

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades

Departamento de Ingeniería Química



ADAPTACIÓN DE UN FERMENTADOR
DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
PARA USARLO COMO REACTOR QUÍMICO

LUIS HUMBERTO ANDRADE ORTIZ



Guatemala

1999

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades

Departamento de Ingeniería Química

ADAPTACIÓN DE UN FERMENTADOR
DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
PARA USARLO COMO REACTOR QUÍMICO

LUIS HUMBERTO ANDRADE ORTIZ

Guatemala

1999

ADAPTACIÓN DE UN FERMENTADOR
DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
PARA USARLO COMO REACTOR QUÍMICO

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades

Departamento de Ingeniería Química

ADAPTACIÓN DE UN FERMENTADOR
DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
PARA USARLO COMO REACTOR QUÍMICO

LUIS HUMBERTO ANDRADE ORTIZ

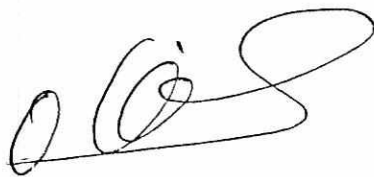
Trabajo de graduación presentado para optar
al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química

Guatemala

1999

Vo. Bo. :

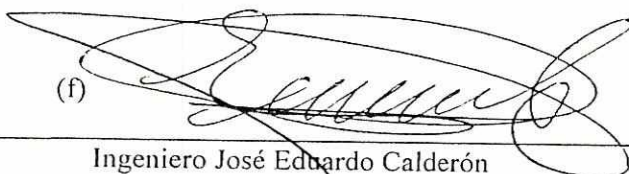
(f)



Ingeniero Oscar Gil
Asesor

Tribunal:

(f)



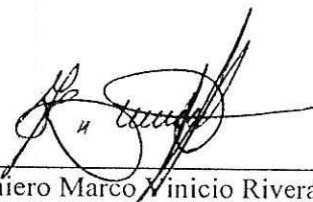
Ingeniero José Eduardo Calderón

(f)



Ingeniero Oscar Gil

(f)



Ingeniero Marco Vinicio Rivera

Fecha de aprobación: 20 de abril de 1999

A mis padres y
a mi familia

RESUMEN

Este trabajo consistió en adaptar un fermentador de laboratorio de operaciones unitarias para usarlo como reactor químico. Se instalaron accesorios para que las líneas de vapor y de aire alimentaran al reactor, así como para que éste funcionara.

Después de realizar las pruebas de estabilidad del equipo, de calibrar los instrumentos y de probar la válvula de seguridad, se llevó a cabo la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno.

Se hicieron corridas a dos temperaturas distintas para demostrar que la velocidad de la reacción es directamente proporcional a la temperatura en el rango definido. Como parte adicional, se calculó la energía de activación y se hizo el análisis estadístico de los datos obtenidos.

CONTENIDO

Páginas

	RESUMEN	
I.	INTRODUCCIÓN	1
II.	ANTECEDENTES	2
III.	JUSTIFICACIÓN	11
IV.	OBJETIVOS	12
V.	PROBLEMA A RESOLVER	13
VI.	METODOLOGÍA	14
VII.	RESULTADOS	17
VIII.	DISCUSIÓN	20
IX.	CONCLUSIONES	24
X.	RECOMENDACIONES	25
XI.	BIBLIOGRAFÍA	26
XII.	ANEXOS	28
XIII.	PROGRAMACIÓN	28
XIV.	MATERIALES	29
XV.	REACTIVOS	30
XVI.	DATOS SECUNDARIOS	31
XVII.	RESULTADOS SECUNDARIOS	33
XVIII.	LINEAMIENTOS PARA LA GUÍA DEL EXPERIMENTO	39
XIX.	LINEAMIENTOS PARA EL FUNCIONAMIENTO Y MANTENIMIENTO DEL EQUIPO	41

LISTA DE TABLAS Y GRÁFICAS

Tabla		Páginas
1	Constante de velocidad específica y energía de activación	17
2	Intervalo y coeficiente de confianza a 25°C	17
3	Intervalo y coeficiente de confianza a 35°C	17
4	Diagrama de actividades	28
5	Resultados hidrólisis a 25°C (corrida #1)	33
6	Resultados hidrólisis a 25°C (corrida #2)	33
7	Resultados hidrólisis a 35°C (corrida #1)	34
8	Resultados hidrólisis a 35°C (corrida #2)	34

Figura		Páginas
1	Fermentador antes de la adaptación	18
2	Fermentador después de la adaptación	19

Gráfica		Páginas
1	Concentración vs. tiempo a 25°C (corrida #1)	35
2	Concentración vs. tiempo a 25°C (corrida #2)	36
3	Concentración vs. tiempo a 35°C (corrida #1)	37
4	Concentración vs. tiempo a 35°C (corrida #2)	38

I. INTRODUCCIÓN

Los propósitos de este trabajo fueron: adaptar un fermentador de laboratorio de operaciones unitarias para usarlo como reactor de tanque agitado, estudiar el efecto de la temperatura en la velocidad de la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno y calcular la energía de activación a partir de la base de datos que resultó entre la constante de velocidad específica vs. la temperatura.

La adaptación del fermentador incluyó la instalación de la tubería de purga de vapor condensado y la tubería de alimentación de aire comprimido. Debido a que el fermentador no posee agitación mecánica, se utilizará aire siempre que la presencia de oxígeno no afecte la reacción. Además se instalaron reguladores de presión para vapor y para aire comprimido con sus respectivos manómetros tipo Bourdon, válvula de seguridad en la chaqueta del reactor, y trampa de vapor para poder operar la unidad en condiciones seguras.

El estudio de la hidrólisis del acetato de etilo se hizo después de haber calibrado los flujos de aire, vapor, y agua en el reactor. Para esto se llevó a cabo la reacción según la metodología, y se realizó un análisis químico de las muestras, y un análisis estadístico con los datos obtenidos.

II. ANTECEDENTES

Velocidad de reacción

Experimentalmente, se ha encontrado que la velocidad de reacción depende de la concentración de ciertos reactivos (y de la concentración del catalizador, cuando existe) (4).

La ley de velocidad relaciona la velocidad de reacción con la concentración de los reactivos (y catalizador) elevada a varias potencias. Si se considera la reacción de las sustancias A y B para dar D y E, de acuerdo a la ecuación balanceada



La ley de velocidad se podría escribir de la forma

$$\text{Velocidad} = k[A]^q[B]^r[C]^s$$

Donde k , llamada constante de velocidad, es una constante de proporcionalidad que relaciona la velocidad con las concentraciones. Tiene un valor fijo a determinada temperatura, pero varía con la temperatura. Los exponentes q , r , y s son frecuentemente, pero no siempre, números enteros. Se deben determinar experimentalmente, y no pueden obtenerse simplemente de analizar la ecuación balanceada (4).

Al conocer la ley de velocidad para una reacción y haber encontrado el valor de la constante de velocidad, se puede calcular la velocidad de la reacción para cualquier concentración de los reactivos (4).

