	0	0
NAAC	0	0	0,008	0	0,127	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr											
WATER	737,7	5274,286	2377,321	1561,936	2377,3	0	4536,6	0	0	0	0
MIBK	7776,1	0	7776,082	0	7,8	388,4	17,0	7768,306	7379,89	413,2	7793,114
HAC	77,8	83,276	0,078	0	0,1	0,0	5,5	0	0	0	0
NAOH	0,0	0	0,383	78,064	0,4	0,0	0,0	0	0	0	0
NAAC	0,1	0	77,754	0	77,7	0,0	0,0	0,078	0,074	0	0,074
Mole Frac											
WATER	0,086	0,984	0,232	0,952	0,965	0	0,995	0	0	0	0
MIBK	0,905	0	0,76	0	0,003	1	0,004	1	1	1	1
HAC	0,009	0,016	0	0	0	0	0,001	0	0	0	0
NAOH	0	0	0	0,048	0	0	0	0	0	0	0
NAAC	0	0	0,008	0	0,032	0	0	0	0	0	0

Extracción + Reextracción – Alimentación: 5% masa Ácido Acético – F/S = 1:5

EXTRACCIÓN + REEXTRACCIÓN (F/S 1:5)											
	E	F	1	NAOH	PRODUCTO	PURGA	R	2	3	aporte	s
Temperature C	17,9	20	20	20	20	20	16,1	20	20	20	20
Pressure bar	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Vapor Frac	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr	4339,2	5357,562	5939,166	1600	2065,3	193,691	4914,6	3873,821	3680,13	216,063	3896,19
Mass Flow kg/hr	399848,248	100018,681	430346,832	30498,584	42343,67	19400,158	90414,164	388003,162	368603,004	21641	390243,731
Volume Flow cum/hr	494,262	99,957	527,852	27,442	43,475	24,225	90,864	484,501	460,276	27,023	487,298
Enthalpy Gcal/hr	-336,991	-369,976	-449,244	-112,853	-149,194	-15,117	-337,067	-302,337	-287,22	-16,863	-304,082
Mass Flow kg/hr	6966,384	95017,747	35764,595	27452,404	35764,595	0	88051,364	0	0	0	0
WATER	388385,408	0	388385,408	0	388,385	19399,851	1852,491	387997,023	368597,172	21641	390237,9
MIBK	4490,637	5000,934	4,491	0	4,486	0	510,301	0,004	0,004	0	0,004
HAC	0	0	58,249	3046,18	58,249	0	0	0	0	0	0
NAOH	5,818	0	6134,088	0	6127,954	0,307	0,009	6,134	5,827	0	5,827
NAAC											
Mass Frac											
WATER	0,017	0,95	0,083	0,9	0,845	0	0,974	0	0	0	0
MIBK	0,971	0	0,902	0	0,009	1	0,02	1	1	1	1
HAC	0,011	0,05	0	0	0	0	0,006	0	0	0	0
NAOH	0	0	0	0,1	0,001	0	0	0	0	0	0
NAAC	0	0	0,014	0	0,145	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr											
WATER	386,7	5274,286	1985,237	1523,84	1985,2	0,0	4887,6	0	0	0	0
MIBK	3877,6	0	3877,624	0	3,9	193,7	18,5	3873,746	3680,059	216,1	3896,119
HAC	74,8	83,276	0,075	0	0,1	0,0	8,5	0	0	0	0
NAOH	0,0	0	1,456	76,16	1,5	0,0	0,0	0	0	0	0
NAAC	0,1	0	74,775	0	74,7	0,0	0,0	0,075	0,071	0	0,071
Mole Frac											
WATER	0,089	0,984	0,334	0,952	0,961	0	0,995	0	0	0	0
MIBK	0,894	0	0,653	0	0,002	1	0,004	1	1	1	1
HAC	0,017	0,016	0	0	0	0	0,002	0	0	0	0
NAOH	0	0	0	0,048	0,001	0	0	0	0	0	0
NAAC	0	0	0,013	0	0,036	0	0	0	0	0	0

