

# MÉTODO ISR PARA LA SIMULACIÓN DE CASCADAS DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO: UN ENFOQUE PRÁCTICO CON MATLAB®

ISR METHOD FOR THE SIMULATION OF LIQUID-LIQUID EXTRACTION COLUMNS:  
A MATLAB® APPROACH

Sebastián Gómez Páez\*

Recibido: 15 de agosto de 2017

Aceptado: 4 de octubre de 2017

## Resumen

En el modelamiento matemático de cascadas de extracción líquido-líquido, una de las primeras aproximaciones corresponde a la seguida por el método ISR. Este artículo aborda las suposiciones, limitaciones, ventajas y desventajas del método, haciendo énfasis en su implementación en el lenguaje de programación Matlab®. La validación se realizó mediante la simulación de una cascada de extracción para la separación de una mezcla de benceno y heptano llevada a cabo con dimetilformamida y agua, en la que se obtuvo una desviación promedio menor al 5 %.

**Palabras clave:** método ISR, cascadas de extracción, matriz tridiagonal, algoritmo de Thomas.

## Abstract

In the mathematical modeling of liquid-liquid extraction cascades, one of the first approximations corresponds to those followed by the ISR (Isothermal Sum of Rates) method. The present work addresses the assumptions, limitations, advantages and disadvantages of the method, with emphasis on its implementation in the programming language Matlab®. The validation was carried out by simulating an extraction cascade for the separation of a mixture of benzene and heptanes carried out with dimethylformamide (DMF) and water, obtaining an average derivation of less than 5 %.

**Keywords:** ISR method, extraction cascades, tridiagonalmatrix, Thomas algorithm.

---

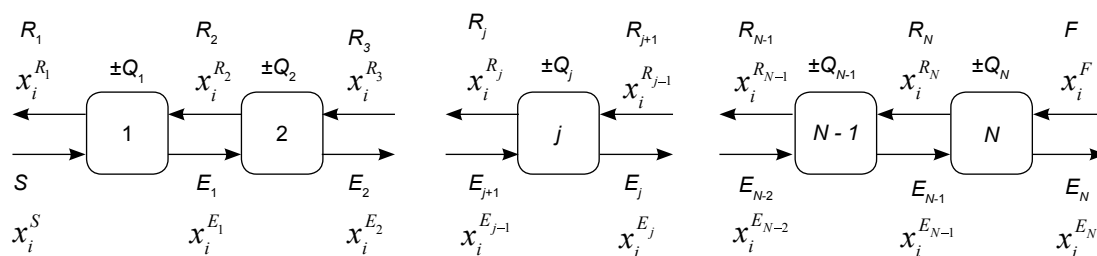
\* Estudiante de Ingeniería Química. Semillero de investigación en Procesos de Separación no Convencionales (GPS), línea de investigación Procesos de Separación sin Reacción, Fundación Universidad de América, Bogotá, Colombia. [sebastian.gomez@estudiantes.uamerica.edu.co](mailto:sebastian.gomez@estudiantes.uamerica.edu.co)

## INTRODUCCIÓN

Actualmente, el cálculo, modelamiento matemático y simulación de cascadas de extracción líquido-líquido presenta varias alternativas de solución; por ejemplo: métodos gráficos (aplicación restringida a sistemas de más de tres componentes), manipulación simultánea (como Newton-Raphson), métodos *inside-out* (empleados por Aspen Plus®) (Debjit y Khanna, 2006), convergencia global y secuenciales. En esta última alternativa se encuentra el método ISR (*isothermal sum of rates*) propuesto por Tsuboka y Katayama (1976). El ISR es de fácil ejecución a nivel computacional, pues solamente requiere de la manipulación de expresiones numéricas (no usa expresiones simbólicas); estas expresiones pueden ser desarrolladas en plataformas de programación como FORTRAN y C++, usando métodos numéricos rigurosos y, en algunos casos, extensas líneas de código. En los simuladores comerciales de procesos, la estrategia de solución queda enmascarada dentro de una “caja negra” que no permite un conocimiento e interiorización detallada del proceso. Este trabajo busca contribuir en el estudio de la extracción líquido-líquido mediante la descripción detallada de su implementación en el lenguaje Matlab (MATrix LABoratory), mostrando las ventajas en el uso y manipulación eficiente de matrices por parte del software (Yadav y Patwardhan, 2009; Weinstein, Semiat y Lewin, 1998; Naphtali y Sandholm, 1971; Jelinek y Hlavacek, 1976; Fonyo, Nishimura y Yamashita, 1983; Cho, Yeo y Kim, 1999).