Orden de la reacción

Se puede clasificar una reacción por su orden. El orden de reacción con respecto a cada reactivo es el exponente de la concentración de dicho reactivo en la ley de velocidad que fueron determinados experimentalmente (4).

El orden global de la reacción es la suma de los exponentes en la ley de velocidad (4).

Determinación de la ley de velocidad

La determinación experimental de la ley de velocidad para una reacción requiere que se sepa el orden de la reacción con respecto a cada una de las especies y/o catalizador (4).

Cambio de la concentración con el tiempo

La ley de velocidad nos indica cómo la velocidad de la reacción depende de las concentraciones de las especies en un momento dado. Sin embargo, a menudo nos gustaría tener una relación matemática que nos muestre cómo la concentración de las especies cambia en un período de tiempo. Tal ecuación sería directamente comparable a datos experimentales, los cuales se obtienen en forma de concentraciones a varios tiempos. Además de resumir los datos experimentales, dicha ecuación predeciría concentraciones a cualquier tiempo. Esto nos permite responder preguntas tales como: ¿Cuánto tiempo le toma a la reacción alcanzar el 50% de su completitud? (4).

La ley de velocidad puede ser transformada a una relación matemática entre concentración y tiempo haciendo uso del cálculo (4).

Cinética química

La ingeniería de las reacciones químicas es la rama de la ingeniería que estudia las reacciones químicas a escala industrial. Su objetivo es el diseño y funcionamiento adecuado de los reactores químicos, y probablemente la ingeniería de las reacciones químicas es la actividad que, por sí sola, hace que la ingeniería química constituya una rama de la ingeniería (4).

Los procesos químico-industriales se han de proyectar para obtener económicamente un determinado producto, a partir de diferentes materias primas, que se someten a etapas de tratamiento. Las materias primas se someten primero a una serie de etapas de tratamiento físico para ponerlas en la forma en que puedan reaccionar químicamente, y a continuación pasan al reactor. Los productos de reacción han de someterse después a nuevos tratamientos físicos (separaciones, purificaciones, etc.) para obtener el producto deseado (4).

Como todas las reacciones químicas se llevan a cabo en reactores químicos, uno de los factores más importantes para determinar la economía global del proceso es el diseño del reactor. Por lo que los reactores deben diseñarse para cumplir con los requerimientos específicos del sistema de reacción (5).

Al inicio del diseño, es importante tener disponible la siguiente información: tipo de reacción (simple o compleja); la necesidad de un catalizador; fases involucradas; el control de la temperatura o presión; y la capacidad de producción. Además, los datos básicos que se requieren incluye la expresión de la velocidad de reacción y su variación de acuerdo a la temperatura, presión, etc.; las características de la transferencia de masa y de calor; las propiedades físicas y químicas de todos los componentes de la reacción; y las características de corrosión-erosión y cualquier riesgo asociado con el sistema de reacción. Cuando se posee esta información y datos, se puede proceder a la selección preliminar y diseño del reactor (5).

Los reactores químicos empleados en varios procesos industriales son tan variados que no siempre es posible hallar una relación específica entre el diseño del reactor y el tipo de reacción o de operación. Frecuentemente se utilizan equipos con diferente diseño para la misma reacción (5).

En general, los reactores químicos han sido clasificados en dos grandes áreas, una de acuerdo al tipo de operación y la otra de acuerdo a las características de diseño. La primera clasificación se utiliza principalmente para reacciones homogéneas y a la vez se divide en reactores por lote, continuo, o semicontinuo. Los reactores químicos también han sido clasificados de acuerdo a las características de diseño: reactor de tanque, reactor tubular, reactor en torre, reactor de lecho fluidizado, reactor de fase dispersa (5).

Reactor por lotes. En este tipo, todos los reactivos se alimentan al inicio y siguen un curso predeterminado de reacción durante el cual ni se introduce ni se extrae material en el reactor. Usualmente tiene forma de tanque con o sin agitación y se utiliza principalmente en producciones a pequeña escala (5).

Reactor continuo. En este tipo, los reactivos se introducen y los productos se extraen simultáneamente en forma continua. La forma puede ser de un tanque, tubular, o una torre y posee amplias aplicaciones en plantas de gran escala, lo cual reduce costos de operación y facilita el control de la calidad del producto (5).

Reactor semicontinuo. En esta categoría se clasifican todos aquellos que no son por lotes o continuos. En un tipo, parte de los reactivos se alimentan al inicio, y el resto a medida que la reacción ocurre. En otro tipo, todos los reactivos se alimentan al inicio, pero uno o más productos se extraen continuamente (5).

Reactor de tanque. Probablemente es el tipo de reactor que más se utiliza en la industria química. En la mayoría de los casos está equipado con algún medio de agitación (burbujeo) así como dispositivos para la transferencia de calor (chaqueta). Este tipo puede utilizarse tanto para operación por lotes como para operación continua, en amplios rangos de presión y de temperatura. A excepción de líquidos muy viscosos, es posible alcanzar una aproximación muy cerca al mezclado perfecto en un reactor de tanque agitado (5).

La velocidad de una reacción química es importante para determinar la eficiencia de muchas reacciones industriales. En reacciones orgánicas particularmente, donde existe una posibilidad de que ocurran varias reacciones simultáneamente, las consideraciones en la cinética no serán menos importantes que las relaciones de equilibrio (2).

Excepto en el caso de reacciones muy rápidas, la velocidad de una reacción química es tan importante como la termodinámica de la reacción. Si existe una disminución de la energía libre durante una reacción, a temperatura (T) y presión (P) constante, ésta ocurrirá espontáneamente pero será útil solamente si se lleva a cabo en un período de tiempo razonablemente corto. Además, si varias reacciones diferentes son termodinámicamente posibles, la que sea la más rápida

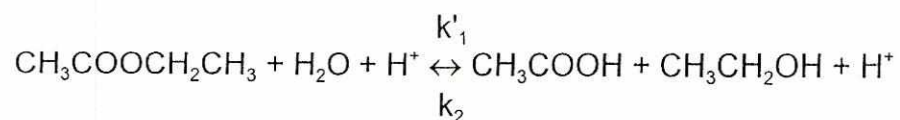
será la que utilice los reactivos de primero y como resultado se formará más producto de esa reacción (2).

La aplicación de los principios de termodinámica y de la cinética química hace posible la predicción y el control de las reacciones químicas, pero la reacción global se vuelve complicada cuando muchas reacciones diferentes ocurren simultáneamente (2).

En el estudio de la cinética química es importante determinar la expresión de velocidad que relacionará la concentración de uno o más de los reactivos o productos en función del tiempo y obtener el valor numérico de la constante de velocidad específica (2).

Aunque existen reacciones químicas que se acomodan muy bien a estas fórmulas, se debe considerar que una gran cantidad de reacciones ocurren con muchas reacciones reversibles competitivas en las que no es posible un simple análisis matemático. El desarrollo de programas de computación está haciendo posible el análisis matemático de muchas de esas reacciones complicadas (2).