Extracción + Destilación – Alimentación: 5% masa Ácido Acético – F/S = 1:10

EXTRACCIÓN + DESTILACIÓN (F/S 1:10)										
	B	D	E	F	R	APORTE	2	PURGA	1	S
Temperature C	91,9	72,5	20,1	20	19,8	20	20	72,5	72,5	19,9
Pressure bar	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Vapor Frac	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr	152,079	9352,83	9504,909	5357,559	5306,331	568,495	8885,189	467,642	8885,189	9453,681
Mass Flow kg/hr	11207,129	734101,964	745309,093	100018,618	102192,145	50088	697396,866	36705,098	697396,866	747482,621
Volume Flow cum/hr	12,591	869,47	816,206	100,399	102,914	55,472	764,539	43,473	825,996	819,844
Enthalpy Gcal/hr	-16,686	-992,375	-1029,794	-369,601	-367,273	-65,317	-962,15	-49,619	-942,757	-1027,466
Mass Flow kg/hr										
WATER	0,26	23111,301	23111,561	95017,687	93862,367	0	21955,736	1155,565	21955,736	21956,241
ACETET	6516,889	710940,016	717456,905	0	8021,36	50088	675393,015	35547,001	675393,015	725478,266
HAC	4689,98	50,647	4740,627	5000,931	308,419	0	48,115	2,532	48,115	48,114
Mass Frac										
WATER	0	0,031	0,031	0,95	0,918	0	0,031	0,031	0,031	0,029
ACETET	0,581	0,968	0,963	0	0,078	1	0,968	0,968	0,968	0,971
HAC	0,418	0	0,006	0,05	0,003	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr										
WATER	0,014	1282,872	1282,887	5274,283	5210,153	0	1218,729	64,144	1218,729	1218,757
ACETET	73,966	8069,115	8143,081	0	91,042	568,5	7665,659	403,456	7665,659	8234,123
HAC	78,098	0,843	78,941	83,276	5,136	0	0,801	0,042	0,801	0,801
Mole Frac										
WATER	0	0,137	0,135	0,984	0,982	0	0,137	0,137	0,137	0,129
ACETET	0,486	0,863	0,857	0	0,017	1	0,863	0,863	0,863	0,871
HAC	0,514	0	0,008	0,016	0,001	0	0	0	0	0

Extracción + Destilación – Alimentación: 5% masa Ácido Acético – F/S = 1:5



EXTRACCIÓN + DESTILACIÓN (F/S 1:5)										
	1	2	APORTE	B	D	E	F	PURGA	R	S
Temperature C	72,5	20	20	115,4	72,5	20,5	20	72,5	20,1	19,9
Pressure bar	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Vapor Frac	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mole Flow kmol/hr	5125,77	5125,77	323,224	82,166	5395,548	5477,713	5357,559	269,777	5345,753	5448,994
Mass Flow kg/hr	401360,331	401360,331	28478,047	5002,835	422484,559	427487,393	100018,618	21124,228	102847,748	429838,378
Volume Flow cum/hr	475,244	439,92	31,539	5,307	500,257	467,826	100,399	25,013	103,595	471,362
Enthalpy Gcal/hr	-543,232	-554,395	-37,137	-8,834	-571,823	-592,472	-369,601	-28,591	-369,885	-591,532
Mass Flow kg/hr										
WATER	12915,654	12915,654	0	0,346	13595,425	13595,771	95017,687	679,771	94597,675	12915,654
ACET	388439,957	388439,957	28478,047	217,898	408884,165	409102,064	0	20444,208	8033,839	416918,004
HAC	4,72	4,72	0	4784,591	4,968	4789,559	5000,931	0,248	216,234	4,72
Mass Frac										
WATER	0,032	0,032	0	0	0,032	0,032	0,95	0,032	0,92	0,03
ACET	0,968	0,968	1	0,044	0,968	0,957	0	0,968	0,078	0,97
HAC	0	0	0	0,956	0	0,011	0,05	0	0,002	0
Mole Flow kmol/hr										
WATER	716,928	716,928	0	0,019	754,661	754,68	5274,283	37,733	5250,969	716,928
ACET	4408,764	4408,764	323,224	2,473	4640,804	4643,277	0	232,04	91,183	4731,987
HAC	0,079	0,079	0	79,673	0,083	79,756	83,276	0,004	3,601	0,079
Mole Frac										
WATER	0,14	0,14	0	0	0,14	0,138	0,984	0,14	0,982	0,132
ACET	0,86	0,86	1	0,03	0,86	0,848	0	0,86	0,017	0,868
HAC	0	0	0	0,97	0	0,015	0,016	0	0,001	0