La solución de cascadas de extracción líquido-líquido, así como otras operaciones de separación convencionales y no convencionales, calcula los perfiles de concentración de los compuestos presentes en las fases a separar a lo largo de la columna y los flujos de dichas fases. Este cálculo se realiza mediante el planteamiento del equilibrio de fases y los balances de materia y calor (Fontalvo y Gómez, 2008; Saien y Daliri, 2014; Laddha y Degaleesan, 1978; Weinstein, Semiat y Lewin, 1998).

El esquema general de estas cascadas se ve en la figura 1. En la figura se aprecia que conforme los flujos de extracto y refinado avanzan en las etapas de equilibrio, sus composiciones cambian debido al fenómeno de transferencia de masa generado por el gradiente de concentraciones, que ocurre cuando se mezclan ambas fases. Esto es aprovechado, junto con los conocimientos del equilibrio de fases de miscibilidad parcial, para obtener la separación de una solución cruda con un soluto de interés. En el caso de estudio escogido, el soluto es el benceno, que por destilación logra ser separado del heptano (diluyente); sin embargo, según Henley y Seader (2011), esta operación resulta poco factible, por lo que la extracción selectiva con dimetilformamida (DMF) y agua se realiza para lograr la separación del benceno con altos porcentajes de pureza.



**Figura 1.** Esquema general de una cascada de extracción líquido-líquido multietapa-multicomponente.

Fuente: Sánchez, Cárdenas y Arturo (2010).

## METODOLOGÍA

Según uno de los principios del método ISR (Tsuboka y Katayama, 1976), la inclusión de flujo de calor en cada etapa es despreciada; por lo tanto, se asume que la cascada es isotérmica. Este factor limita su uso, pues si bien se puede construir la columna con aislamiento térmico, van a existir flujos de calor por cada etapa debido a efectos de mezclado que inciden directamente en las entalpías de cada corriente; situación que modifica los resultados o las columnas donde se requiere que las corrientes sean alimentadas a temperaturas diferentes. A pesar de esto, el ISR se constituye en una herramienta básica y de importancia en el estudio conceptual del esquema de separación; además, los resultados de este método pueden ser tomados como estimados iniciales para modelos más rigurosos.

Los problemas de solución de unidades de separación se rigen por el modelo idealizado de ecuaciones MESH (acrónimo en inglés de *material balance, equilibrium, summation condition, heat balance*). MESH hace referencia a los balances de materia y energía, relaciones de equilibrio y restricción de composiciones en cada etapa, donde teóricamente se llega al equilibrio, pero que en la realidad difícilmente se cumple (Henley y Seader, 2011). El conteo de variables y ecuaciones se realiza de la siguiente manera: en primer lugar, se realiza la especificación de las variables fijas de entrada; estas son: flujos de alimentación (bien sea, solución cruda, o disolvente), temperatura y presión de operación, número de etapas de equilibrio y posibles flujos extraídos o alimentados desde o hacia cada etapa. Luego se realiza la suposición de extracción perfecta; esto quiere decir que todo el soluto alimentado a la torre se separa en el extracto y todo el diluyente en el refinado (en este caso, el soluto es el benceno y el diluyente el n-heptano) (Henley y Seader, 2011). Para este procedimiento, la primera alimentación tiene un flujo de 400 lbmol/h con un 75 % de heptano con benceno restante, y la de disolvente, 1000 lbmol/h con un 75 % de metilformamida con agua restante.

**Tabla 1.** Conteo de variables en una columna de extracción líquido-líquido isotérmica

Variables	Cantidad	Ecuaciones	Cantidad
Flujos totales	N	Balances de materia	N
Composiciones	2Nc	Relaciones de equilibrio	2Nc
Total	N(1+2c)	Total	N(1+2c)

Para la solución, inicialmente se supone un perfil lineal de flujos de extracto ( $E_j$ ) a lo largo de la cascada con base en la especificación inicial de extracción perfecta. Por otro lado, los flujos de refinados ( $R_j$ ) se calcularon a partir del balance de materia desde la etapa 1 hasta la j (ver ecuación 1).