La hidrólisis del acetato de etilo presenta varios aspectos importantes. La reacción, que es muy lenta en agua pura, puede ser catalizada con ion hidrógeno:



La reacción es reversible, por lo que la velocidad neta de hidrólisis en cualquier instante es la diferencia entre la velocidad de reacción hacia adelante y la velocidad de reacción hacia atrás:

$$-\frac{dc}{dt}\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3 = k'_1c_{\text{H}_2\text{O}}c_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3} - k_2c_{\text{CH}_3\text{COOH}}c_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}}$$

donde k'_1 es la constante de velocidad para la reacción hacia adelante y k_2 para la reacción hacia atrás. Para soluciones diluidas, el agua presente en la reacción se encuentra en exceso y su concentración no cambia tan considerablemente como la del acetato de etilo. Por ende:

$$-\frac{dc}{dt}\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3 = k_1c_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3} - k_2c_{\text{CH}_3\text{COOH}}c_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}}$$

En las primeras etapas de la hidrólisis, las concentraciones de ácido acético y de etanol son lo suficientemente pequeñas y pueden obviarse de la expresión, por lo que la reacción parece ser de primer orden:

$$-\frac{dc}{dt}\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3 = k_1c_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3}$$

Entonces el valor de k_1 puede determinarse a partir de cualquier método convencional para reacciones de primer orden (2).

La evaluación de k_1 a dos diferentes temperaturas permite el cálculo del calor de activación de Arrhenius ΔH_a para la reacción hacia adelante:

$$\frac{d \ln k_1}{dT} = \frac{\Delta H_a}{RT^2}$$

$$\log \frac{k_{T_2}}{k_{T_1}} = \frac{\Delta H_a}{2.303R} \frac{T_2 - T_1}{T_2 T_1}$$

Al obtener la forma integrada de la expresión anterior, se asume que ΔH_a es constante para pequeños intervalos de temperatura. El calor de activación se expresa generalmente en calorías por mol y se interpreta como la cantidad de energía que deben tener las moléculas para que puedan reaccionar (2).

III. JUSTIFICACIÓN

Actualmente no se aprovecha la unidad de fermentación del Laboratorio de Operaciones Unitarias y se usa con poca frecuencia. La adaptación del fermentador permitirá utilizarlo tanto en fermentaciones como en reacciones químicas de mayor velocidad.

Esto beneficiará a los estudiantes y a la universidad, ya que podrán incluirse prácticas de cinética de reacción en el programa del curso del laboratorio de operaciones unitarias, y porque la universidad contará con un equipo completamente instalado.

IV. OBJETIVOS

Generales

1. Adaptar la unidad de fermentación de laboratorio de operaciones unitarias en un reactor para el estudio de la cinética química.
2. Habilitar el equipo para que pueda utilizarse en el laboratorio de operaciones unitarias.
3. Estudiar el efecto de la temperatura en la velocidad de reacción para reacciones de primer orden.

Específicos

1. Agregar e instalar los dispositivos necesarios para que el equipo opere.
2. Calcular la constante de velocidad específica para la hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno.
3. Calcular la energía de activación de la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno.

V. PROBLEMA A RESOLVER

La unidad de fermentación del laboratorio de operaciones unitarias no está completamente instalada. Con la adaptación del fermentador para usarlo como reactor químico se terminarán de instalar los dispositivos necesarios para que el equipo opere, y así poder llevar a cabo prácticas para el estudio de la cinética química de reacciones a nivel de planta piloto.

VI. METODOLOGÍA

1. Adaptación de la unidad de fermentación en un reactor de tanque agitado.

Esta parte incluye la instalación de las tuberías de purga de vapor condensado y de alimentación de aire comprimido, de los reguladores de presión para vapor y para aire comprimido, de los medidores de presión de vapor y de aire comprimido, de la válvula para alimentar aire comprimido, de la válvula para tomar muestras del reactor, la trampa de vapor, y de la válvula de seguridad para la chaqueta del reactor.

2. Realización de corridas experimentales.

Esta parte incluye la calibración de los flujos de vapor, de aire comprimido, y de agua para mantener las condiciones de operación adecuadas en el reactor. Además incluye la calibración de la válvula de seguridad en la chaqueta del reactor para garantizar la seguridad de los usuarios y del equipo. Para calibrar la válvula de seguridad se ajusta la resistencia del resorte hasta alcanzar el límite de presión deseado.

3. Hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno.

La reacción se llevará a cabo a 25°C, y 35°C en el reactor. Las cantidades de reactivos se calcularán a partir del balance de materia de acuerdo a la capacidad del reactor.

Se utilizará una solución 0.1 N de ácido clorhídrico como medio ácido. Cuando alcance el equilibrio térmico se agregará acetato de etilo. Para el análisis se tomarán muestras de 50 mL de acuerdo a la frecuencia descrita en el siguiente párrafo. La muestra se trasladará a Erlenmeyers que contengan agua y hielo para disminuir la reacción.

Para la corrida de 25°C la primera muestra debe tomarse a los 10 minutos, las demás cada 15 minutos durante las siguientes 2 horas. Para la corrida de 35°C la primera muestra debe tomarse a los 5 minutos, las demás cada 10 minutos durante 1 hora. Estos intervalos se seleccionaron de acuerdo a lo sugerido en la literatura para hidrólisis de ésteres.

4. Análisis químico.

Las muestras deberán titularse con una solución 1.25 N de hidróxido de sodio libre de carbonatos.

Para calcular el número de moles de acetato de etilo presente al inicio de la reacción, se pesa la cantidad de acetato utilizado antes de la reacción. Se asume que el volumen total de la mezcla de reacción es la suma del volumen de la solución de 0.1 N de HCl y del volumen de acetato de etilo. Aunque la mezcla de reacción no es ideal, el volumen real es mayor al 99.5% de la suma algebraica, lo cual simplifica los cálculos de la práctica.

5. Diseño experimental.

El factor bajo estudio es calcular la constante de velocidad específica y la energía de activación para la hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno. Para ésto se realizarán 2 repeticiones de la práctica a diferente temperatura. Las titulaciones en cada repetición se harán en duplicado.

Se determinarán los intervalos y coeficiente de confianza en el experimento en base a medidas de tendencia central, medidas de variabilidad, y a la inferencia con muestras pequeñas respecto de la media de una población por medio de una prueba t.

6. Elaboración de guías y manuales.

Con base en todo lo realizado en este trabajo profesional, se elaborarán guías del experimento para que puedan repetirse en el curso de laboratorio de operaciones unitarias así como manuales para el funcionamiento y mantenimiento del equipo.