13.2 Fichas internacionales de seguridad química

Fichas Internacionales de Seguridad Química

4-METILPENTAN-2-ONA

ICSC: 0511

 <p style="text-align: center;"> 4-METILPENTAN-2-ONA 4-Metil-2-pentanona Metilisobutilcetona Isobutilmetilcetona $C_6H_{12}O$ Masa molecular: 100.2 </p> <p> N° CAS 108-10-1 N° RTECS SA9275000 N° ICSC 0511 N° NU 1245 N° CE 606-004-00-4 </p> 			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Altamente inflamable.	Evitar llama abierta, NO producir chispas y NO fumar.	Polvos, pulverización con agua, espuma, dióxido de carbono.
EXPLOSION	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosiones.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua.
EXPOSICION			
• INHALACION	Sensación de quemazón, diarrea, dolor de cabeza, náusea, dolor de garganta, pérdida de conocimiento, vómitos, debilidad.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, respiración artificial si estuviera indicada y someter a atención médica.
• PIEL	Piel seca, sensación de quemazón.	Guantes protectores, traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar y lavar la piel con agua y jabón.
• OJOS	Enrojecimiento, dolor.	Gafas ajustadas de seguridad o protección ocular combinada con la protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después consultar a un médico.
• INGESTION			
DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO	
Recoger, en la medida de lo posible, el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes herméticos, eliminar el residuo con agua abundante.	Mantener en una habitación bien ventilada.	símbolo F símbolo Xn R: 11-20-36/37-66 S: (2-)9-16-29 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: II CE:	
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE			
ICSC: 0511		Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión de las Comunidades Europeas © CCE, IPCS, 1994	

Fichas Internacionales de Seguridad Química

4-METILPENTAN-2-ONA





ICSC: 0511

D A T O S I M P O R T A N T E S	ESTADO FISICO; ASPECTO Líquido incoloro, de olor característico.	VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación del vapor, a través de la piel y por ingestión.
	PELIGROS FISICOS El vapor es más denso que el aire y puede extenderse a ras del suelo; posible ignición en punto distante.	RIESGO DE INHALACION Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante rápidamente una concentración nociva en el aire.
	PELIGROS QUIMICOS La sustancia puede formar presumiblemente peróxidos explosivos. Por combustión, formación de monóxido de carbono.	EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. La exposición puede producir pérdida de conocimiento.
	LIMITES DE EXPOSICION TLV (como TWA): 50 ppm; 205 mg/m ³ (ACGIH 1990-1991). TLV (como STEL): 75 ppm; 307 mg/m ³ (ACGIH 1990-1991).	EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. La sustancia puede tener efectos sobre el hígado y los riñones.
PROPIEDADES FISICAS	Punto de ebullición: 118°C Punto de fusión: -84.7°C Solubilidad en agua, g/100 ml a 20°C: 1.91 Presión de vapor, kPa a 20°C: 2.13	Densidad relativa de vapor (aire = 1): 3.45 Punto de inflamación: 18°C Temperatura de autoignición: 449°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 1.4-7.6
DATOS AMBIENTALES		
NOTAS		
La alerta por el olor es insuficiente cuando se supera el valor límite de exposición.		
Código NFPA: H 2; F 3; R 0;		
INFORMACION ADICIONAL		
FISQ: 2-134 4-METILPENTAN-2-ONA		
ICSC: 0511	© CCE, IPCS, 1994	4-METILPENTAN-2-ONA
NOTA LEGAL IMPORTANTE:	Ni la CCE ni la IPCS ni sus representantes son responsables del posible uso de esta información. Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales. La versión española incluye el etiquetado asignado por la clasificación europea, actualizado a la vigésima adaptación de la Directiva 67/548/CEE traspuesta a la legislación española por el Real Decreto 363/95 (BOE 5.6.95).	