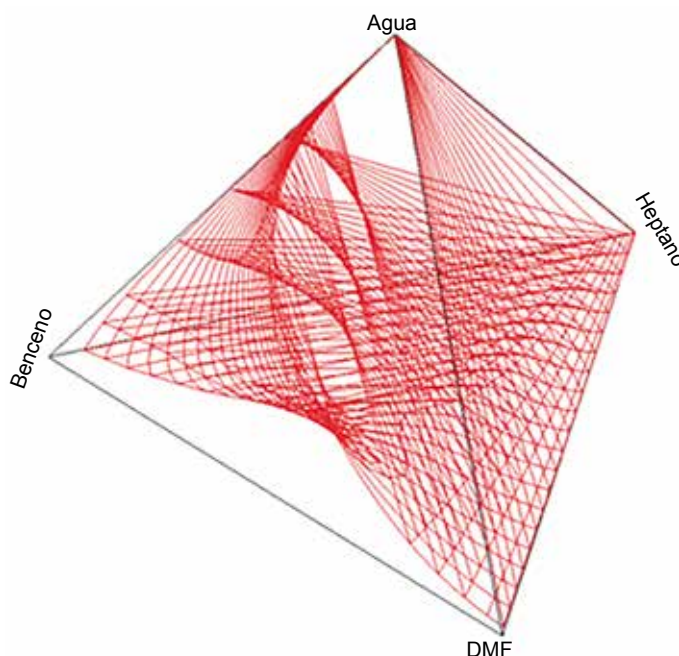
$$R_j = E_{j+1} - E_1 + \sum_1^j F_j \quad (1)$$

Luego de suponer los flujos, se prosigue con las composiciones de refinado y extracto. Para esto se requiere un conocimiento cualitativo del equilibrio de fases (ver figura 2). Según Treybal (1951), este equilibrio tiene una superficie de miscibilidad de tipo II (construida a través del método expuesto por Sánchez, Estupiñán y Salazar [2010]), que muestra pares parciales entre benceno y heptano y entre DMF y heptano. Aquí se puede apreciar que la región de miscibilidad parcial es más del 90 % de la superficie, por lo que se infiere que la toma de estimados iniciales puede adaptarse a la suposición de extracción perfecta.

En la figura 2 se puede conocer si en las fases mencionadas la fracción del compuesto  $i$  aumenta o disminuye a lo largo de la cascada. Como se observa en la tabla 2, las composiciones supuestas no necesariamente deben sumar la unidad. Al final del ciclo iterativo se corrige esta situación. Es claro que en el extracto la separación perfecta no hay heptano en esa fase, y en el refinado no hay DMF ni agua; además, las restricciones de composición por etapa en cada fase tampoco se cumplen, por lo que se confirma que la relación no es lineal.

En la construcción de las matrices tridiagonales se calcularon los coeficientes de distribución con los balances de materia para cada etapa, los equilibrios de fase por cada componente  $i$  hasta  $c$ , y etapa  $j$ , lo que se muestra en la ecuación 2:

$$K_{i,j} = \frac{x_{i,j}^E}{x_{i,j}^R} = \frac{\gamma_{i,j}^R(x_{i,j}^R, \dots, x_{c,j}^R, T)}{\gamma_{i,j}^E(x_{i,j}^E, \dots, x_{c,j}^E, T)} \quad (2)$$



**Figura 2.** Equilibrio líquido-líquido (ELL) para el sistema heptano-benceno-DMF-agua.

**Tabla 2.** Perfil de composiciones supuesto para iniciar el proceso iterativo

Etapa	Extracto				Refinado			
	Heptano	Benceno	DMF	Agua	Heptano	Benceno	DMF	Agua
1	0	0.1000	0.7000	0.2000	0.7500	0.2500	0	0
2	0	0.0819	0.7141	0.2043	0.8061	0.0422	0	0
3	0	0.0642	0.7282	0.2078	0.8659	0.0071	0	0
4	0	0.0509	0.7425	0.2116	0.9312	0.0014	0	0
5	0	0.0407	0.7583	0.2163	1	0	0	0

Para este caso, los coeficientes de actividad fueron modelados por NRTL (Kontogeorgis y Folas, 2010; Poling, Prauznits y O'Connell, 2011; Walas, 1985), y para la iteración 1, fueron calculados con las fracciones supuestas y el perfil lineal de composiciones a lo largo de la cascada.

Los balances de materia resultan de la siguiente manera cuando se combinan con la ecuación 2:

$$R_{j-1}x_{i,j-1}^R - (R_j + E_j K_{i,j})x_{i,j}^R + E_{j+1} K_{i,j+1} x_{i,j+1}^R = -F_j Z_{i,j} \quad (3)$$

En la ecuación 4, el término  $A$  se refiere a la cantidad del compuesto  $i$  que entra a la etapa  $j$ , que proviene del anterior en fase refinado; el término  $B$ , a las corrientes de extracto y refinado que salen de la etapa  $j$ , y el término  $C$ , a la cantidad compuesto  $i$  que entra a la etapa desde la siguiente. Para la primera etapa, el primer término es cero, ya que no hay entrada evidente de una corriente de refinado. Por otro lado, en la etapa cinco, el último término es cero, ya que no hay entrada de extracto desde una etapa posterior.