VII. RESULTADOS

T (°C)	T (K)	k CH ₃ CH ₂ COOCH ₃ (mL/min)	Ha (Kcal/mol)
25	298.1	-0.06	13.42
35	308.1	-0.12	13.42

Tabla 1. Resultados para la constante de velocidad específica y energía de activación para la hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno.

k cuando T = 298.1 K	
Hipótesis nula: $k = -0.06$ mL/min	
Hipótesis alternativa: $k > -0.06$ mL/min	
promedio	-0.06
desviación estándar	0.005
grados de libertad	15
a	0.05
estadístico de prueba (t 0.05)	1.47
región de rechazo	$t > 1.753$
límite inferior del intervalo de confianza	-0.061
límite superior del intervalo de confianza	-0.055

Tabla 2. Intervalo y coeficiente de confianza para la hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno a 25°C por medio de una prueba t.

k cuando T = 308.1 K	
Hipótesis nula: $k = -0.12$ mL/min	
Hipótesis alternativa: $k < -0.12$ mL/min	
promedio	-0.12
desviación estándar	0.011
grados de libertad	11
a	0.05
estadístico de prueba (t 0.05)	-0.30
región de rechazo	$t < 1.796$
límite inferior del intervalo de confianza	-0.128
límite superior del intervalo de confianza	-0.114

Tabla 3. Intervalo y coeficiente de confianza para la hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno a 35°C por medio de una prueba t.

ADAPTACIÓN DE UN FERMENTADOR
DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
PARA USARLO COMO REACTOR QUÍMICO

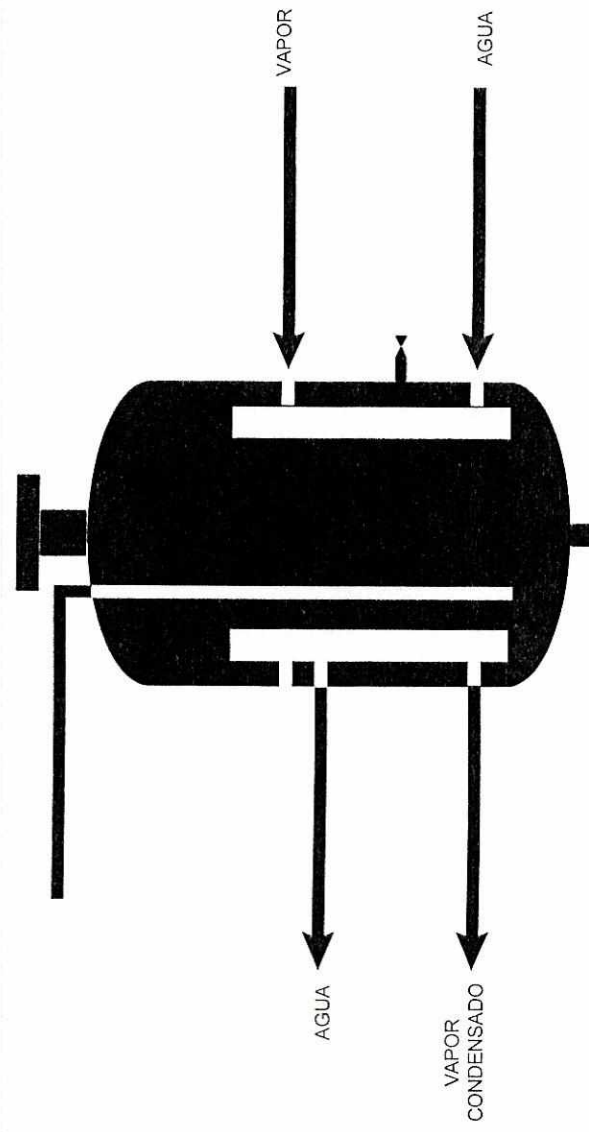


Figura 1. Fermentador antes de la adaptación.

ADAPTACIÓN DE UN FERMENTADOR
DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
PARA USARLO COMO REACTOR QUIMICO

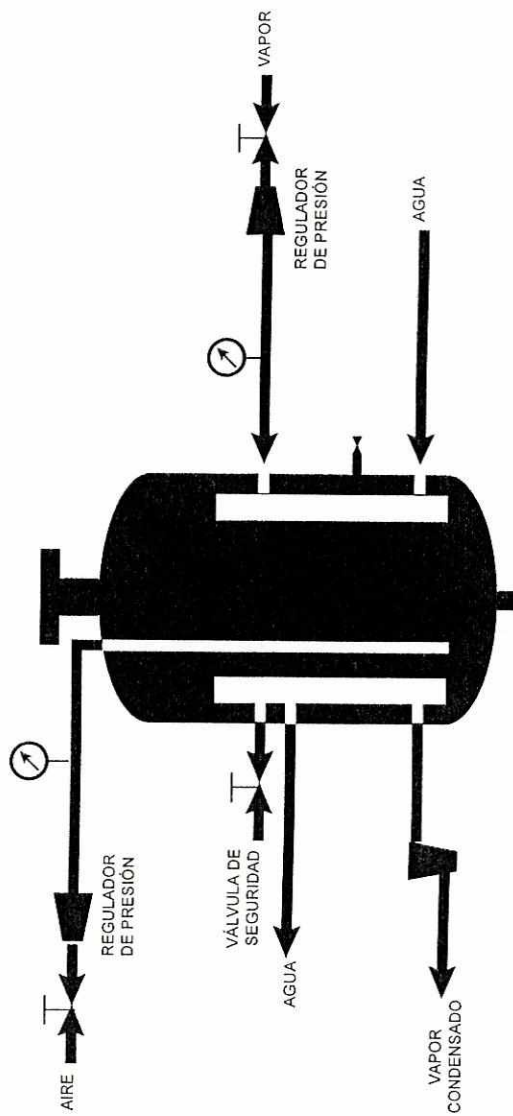


Figura 2. Fermentador después de la adaptación.

VIII. DISCUSIÓN

De la tabla #1 de resultados es evidente que un aumento en la temperatura influye en la velocidad de reacción de la hidrólisis del acetato de etilo. En general, un aumento de 10°C en la temperatura multiplica la velocidad de una reacción por un coeficiente de 2 a 4 en la recta numérica (8). Esto se debe a que un aumento de temperatura disminuye el factor de resistencia en la velocidad de una ecuación química. En este experimento, el aumento de temperatura en 10 °C duplicó la velocidad de la hidrólisis.

De la misma tabla, también se observa que la energía de activación es la misma para cualquiera de las dos temperaturas. Esto es porque la energía de activación necesaria para que la reacción se lleve a cabo es constante. Esto significa que el sistema debe recibir esa cantidad de energía por mol-gramo para que la reacción pueda ocurrir. Aunque la reacción es espontánea, un aumento en la temperatura también aumentará la energía de activación y la reacción se llevará a cabo más rápidamente.

En las gráficas 1 a la 4 (anexo) se observa el cambio de concentración del acetato de etilo a medida que transcurre la hidrólisis. Debido a que los datos de concentración y de tiempo pueden correlacionarse por medio de una función matemática, es posible determinar el orden de la reacción. Los datos obtenidos para la hidrólisis

se correlacionaron en una ecuación algebraica de primer grado. Esto indica que la reacción es de primer orden, y que el cambio de concentración del acetato de etilo respecto del tiempo es proporcional a su concentración. Dicho coeficiente de proporcionalidad es la constante de la velocidad de la reacción.