Fichas Internacionales de Seguridad Química

ACETATO DE ETILO

ICSC: 0367

 <p>ACETATO DE ETILO Acido acético, éster etílico $C_4H_8O_2/CH_3COOC_2H_5$ Masa molecular: 88.1</p> <p>Nº CAS 141-78-6 Nº RTECS AH5425000 Nº ICSC 0367 Nº NU 1173 Nº CE 607-022-00-5</p> 			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Altamente inflamable.	Evitar llama abierta, NO producir chispas y NO fumar.	AFFF, espuma resistente al alcohol, polvos, dióxido de carbono.
EXPLOSION	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosiones Evitar la generación de cargas electrostáticas (por ejemplo, mediante conexión a tierra). Utilícense herramientas manuales no generadoras de chispas.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua. Los bomberos deberían emplear indumentaria de protección completa, incluyendo equipo autónomo de respiración.
EXPOSICION			
• INHALACION	Tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza, náusea, jadeo, dolor de garganta, pérdida de conocimiento, debilidad.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, posición de semiincorporado y someter a atención médica. Respiración artificial si estuviera indicado.
• PIEL	Enrojecimiento, dolor.	Guantes protectores, traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse y solicitar atención médica.
• OJOS	Enrojecimiento, dolor.	Gafas ajustadas de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad), después consultar a un médico.
• INGESTION	Dolor abdominal, vértigo, náusea, dolor de garganta, debilidad.		Enjuagar la boca, dar a beber abundante agua y someter a atención médica.
DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO	
Evacuar la zona de peligro. Recoger en la medida de lo posible el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes herméticos. Absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a lugar seguro. (Protección personal adicional: traje de protección completa incluyendo equipo autónomo de respiración).	A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes, ácidos y bases. Mantener en lugar frío, seco. Almacenar herméticamente cerrado.	símbolo F símbolo Xi R: 11-36-66-67 S: (2-)16-26-33 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: II CE:	
 			
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE			


ICSC: 0367

Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión de las Comunidades Europeas © CCE, IPCS, 1994