Luego de construidas las matrices tridiagonales, se ejecuta el algoritmo de Thomas (Burden, 2010); con este algoritmo se hallan los términos  $x_{i,j-1}^R$ ,  $x_{i,j}^R$  y  $x_{i,j+1}^R$  que dan solución al sistema. Es claro que se debe ejecutar un algoritmo por cada componente para hallar los perfiles corregidos. De un compuesto  $i$  resulta esta matriz:

$$\begin{bmatrix} x_{i,1}^R \\ x_{i,2}^R \\ x_{i,3}^R \\ x_{i,4}^R \\ x_{i,5}^R \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} B_{i,1} & C_{i,1} & 0 & 0 & 0 \\ A_{i,2} & B_{i,2} & C_{i,2} & 0 & 0 \\ 0 & A_{i,3} & B_{i,3} & C_{i,3} & 0 \\ 0 & 0 & A_{i,4} & B_{i,4} & C_{i,4} \\ 0 & 0 & 0 & A_{i,5} & B_{i,5} \end{bmatrix}^{-1} * \begin{bmatrix} -F_1 Z_{i,1} \\ -F_2 Z_{i,2} \\ -F_3 Z_{i,3} \\ -F_4 Z_{i,4} \\ -F_5 Z_{i,5} \end{bmatrix} \quad (4)$$

La tabla 3 muestra la primera iteración para el heptano, benceno, dimetilformamida y agua, así como las restricciones de composición en cada fase. Hay que tener en cuenta que los coeficientes de partición calculados para hallar las fracciones en el extracto se aproximan tomando las composiciones de refinado calculadas y las de extracto anteriores; según el método, luego de conocidas estas últimas, se calculan los coeficientes corregidos y se recalculan las fracciones en el extracto. Es claro que como estos son los resultados de una primera solución y es un sistema de alta no idealidad son necesarias más iteraciones, ya que no se cumplen las restricciones de composición.

Según el criterio de convergencia del método, para la siguiente iteración del bucle interno (es decir, el que itera las fracciones en el refinado y extracto) se deben replantear las matrices tridiagonales con los flujos de extracto y refinado no corregidos (ver la tabla 3).

**Tabla 3.** Primera iteración de la cascada de extracción

Etapa	Extracto				Refinado				RC, E	RC, R
	Heptano	Benceno	DMF	Agua	Heptano	Benceno	DMF	Agua		
1	0.0269	0.0864	0.6620	0.2250	0.7630	0.1610	0.0752	0.0008	1.000	1.000
2	0.0226	0.0520	0.6970	0.2280	0.8340	0.1010	0.0646	0.0006	1.000	1.000
3	0.0204	0.0305	0.7140	0.2350	0.8840	0.0608	0.0549	0.0004	1.000	1.000
4	0.0194	0.0161	0.7250	0.2400	0.9190	0.0325	0.0480	0.0004	1.000	1.000
5	0.0179	0.0063	0.7320	0.2430	0.9420	0.0131	0.0446	0.0003	1.000	1.000

$$\left(x_{i,j}^R\right)_{Normalizado} = \frac{\left(x_{i,j}^R\right)_{Anterior}}{\sum_{i=1}^C \left(x_{i,j}^R\right)_{Anterior}} \quad (5)$$

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El resultado para las composiciones para el cual converge el proceso de iteración se muestra en la tabla 4, en la que se advierte que cada valor se desvía en menos del 5 % respecto a los obtenidos por Seader y Henley (2011).

**Tabla 4.** Perfil de composiciones extracto

Etapa	Extracto (este trabajo)				Extracto (Seader y Henley, 2011)				RC, E	RC, R
	Heptano	Benceno	DMF	Agua	Heptano	Benceno	DMF	Agua		
1	0.0269	0.0864	0.6620	0.2250	0.0263	0.0866	0.6626	0.2245	1.000	1.000
2	0.0226	0.0520	0.6970	0.2280	0.0238	0.0545	0.6952	0.2265	1.000	1.000
3	0.0204	0.0305	0.7140	0.2350	0.0213	0.0309	0.7131	0.2347	1.000	1.000
4	0.0194	0.0161	0.7250	0.2400	0.0198	0.0157	0.7246	0.2399	1.000	1.000
5	0.0179	0.0063	0.7320	0.2430	0.0190	0.0062	0.7316	0.2432	1.000	1.000

Una vez obtenidas las composiciones corregidas, se actualizan los flujos de extracto y refinado (ver tabla 5); este procedimiento, conocido como bucle externo, toma 70 iteraciones (incluidas las de los bucles internos y el externo) y 1.317 segundos, incluido el tiempo de iteración y de llamado de la función de NRTL. Con base en lo anterior, los flujos de extracto finalmente obtenidos son comparados con los reportados por Seader y Henley (2011) para el caso de estudio reportado.