De la tabla #2 y #3 de los resultados, se puede observar que en ambas temperaturas a las cuales se llevó a cabo la reacción, la hipótesis nula respecto de la constante de la velocidad de reacción, resultó válida. Esto nos indica que los datos obtenidos durante el experimento tienen una confiabilidad del 95% respecto de la media de las constantes de velocidad obtenidas.

Los resultados de la adaptación del fermentador para usarlo como reactor químico pueden visualizarse al comparar las figuras 1 y 2. Al inicio sólo existían las líneas de alimentación de vapor y de agua, y la línea de descarga de agua. Al final el equipo contaba con válvulas, reguladores de presión, y manómetros para la alimentación de vapor y de aire; línea de alimentación de aire; válvula de seguridad en la chaqueta; trampa de vapor; y línea de purga de vapor condensado. Además se reemplazó la llave para tomar muestras debido al deterioro de la llave anterior.

Las líneas de alimentación de aire y de purga de vapor condensado se completaron con tubos de 2" de diámetro para mantener estándar el

diseño del equipo. También se instalaron uniones universales para poder desarmar las líneas fácilmente durante el mantenimiento al equipo.

Se instalaron válvulas de compuerta para las líneas de alimentación de vapor y de aire para minimizar el flujo a través de ellas cuando se cierran.

Se instalaron reguladores de presión para las líneas de alimentación de vapor y de aire de acuerdo a las especificaciones del equipo. Los reguladores de presión reducen la presión de vapor y de aire hasta 40 psig aproximadamente. Estos reguladores pueden operar en un rango de 0 a 40 psig, por lo que la alimentación de vapor o de aire puede ajustarse a cualquier valor que esté dentro del intervalo.

Y para completar las líneas de alimentación de vapor y de aire, se instalaron manómetros tipo Bourdon después de los reguladores de presión para poder tener lectura de las condiciones de operación durante la práctica. Debido a las condiciones del diseño del equipo, los manómetros poseen un rango de 0 a 5 psig, lo cual permite desarrollar la práctica.

Se instaló una válvula de seguridad en la chaqueta del reactor para garantizar la seguridad del operador, así como la integridad del equipo. Dicha válvula se calibró para que se abra automáticamente cuando se alcancen 20 psig en la chaqueta. Esta presión es adecuada para las

prácticas que se llevan a cabo en el laboratorio y está dentro de las especificaciones de la resistencia del material del reactor.

Finalmente se instaló una trampa de vapor para poder desechar el vapor que se condensa dentro de la chaqueta del reactor.

Debido a que muchas reacciones se deben realizar a temperatura constante, es importante ajustar los flujos de vapor, de aire, y de agua en el reactor durante el experimento. Para este experimento, los ajustes de flujo se hicieron manualmente. Esto se puede mejorar instalando un control de temperatura del evaporador que regule los flujos en el reactor automáticamente.

IX. CONCLUSIONES

1. La velocidad de reacción para la hidrólisis del acetato de etilo se duplica al aumentar la temperatura de operación de 25°C a 35°C.
2. La energía de activación para la hidrólisis del acetato de etilo es constante en el rango de 25°C a 35°C.
3. La hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno es una reacción de primer orden.
4. Si se repiten los experimentos con las mismas condiciones de operación, entonces la probabilidad de que las constantes de velocidad del acetato de etilo se hallen en los intervalos de confianza obtenidos es del 95%.
5. Las uniones universales facilitan el desmontaje del equipo para poder darle mantenimiento.

X. RECOMENDACIONES

1. Llevar a cabo reacciones de otro tipo que requieran de calor y de agitación por burbujeo.
2. Utilizar gas inerte cuando la presencia de oxígeno afecte la reacción.
3. Instalar un agitador mecánico para aumentar las aplicaciones y el uso del reactor.
4. Evaluar la instalación de un control de temperatura del evaporador para ajustar automáticamente los flujos de vapor, de aire, y de agua en el reactor.
5. Desarrollar prácticas de laboratorio para poder utilizar el reactor y el evaporador en serie.

XI. BIBLIOGRAFÍA

- (1) Crockford, H. et al. 1975. Laboratory Manual of Physical Chemistry. 2a. ed. John Wiley & Sons. USA. pp. 245-248
- (2) Daniels, F. et al. 1970. Experimental Physical Chemistry. 7a. ed. McGraw-Hill Book Company. USA. pp. 137-144
- (3) Shoemaker, D. et al. 1989. Experiments in Physical Chemistry. 5a. ed. McGraw-Hill Publishing Company. USA. pp. 95-104
- (4) Levenspiel, O. 1989. Ingeniería de las reacciones químicas. 2a. ed. Editorial Reverté. México. pp. 1-7
- (5) Perry, R. et al. 1984. Perry's Chemical Engineers' Handbook. 5a. ed. McGraw-Hill Book Company. Malasia. pp. 4.24-4.26
- (6) Mendenhall, W. 1987. Introducción a la Probabilidad y la Estadística. 5a. ed. Grupo Editorial Iberoamérica. México. pp. 294-295
- (7) McCabe, W. et al. 1985. Operaciones Básicas de Ingeniería Química. 4a. ed. McGraw-Hill. México. pp. 242-294

(8) Jhonstone, R. & M. Thring. 1957. *Pilot Plants, models and scale-up methods in Chemical Engineering.* McGraw-Hill Book Co. USA. pp. 66-73

XII. ANEXOS

XIII. PROGRAMACIÓN

ADAPTACIÓN DEL FERMENTADOR DEL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS PARA USARLO COMO REACTOR QUÍMICO									
#	Actividad	MES 1				MES 2			
		S 1	S 2	S 3	S 4	S 1	S 2	S 3	S 4
1	Adaptación de la unidad de fermentación en un reactor químico								
2	Realización de corridas experimentales								
3	Hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno								
4	Análisis químico								
5	Diseño experimental								
6	Elaboración de guías y manuales								

Tabla 4. Diagrama de actividades para la adaptación de un fermentador de laboratorio de operaciones unitarias para usarlo como reactor químico.