Fichas Internacionales de Seguridad Química







ACETATO DE ETILO

ICSC: 0367

D A T O S I M P O R T A N T E S	ESTADO FISICO; ASPECTO Líquido incoloro, de olor característico.	VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación del vapor.
	PELIGROS FISICOS El vapor es más denso que el aire y puede extenderse a ras del suelo; posible ignición en punto distante.	RIESGO DE INHALACION Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante rápidamente una concentración nociva en el aire.
	PELIGROS QUIMICOS El calentamiento intenso puede originar combustión violenta o explosión. La sustancia se descompone bajo la influencia de luz UV, bases y ácidos. La solución en agua es un ácido débil. Reacciona con oxidantes fuertes, bases o ácidos. Ataca muchos metales en presencia de agua. Ataca los plásticos.	EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. La sustancia puede tener efectos sobre el sistema nervioso. La exposición muy por encima del OEL puede producir la muerte. Se recomienda vigilancia médica.
	LIMITES DE EXPOSICION TLV: 400 ppm; 1400 mg/m ³ (ACGIH 1990-1991).	EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis.
PROPIEDADES FISICAS	Punto de ebullición: 77°C Punto de fusión: -84°C Densidad relativa (agua = 1): 0.9 Solubilidad en agua: Muy buena Presión de vapor, kPa a 20°C: 10	Densidad relativa de vapor (aire = 1): 3.0 Punto de inflamación: 7°C (o.c.)°C Temperatura de autoignición: 427°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 2.2-11.5 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: 0.73
DATOS AMBIENTALES	Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente; debería prestarse atención especial al agua.	
NOTAS		
El consumo de bebidas alcohólicas aumenta el efecto nocivo. Está indicado examen médico periódico dependiendo del grado de exposición. Los síntomas del edema pulmonar no se ponen de manifiesto a menudo hasta pasadas algunas horas y se agravan por el esfuerzo físico. Reposo y vigilancia médica son por ello imprescindibles. Nombres comerciales: Acetidín, Vinagar naphtha. Tarjeta de emergencia de transporte (Transport Emergency Card): TEC (R)-76		
Código NFPA: H 1; F 3; R 0;		
INFORMACION ADICIONAL		
FISQ: 1-003 ACETATO DE ETILO		
ICSC: 0367		ACETATO DE ETILO
© CCE, IPCS, 1994		

Modelado del Proceso de Extracción de Ácido Acético con Recuperación de Disolvente Orgánico

Fichas Internacionales de Seguridad Química

ÁCIDO ACÉTICO		ICSC: 0363 Mayo 2010	
CAS: 64-19-7 RTECS: AF1225000 NU: 2789 CE Índice Anexo I: 607-002-00-6 CE / EINECS: 200-580-7	Ácido acético glacial Ácido etanoico Ácido etílico Ácido metanocarboxílico $C_2H_4O_2 / CH_3COOH$ Masa molecular: 60.1		   
TIPO DE PELIGRO / EXPOSICIÓN	PELIGROS AGUDOS / SÍNTOMAS	PREVENCIÓN	PRIMEROS AUXILIOS / LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua pulverizada o dióxido de carbono.
EXPLOSIÓN	Por encima de 39°C pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire. Riesgo de incendio y explosión en contacto con oxidantes fuertes.	Por encima de 39°C, sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosión.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
EXPOSICIÓN		¡EVITAR TODO CONTACTO!	¡CONSULTAR AL MÉDICO EN TODOS LOS CASOS!
Inhalación	Dolor de garganta. Tos. Sensación de quemazón. Dolor de cabeza. Vértigo. Jadeo. Dificultad respiratoria.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo. Posición de semiincorporado. Proporcionar asistencia médica.
Piel	Dolor. Enrojecimiento. Quemaduras cutáneas. Ampollas.	Guantes de protección. Traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas. Aclarar la piel con agua abundante o ducharse durante 15 minutos como mínimo. Proporcionar asistencia médica.
Ojos	Enrojecimiento. Dolor. Quemaduras graves. Pérdida de visión.	Pantalla facial o protección ocular combinada con protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad). Proporcionar asistencia médica inmediatamente.
Ingestión	Dolor de garganta. Sensación de quemazón. Dolor abdominal. Vómitos. Shock o colapso.	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca. NO provocar el vómito. Dar a beber un vaso pequeño de agua, pocos minutos después de la ingestión. Proporcionar asistencia médica inmediatamente.
DERRAMES Y FUGAS		ENVASADO Y ETIQUETADO	
Eliminar toda fuente de ignición. Protección personal: traje de protección química, incluyendo equipo autónomo de respiración. Recoger el líquido procedente de la fuga en recipientes precintables. Neutralizar con precaución el líquido derramado con carbonato sódico, solo bajo la responsabilidad de un experto. NO permitir que este producto químico se incorpore al ambiente.		No transportar con alimentos y piensos. Clasificación UE Símbolo: C R: 10-35 S: (1/2)-23-26-45 Nota: B Clasificación NU Clasificación de Peligros NU: 8 Riesgos Subsidiarios de las NU: 3 Grupo de Envasado NU: II Clasificación GHS Peligro Líquidos y vapores inflamables. Nocivo si se inhala el vapor. Nocivo en contacto con la piel. Puede ser nocivo en caso de ingestión. Provoca graves quemaduras en la piel y lesiones oculares. Puede provocar irritación respiratoria. Provoca daños en el sistema respiratorio tras exposiciones prolongadas o repetidas si se inhala. Nocivo para los organismos acuáticos.	
RESPUESTA DE EMERGENCIA		ALMACENAMIENTO	
Código NFPA: H3; F2; R0		A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes, ácidos fuertes, bases fuertes, alimentos y piensos. Mantener en lugar bien ventilado. Bien cerrado. Almacenar en el recipiente original. Almacenar en un área sin acceso a desagües o alcantarillas.	
Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión Europea © CE, IPCS, 2010			
			