La figura 3 muestra el algoritmo empleado para la resolución de la cascada. Es claro que hay dos bucles internos y otro externo, los dos primeros convergen las fracciones en el refinado, y el segundo, en las del extracto y los flujos. Los cálculos fueron realizados en Matlab R2012b® con una CPU Intel Core i5-3317U a 1.7 GHz de cuarta generación y una memoria RAM de 6GB. Cuando se termina un ciclo *while*, necesario en las iteraciones, hay que redefinir los errores como variables base para las mismas, ya que permanecen como variables basura en las consecutivas iteraciones. Para la figura 3 hay que tener en cuenta la notación mostrada en la tabla 6.

**Tabla 5.** Perfil de flujos de extracto y refinado a lo largo de la cascada de extracción

Etapa j	$E_j$ (lbmol/h) -Este trabajo	$E_j$ (lbmol/h) -Seader & Henley 2011	% Error
1	1112.5	1113.1	0.05 %
2	1097.3	1104.7	0.67 %
3	1064.0	1065.6	0.15 %
4	1042.3	1042.1	0.02 %
5	1026.8	1028.2	0.14 %

Los errores y los flujos de extracto corregidos se calculan como:

$$Error1 = \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^c \left| (x_{i,j}^R)_{Nuevo} - (x_{i,j}^R)_{Anterior} \right| \quad (6)$$

$$Error\_1 = \sum_{j=1}^N \left| \sum_{i=1}^c (x_{i,j}^R)_{Nuevo} - 1 \right| \quad (7)$$

$$Error2 = \sum_{j=1}^N \left[ \frac{(E_j)_{Nuevo} - (E_j)_{Anterior}}{(E_j)_{Nuevo}} \right]^2 \quad (8)$$

$$(E_j)_{Nuevo} = (E_j)_{Anterior} * \sum_{i=1}^c x_{i,j}^E \quad (9)$$

**Tabla 6.** Simbología para la figura 2

Variable	Descripción
r	Contador de iteraciones.
Error1	Discrepancia entre las fracciones de la iteración r y la r+1.
Error_1	Discrepancia entre la restricción de composición y 1.
Error2	Diferencia entre los flujos de extracto de la iteración r y la r+1.
Tol	Tolerancia en el proceso de convergencia.

Los perfiles de composición por etapa, mostrados en las figuras 4, 5 y 6, evidencian un porcentaje de recuperación de benceno del 96.4 %, lo que hace que la operación de extracción sea viable en términos de la transferencia de masa. Para el perfil de composiciones en el extracto, se evidencia que la composición de benceno disminuye conforme aumenta el número de la etapa, esto es básicamente porque lo que se busca es que en la primera etapa se obtenga la mayor cantidad del soluto, y en la última, la menor cantidad posible.