Duración del proyecto: 8 semanas = 2 meses

XIV. MATERIALES

- 3 Erlenmeyer de 250 mL c/u
- 2 Erlenmeyer de 125 mL c/u
- 1 Probeta de 250 mL
- 1 Beaker de 400 mL
- 1 Beaker de 4000 mL
- 1 Palangana de cobre
- 2 Buretas de 100 mL c/u
- 1 Pipeta de 5 mL
- 2 Pipeta de 25 mL c/u
- 3 Tapones para Erlenmeyer N°6
- 1 Base de metal
- 1 Mariposa
- 1 Termómetro de mercurio de 0°C a 100°C
- 1 Balanza de 2.6 Kg
- 1 Cangrejo de 250 MM
- 1 Llave de 9/16" - 1/2"
- 1 Espátula
- 1 Cronómetro
- 1 Bulbo para succión
- 1 Guante aislante de calor

XV. REACTIVOS

Fenolftaleína

Ácido Clorhídrico

Acetato de Etilo

Hidróxido de Sodio

XVI. DATOS SECUNDARIOS

Notación:

- T (K) : temperatura absoluta (grados Kelvin)
 t (min) : tiempo en que se tomó la muestra durante la reacción (minutos)
 Vt (mL) : volumen de NaOH (1.25 N) utilizado para titular la muestra (mililitros)
 Vs (mL) : volumen total de la mezcla de reacción (mililitros)
 Vx (mL) : volumen de NaOH (1.25 N) utilizado para titular alícuota de HCl (0.1 N) (mililitros)
 Vx 30000/Vs (mL) : volumen de NaOH (1.25 N) utilizado para titular solución de HCl (0.1 N) (mililitros)
 (1000 / N) (200p2 / M2) : volumen de NaOH (1.25 N) utilizado para titular ácido acético formado (50/Vs) (mL) (mililitros)
 Voo (mL) : volumen de NaOH (1.25 N) utilizado para titular la mezcla de reacción (mililitros)
 Voo - Vt (mL) : volumen de acetato de etilo remanente en la mezcla de reacción (mililitros)
 N (Voo - Vt) / 50 : concentración de acetato de etilo
 k CH₃CH₂COOCH₃ (mL/min) : constante de velocidad específica para la hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno (mililitros / minuto)
 Ha (Kcal/mol) : energía de activación de la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno (kilocalorías / mol)

	COMPUESTO	cantidad	un	F.W.	s.g.	N
	HCl (31%)	1	mol	36.46	1.268	
	HCl (36.5% - 38%)	1	mol	36.46	1.524	
	CH ₃ CH ₂ COOCH ₃	1	mol	88.11	0.901	
	NaOH	1	mol	40.00	2.130	
	CH ₃ COOH	1	mol	64.06	1.049	
	CH ₃ CH ₂ OH	1	mol	46.07	0.789	
reacción:	H ₂ O	1	mol			
	HCl (36.5% - 38%)	1	mol			0.10
	CH ₃ CH ₂ COOCH ₃	1	mol			
	CH ₃ COOH	1	mol			
	CH ₃ CH ₂ OH	1	mol			
titulación:	NaOH	1	mol			1.25
	CH ₃ COOH	1	mol			

modelo:	HCl (0.1 N)	30000	mL
reactivos:	HCl (36.5% - 38%)	75	mL
	CH ₃ CH ₂ COOCH ₃	200	mL
productos:	CH ₃ COOH	125	mL
	CH ₃ CH ₂ OH	119	mL

alícuota HCl (0.1 N):	50	mL
alícuota mezcla reacción:	50	mL

XVII. RESULTADOS SECUNDARIOS

T (K) = 298.1		CORRIDA #1									
t (min)	Vt (mL)	Vs (mL)	Vx (mL)	Vx 30000Vs (mL)	(1000 / N) (200p2 / M2) (50Vs) (mL)	Voo (mL)	Voo - Vt (mL)	N (Voo - Vt) / 50	k CH3CH2COOCH3 (mL/min)	Ha (Kcal/mol)	
0	0.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.85	0.17			
10	0.6	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.28	0.16	-0.06	13.42	
25	1.4	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	5.43	0.14	-0.06	13.42	
40	2.3	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	4.51	0.11	-0.06	13.42	
55	3.1	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	3.70	0.09	-0.05	13.42	
70	3.9	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	2.93	0.07	-0.05	13.42	
85	4.9	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	1.99	0.05	-0.06	13.42	
100	5.8	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	1.07	0.03	-0.06	13.42	
115	6.8	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	0.07	0.00	-0.07	13.42	

Tabla 5. Hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno a 25°C (corrida #1).

T (K) = 298.1		CORRIDA #2									
t	Vt	Vs	Vx	Vx 30000Vs (mL)	(1000 / N) (200p2 / M2) (50Vs) (mL)	Voo	Voo - Vt	N (Voo - Vt) / 50	k CH3CH2COOCH3 (mL/min)	Ha (Kcal/mol)	
0	0.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.85	0.17			
10	0.6	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.30	0.16	-0.06	13.42	
25	1.4	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	5.49	0.14	-0.05	13.42	
40	2.2	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	4.63	0.12	-0.06	13.42	
55	3.1	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	3.77	0.09	-0.06	13.42	
70	4.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	2.89	0.07	-0.06	13.42	
85	4.7	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	2.18	0.05	-0.05	13.42	
100	5.5	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	1.30	0.03	-0.06	13.42	
115	6.6	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	0.27	0.01	-0.07	13.42	

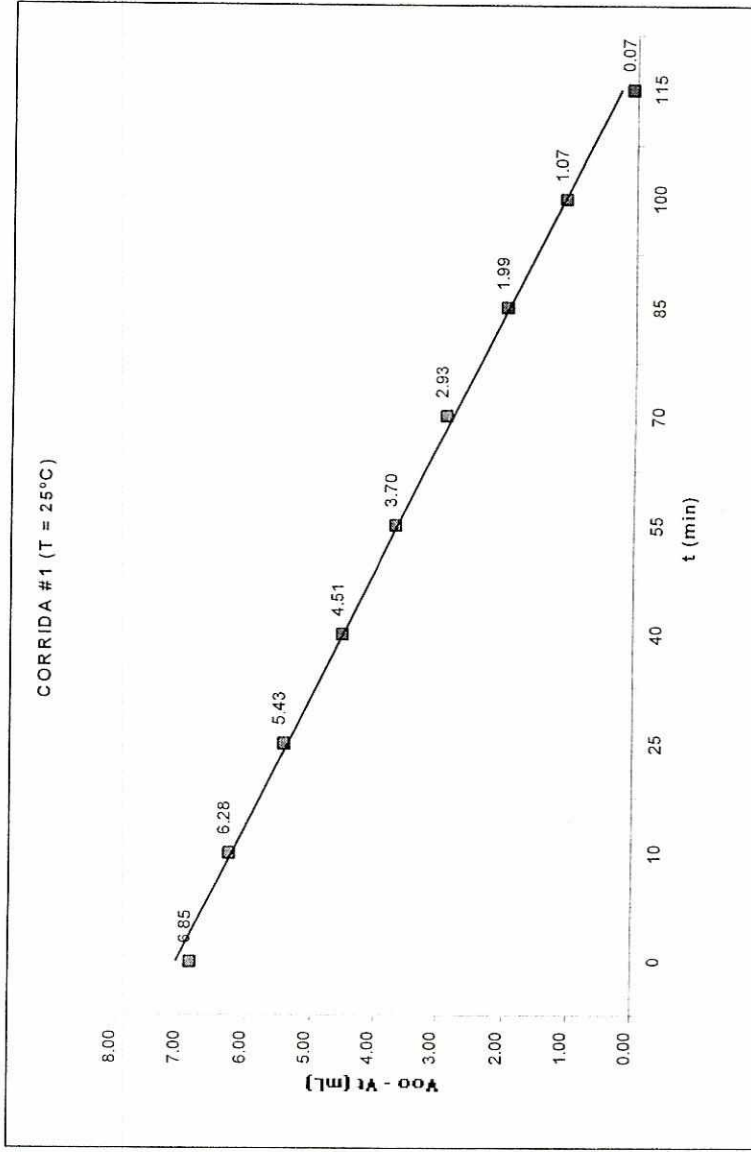
Tabla 6. Hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno a 25°C (corrida #2).