VÉASE INFORMACIÓN IMPORTANTE AL DORSO

Fichas Internacionales de Seguridad Química

ÁCIDO ACÉTICO		ICSC: 0363
DATOS IMPORTANTES		
<p>ESTADO FÍSICO; ASPECTO Líquido incoloro de olor acre.</p> <p>PELIGROS QUÍMICOS La sustancia es un ácido débil. Reacciona violentamente con oxidantes fuertes originando peligro de incendio y explosión. Reacciona violentamente con bases fuertes, ácidos fuertes y muchos otros compuestos. Ataca a algunos tipos de plásticos, caucho y revestimientos.</p> <p>LÍMITES DE EXPOSICIÓN TLV: 10 ppm como TWA; 15 ppm como STEL (ACGIH 2010). LEP UE: 10 ppm; 25 mg/m³ como TWA (EU 1991).</p>	<p>VÍAS DE EXPOSICIÓN Efectos locales graves</p> <p>RIESGO DE INHALACIÓN Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante rápidamente una concentración nociva en el aire.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICIÓN DE CORTA DURACIÓN La sustancia es corrosiva para los ojos, la piel y el tracto respiratorio. Corrosivo por ingestión. La inhalación puede causar edema pulmonar, pero sólo tras producirse los efectos corrosivos iniciales en los ojos o las vías respiratorias.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICIÓN PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. Los pulmones pueden resultar afectados tras exposiciones prolongadas o repetidas a un aerosol de esta sustancia. Riesgo de erosión de los dientes tras exposiciones prolongadas o repetidas al aerosol de esta sustancia.</p>	
PROPIEDADES FÍSICAS		
<p>Punto de ebullición: 118°C Punto de fusión: 16.7°C Densidad relativa (agua = 1): 1.05 Solubilidad en agua: miscible. Presión de vapor, kPa a 20°C: 1.5 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 2.1</p>	<p>Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.02 Punto de inflamación: 39°C c.c. Temperatura de autoignición: 485°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 6.0-17 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: -0.17</p>	
DATOS AMBIENTALES		
La sustancia es nociva para los organismos acuáticos.		
NOTAS		
El nº NU 2789 corresponde al ácido acético, ácido acético glacial o un disolución de ácido acético con más del 80 % de ácido en peso. Otro nº NU: NU 2790 disolución de ácido acético (entre el 10 y el 80% de ácido acético en peso); clasificación de peligro NU 8, grupo de envasado II-III.		
INFORMACIÓN ADICIONAL		
<p>Límites de exposición profesional (INSHT 2011):</p> <p>VLA-ED: 10 ppm; 25 mg/m³</p> <p>VLA-EC: 15 ppm, 37 mg/m³</p>		
NOTA LEGAL	Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales. Su posible uso no es responsabilidad de la CE, el IPCS, sus representantes o el INSHT, autor de la versión española.	
© IPCS, CE 2010		



POLITÉCNICA

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS INDUSTRIALES
UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID**

José Gutiérrez Abascal, 2. 28006 Madrid
Tel.: 91 336 3060
info.industriales@upm.es

www.industriales.upm.es