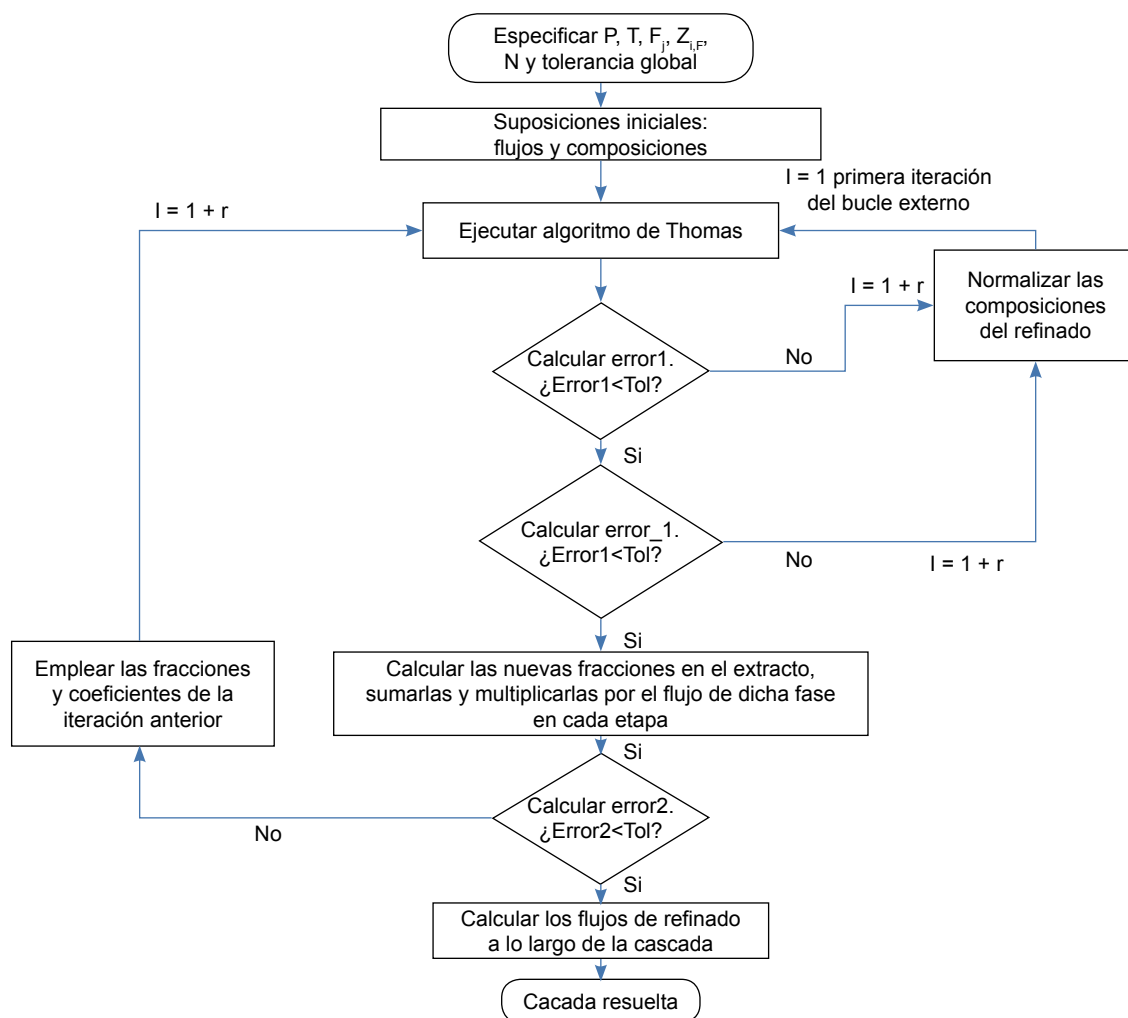
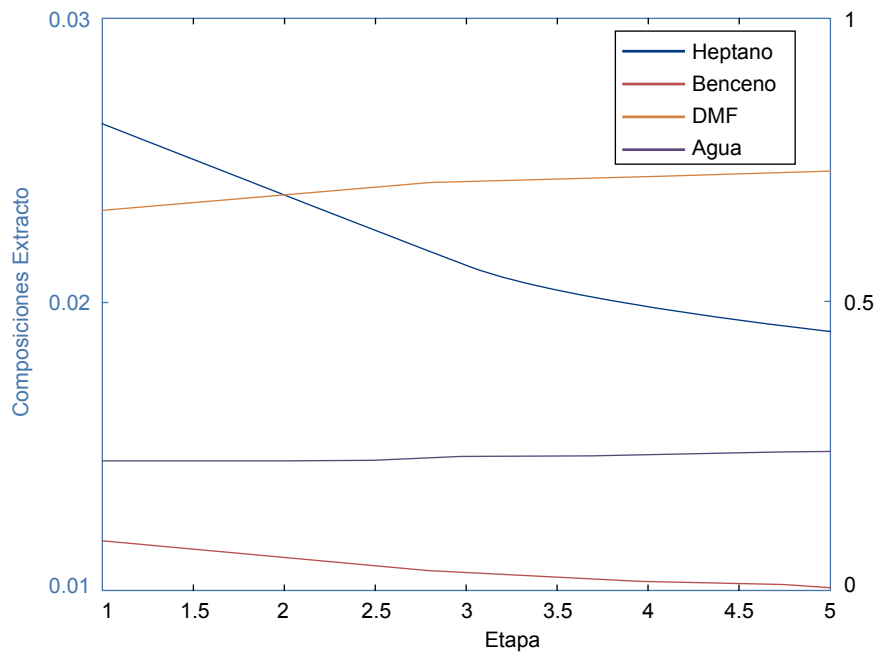


Figura 3. Algoritmo para la solución de cascadas de extracción por el método ISR.