T (K) = 308.1										
CORRIDA #1										
t	Vt	Vs	Vx	Vx 30000Vs	(1000 / N) (200p2 / M2) (50Vs)	Voo	Voo - Vt	N (Voo - Vt) / 50	k CH3CH2COOCH3 (mL/min)	Ha (Kcal/mol)
0	0.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.85	0.17		
5	0.6	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.26	0.16	-0.12	13.42
15	1.8	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	5.04	0.13	-0.12	13.42
25	3.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	3.89	0.10	-0.11	13.42
35	4.1	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	2.79	0.07	-0.11	13.42
45	5.3	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	1.52	0.04	-0.13	13.42
55	6.7	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	0.14	0.00	-0.14	13.42

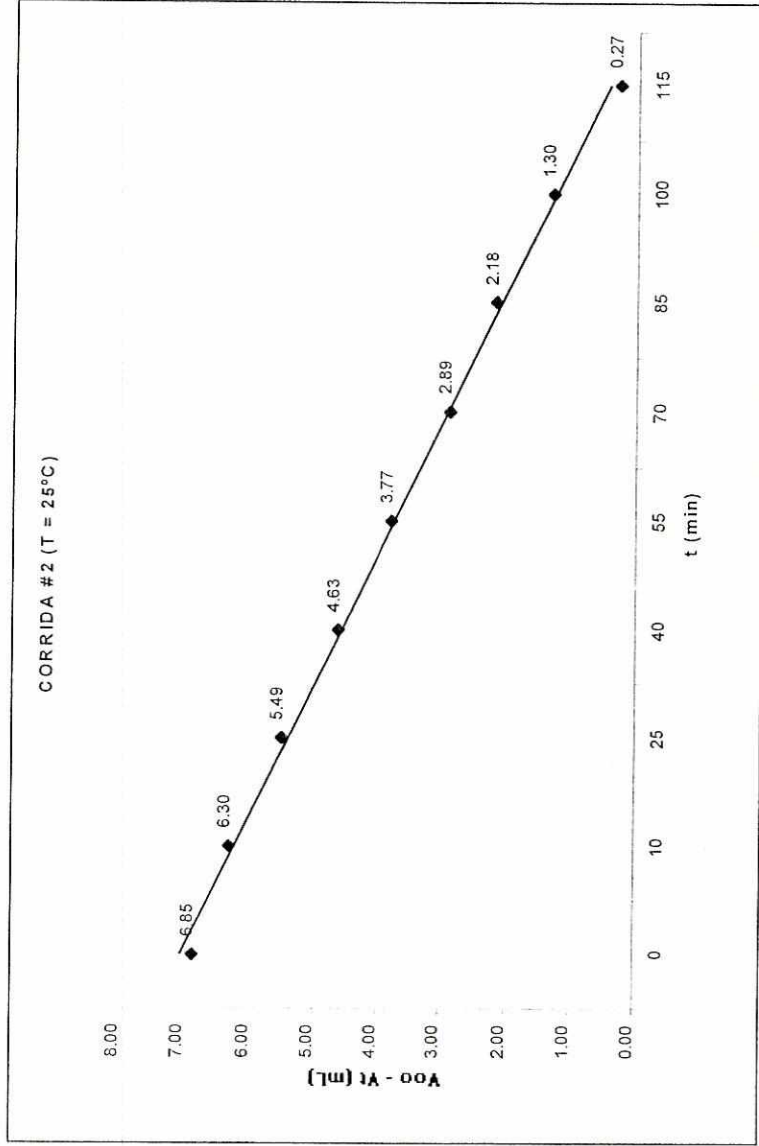
Tabla 7. Hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno a 35°C (corrida #1).

T (K) = 308.1										
CORRIDA #2										
t	Vt	Vs	Vx	Vx 30000Vs	(1000 / N) (200p2 / M2) (50Vs)	Voo	Voo - Vt	N (Voo - Vt) / 50	k CH3CH2COOCH3 (mL/min)	Ha (Kcal/mol)
0	0.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.85	0.17		
5	0.6	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	6.28	0.16	-0.11	13.42
15	1.8	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	5.09	0.13	-0.12	13.42
25	3.0	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	3.89	0.10	-0.12	13.42
35	4.2	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	2.66	0.07	-0.12	13.42
45	5.2	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	1.63	0.04	-0.10	13.42
55	6.6	30200	4.17	4.14	2.71	6.85	0.21	0.01	-0.14	13.42

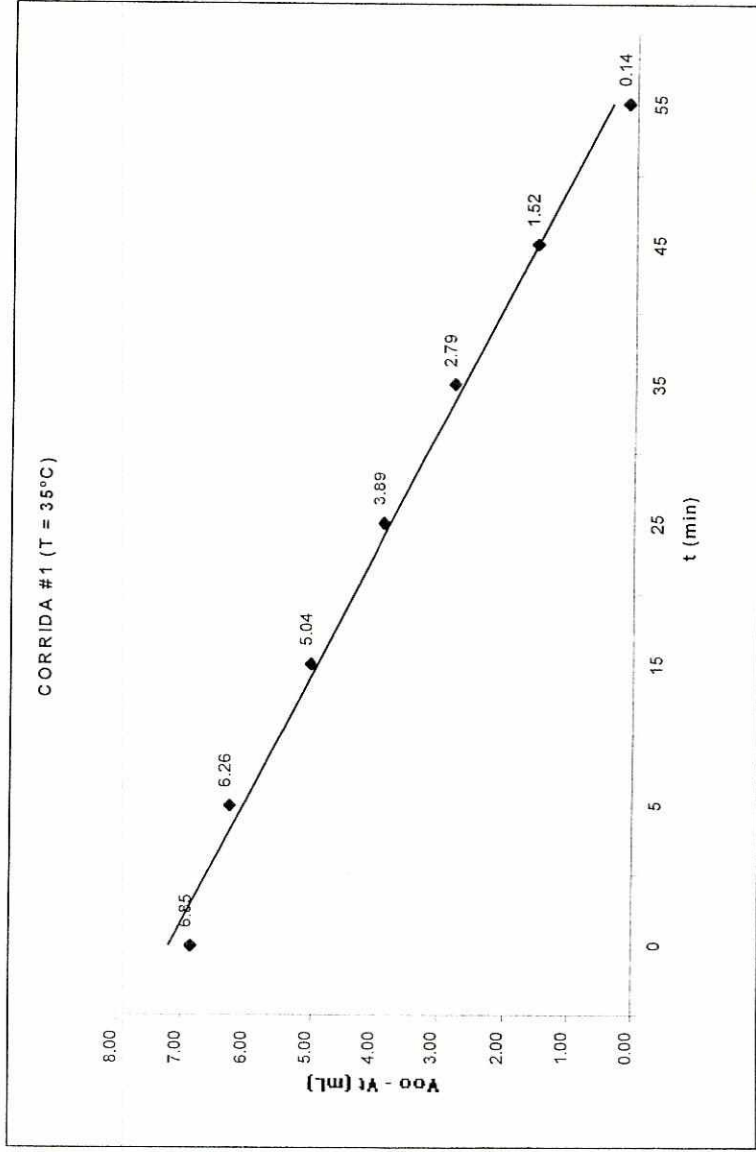
Tabla 8. Hidrólisis del acetato de etilo catalizado con ion hidrógeno a 35°C (corrida #2).



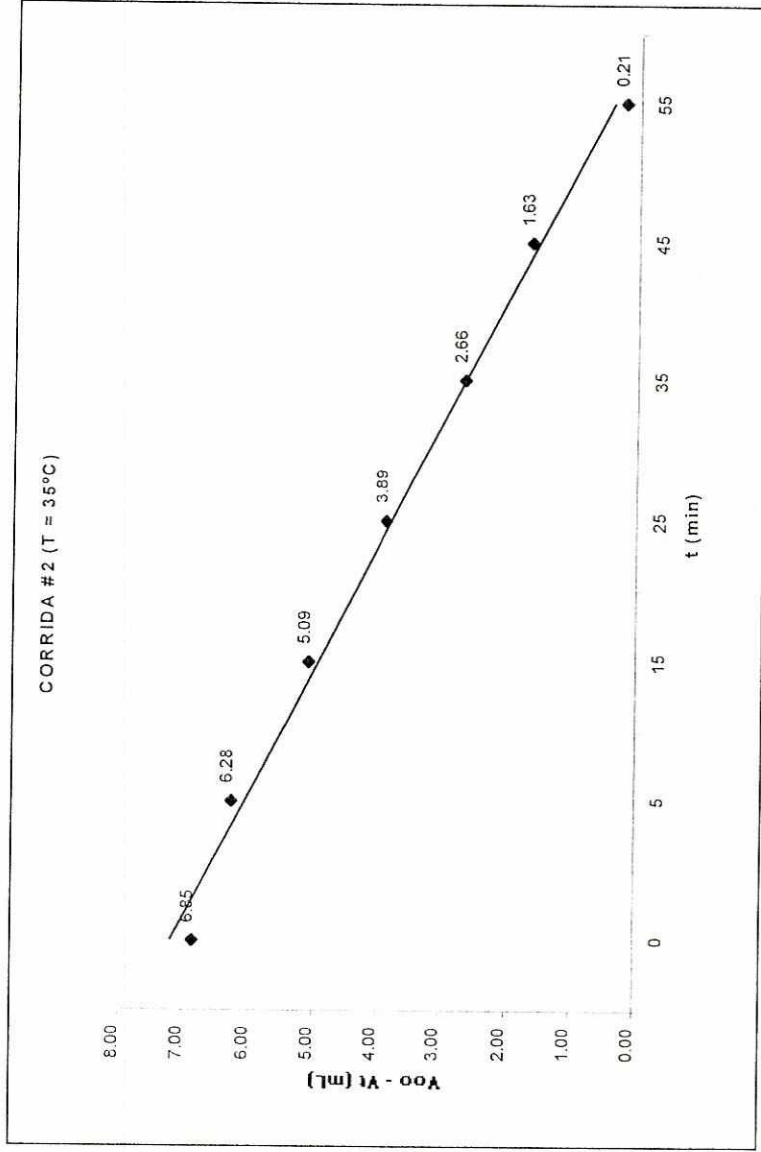
Gráfica 1. Concentración vs. tiempo para la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno a 25°C (corrida #1).
Coeficiente de correlación = -0.999594



Gráfica 2. Concentración vs. tiempo para la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno a 25°C (corrida #2).
Coeficiente de correlación = -0.999614



Gráfica 3. Concentración vs. tiempo para la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno a 35°C (corrida #1).
Coeficiente de correlación = -0.999495



Gráfica 4. Concentración vs. tiempo para la hidrólisis del acetato de etilo catalizada con ion hidrógeno a 35°C (corrida #2).
Coeficiente de correlación = -0.9996

XVIII. LINEAMIENTOS PARA LA GUÍA DEL EXPERIMENTO

Se debe realizar una práctica que pueda desarrollarse durante una sesión de trabajo preferiblemente.

Los objetivos de la guía pueden ser:

- Determinar el orden de la reacción.
- Determinar el índice de 10°C , el cual sirve para calcular cuántas veces aumenta o disminuye la velocidad de reacción cuando se aumenta 10°C la temperatura.
- Determinar la variación en la velocidad de reacción al cambiar el flujo de alimentación de aire.
- Familiarizarse con el equipo de laboratorio y con los materiales.

La metodología puede ser similar a la que se utilizó en este trabajo. Se recomienda utilizar 30 L de volumen mínimo para la mezcla de reacción (la capacidad del reactor es de 50 L aproximadamente). A continuación una revisión de los pasos de la metodología utilizada:

- Ejecución de la reacción.

En esta parte se investiga el rango de temperatura en el cual ocurre la reacción, las características de la reacción, y las condiciones de operación. Se investiga si el equipo es adecuado para la reacción que se quiere estudiar. Se hace un balance de materiales de acuerdo a la estequiometría de la reacción y a la disponibilidad de los reactivos.

- Análisis químico.

Esta parte incluye los procedimientos utilizados para determinar la concentración de una o varias de la especies de la mezcla de reacción. Se recomienda hacer 2 análisis químicos para cada corrida del experimento.

- Diseño experimental.

Esta parte incluye el análisis estadístico de los datos y resultados obtenidos.

XIX. LINEAMIENTOS PARA EL MANUAL DE FUNCIONAMIENTO Y MANTENIMIENTO DEL EQUIPO

A continuación un listado de observaciones para el buen funcionamiento y mantenimiento del equipo:

- Antes de usar el equipo, estudiar el diseño y asesorarse con la persona encargada del laboratorio.
- Antes de introducir la mezcla al reactor, revisar que esté vacío y que la válvula de descarga esté cerrada
- Antes de encender la caldera, revisar que estén cerrados la llave y el regulador de presión de la línea de alimentación de vapor.
- Antes de encender el compresor de aire, revisar que estén cerrados la llave y el regulador de presión de la línea de alimentación de aire.
- Revisar que esté cerrada la llave de la línea de alimentación de agua.
- Ajustar las válvulas reductoras de presión para no sobrepasar los 5 psig tanto de vapor como de aire que alimentan al reactor, ya que es el límite de presión de diseño de los manómetros.
- No mezclar agua y vapor dentro de la chaqueta, ya que por ser dos fases distintas se generan ondas de choque que pueden dañar el equipo.
- Al finalizar de usar el equipo, vaciar la mezcla y limpiar el reactor. Cuidar la disposición apropiada de los residuos.

- Al finalizar de usar el equipo se puede enfriar la chaqueta utilizando las líneas de alimentación y de descarga de agua.