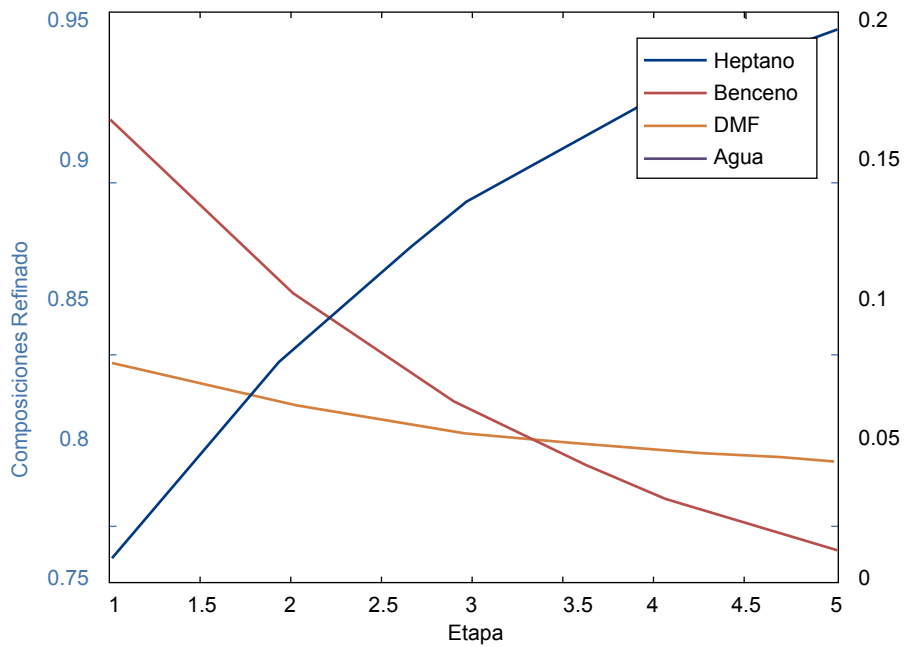
## CONCLUSIONES

Los resultados muestran que el algoritmo implementado en Matlab® es robusto, confiable y de fácil implementación para la simulación de cascadas de extracción multietapa y multicomponente en equilibrio; sin embargo, puede ser aplicada únicamente a columnas totalmente isotérmicas, isobáricas y bajo la suposición del arribo a la condición de equilibrio en cada etapa de contacto. Los resultados permiten obtener estimados iniciales que pueden ser utilizados para el caso de columnas complejas, como las reportadas en Sánchez et ál. (2009). La convergencia del método es rápida y muestra resultados confiables a la hora de tener un primer acercamiento al diseño conceptual de una columna de extracción líquido-líquido bajo la suposición de la condición de equilibrio.





**Figura 4.** Perfil de composiciones en el extracto.



**Figura 5.** Perfil de composiciones en el refinado.

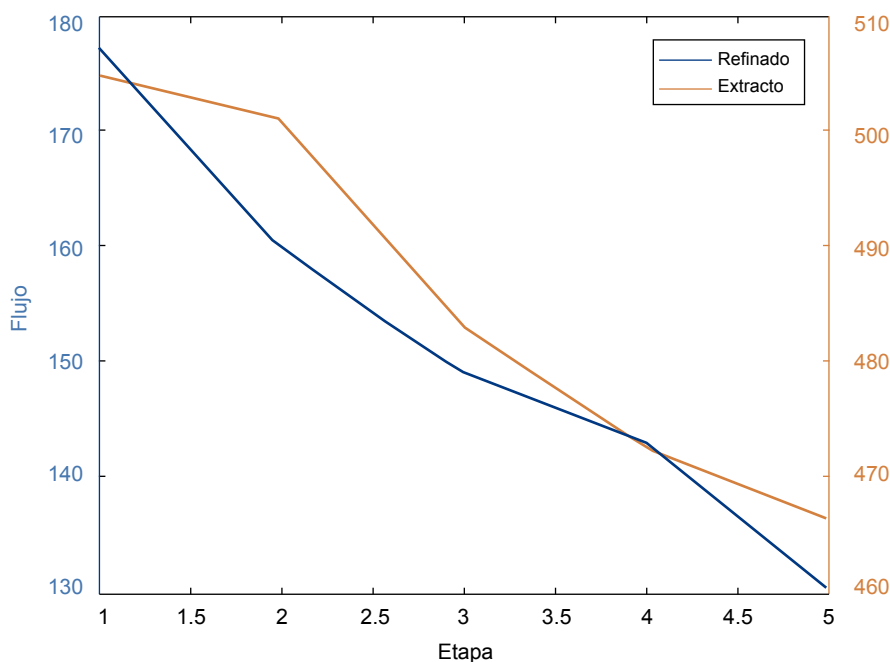


Figura 6. Perfil de flujos de extracto y refinado por etapa.

Por otro lado, se logró identificar a Matlab® como un software altamente versátil y con un lenguaje poco complejo en términos de sintaxis (respecto a otros como FORTRAN o C++) a la hora de generar códigos para resolver columnas de extracción por este método riguroso. Se infirió que este software sirve para programar cualquier método disponible en la literatura, como sistemas regidos por el ELL (isotérmicos y no isotérmicos) y el EVL u otro tipo de problemas como diseño de reactores y procesos en ingeniería química.

## REFERENCIAS

- Burden, R., y Faires, J. (2010). *Numerical Analysis* (9ª edición). EE. UU.: Brooks/Cole Cengage Learning.
- Cho, K., Yeo, Y., y Kim, M. (1999). Application of partitioning and tearing techniques to sulfolane extraction plant. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 16(4), 462-469.
- Debjit, S., y Khanna, A. (2006). Rate-based and non-isothermal aromatic extraction column model. *Proc. PETCON*, 1-2.
- Domínguez, I., González, E.J., González, R., y Domínguez, Á. (2011). Extraction of benzene from aliphatic compounds using commercial ionic liquids as solvents: Study of the liquid-liquid equilibrium at  $T = 298.15\text{K}$ . *Journal of Chemical & Engineering Data*, 56(8), 3376-3383.
- Fonyo, Z., Nishimura, H., y Yamashita, Y. (1983). New simultaneous modular method for calculating multistage multicomponent separation processes. *AIChE journal*, 29(4), 538-544.
- Fontalvo, J., y Gómez, M. (2008). *Análisis y diseño de operaciones de separación con aplicaciones en Matlab®* (1ª edición). Bogotá D. C., Colombia: Universidad Nacional de Colombia.

- Jelinek, J., y Hlavacek, V. (1976). Calculation of Multistage Multicomponent Liquid-Liquid Extraction by Relaxation Method. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, 15(4), 481-484.
- Kontogeorgis, G., y Folas, G. (2010). *Thermodynamic Models for Industrial applications: from classical and advanced mixing rules to association theories* (1ª edición). Reino Unido: John Wiley & Sons Ltd.
- Laddha, G. S., y Degaleesan, T. (1978). *Transport phenomena in liquid extraction*. EE. UU.: McGraw-Hill Companies.
- Naphtali, L., y Sandholm, D. (1971). Multicomponent separation calculations by linearization. *AIChE Journal*, 17(1), 148-153.
- Poling, B., Prausnitz, J., y O'Connell, J. (2011). *The properties of gases and liquids* (5ª edición). EE. UU.: McGraw-Hill.
- Seader, J., y Henley, E. (2011). *Separation process principles*. EE. UU.: John Wiley & Sons.
- Saien, J., y Daliri, S. (2014). Improving performance of liquid-liquid extraction with temperature for mass transfer resistance in both phases. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 45(3), 808-814.
- Sánchez, C., Arturo, J, y Cárdenas, A. (2009). Algoritmo etapa a etapa para la simulación de cascadas de extracción en fase líquida aplicando el modelo de equilibrio. *Revista EIA*, 12(1), 39-58.
- Sánchez, C., Cárdenas, A., y Arturo, J. (2010). Algoritmo etapa a etapa para la simulación de cascadas de extracción en fase líquida. *Revista de Investigación*, 3(1), 7-19.
- Sánchez, C., Estupiñan, L., y Salazar, M. (2010). Herramientas para la caracterización termodinámica de sistemas ternarios en destilación. *Revista EIA*, 13(1), 77-91.
- Treybal, R. (1951). *Liquid extraction* (1ª edición). EE. UU.: McGraw-Hill, Book Company.
- Tsuboka, T. y Katayama, T. (1976) General design algorithm based on pseudo-equilibrium concept for multistage multicomponent liquid-liquid separations processes. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 9(1): 40-45.
- Walas, S. (1985). *Phase Equilibria in Chemical Engineering* (1ª edición). EE. UU.: Butterworth Publishers.
- Weinstein, O., Semiat, R., y Lewin, D. (1998). Modeling, simulation and control of liquid-liquid extraction columns. *Chemical Engineering Science*, 53(2), 325-339.
- Yadav, R. L., y Patwardhan, A. W. (2009). CFD modeling of sieve and pulsed-sieve plate extraction columns. *Chemical Engineering Research and Design*, 87(1), 25-35.

