UNIVERSIDAD INTERNACIONAL SEK

FACULTAD DE CIENCIAS AMBIENTALES

Trabajo de fin de carrera titulado:

"Diseño y construcción de un reactor tipo batch para el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK"

Realizado por:

Julio César Coronel Aguilar

Directora del proyecto:

Ing. Ana Lucía Rodríguez

Como requisito para la obtención del título de:

INGENIERÍA QUÍMICA INDUSTRIAL

2013-2014

DECLARACIÓN JURAMENTADA

Yo, Julio César Coronel Aguilar, con cédula de identidad # 171883625-5, declaro bajo juramento que el trabajo aquí desarrollado es de mi autoría, que no ha sido previamente presentado para ningún grado a calificación profesional; y, que ha consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración, cedo mis derechos de propiedad intelectual correspondientes a este trabajo, a la UNIVERSIDAD INTERNACIONAL SEK, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su reglamento y por la normativa institucional vigente.

Julio César Coronel Aguilar
C.I.: 171883625-5

DECLARATORIA

El presente trabajo de investigación titulado:

“Diseño y construcción de un reactor tipo batch para el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK”

Realizado por:

Julio César Corone Aguilar

Como Requisito para la Obtención del Título de:

INGENIERO QUÍMICO INDUSTRIAL

Dirigido por la profesora

ANA LUCÍA RODRÍGUEZ

Quien considera que constituye un trabajo original de su autor

Ana Lucía Rodríguez

DIRECTORA

LOS PROFESORES INFORMANTES

Los Profesores Informantes:

Ing. Jefferson Rubio

Ing. Walberto Gallegos

Después de revisar el trabajo presentado,

lo han calificado como apto para su defensa oral ante

el tribunal examinador

Ing. Jefferson Rubio

Ing. Walberto Gallegos

AGRADECIMIENTO

En primer lugar agradezco a Dios por permitirme cumplir mis metas

Agradezco a mis padres por su apoyo a lo largo del desarrollo de esta tesis, a mis amigos por apoyarme y acompañarme, durante estos años de aprendizaje.

Agradezco a mis maestros por compartir su conocimiento y su dedicación en la docencia.

Agradezco a mi tutora de tesis, Ing. Ana lucía Rodríguez y a mi tribunal, Ing. Jefferson rubio y al Ing. Walberto Gallegos, por su gran apoyo en la elaboración de esta investigación

DEDICATORIA

Dedico el presente trabajo a mi familia y amigos, que me han apoyado y me han acompañado en los buenos y malos momentos.

A mis maestros, ya que gracias a ellos he aprendido los conocimientos necesarios para llegar a terminar este trabajo.

Resumen

Hay varios tipos de reactores los cuales son usados a nivel industrial. Entre los diferentes tipos de reactores se encuentran los de tipo batch o por lotes; estos reactores, son comúnmente usados para estudios cinéticos, debido a la facilidad de medición de parámetros necesarios, como son la concentración y el tiempo de reacción. El objetivo del presente trabajo es el diseño y la construcción de un reactor tipo batch para el laboratorio de operaciones unitarias de la Universidad Internacional SEK; para de esta forma enriquecer el proceso de formación de los estudiantes en el área de la cinética de las reacciones, con la implementación de prácticas de laboratorio. Una vez dimensionado, se construyó el reactor y se realizó una prueba de funcionamiento, usando como base la reacción de saponificación del acetato de etilo, los resultados obtenidos con el reactor fueron muy similares a estudios cinéticos previamente realizados. Conjuntamente se realizó un manual de operación del equipo para su uso.

Palabras clave:

- Reactor Batch, Agitación, Calentamiento, Velocidad de reacción, Constante de Equilibrio (k).

Abstract

There are several types of reactors which are used for different purposes in industry. Among these types there are batch reactors; these reactors are commonly used for kinetic studies, because of the ease of measurement of necessary parameters, such as concentration and reaction time. The aim of this work is the design and construction of a batch type reactor intended for the unit operation laboratory of the International University SEK; to

thereby enrich the process of training students in the field of chemical kinetics, with the implementation of laboratory practice with the use of these reactor. After sizing, the reactor was constructed and a tested, using the saponification of the ethyl acetate as a base reaction, the results achieved with the reactor were very similar to previous kinetic studies. As well an operation manual was made for correct use of the equipment.

Key words:

- Batch reactor, Mixing, Heating, Reaction Rate, Equilibrium constant (k).

ÍNDICE

AGRADECIMIENTO VI

DEDICATORIA VII

ÍNDICE III

ÍNDICE DE GRÁFICOS IV

ÍNDICE DE TABLAS V

CAPÍTULO I 6

1. INTRODUCCION 6

1.1. EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN 2

1.1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA 2

1.1.1.1. DIAGNÓSTICO DEL PROBLEMA 2

1.1.1.2. PRONÓSTICO 2

1.1.1.3. CONTROL DE PRONÓSTICO 3

1.1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA 3

1.1.3. SISTEMATIZACIÓN DEL PROBLEMA 3

1.1.4. OBJETIVO GENERAL 4

1.1.5. OBJETIVOS ESPECÍFICOS 4

1.1.6. JUSTIFICACIONES 4

1.2. MARCO TEÓRICO 5

1.2.1. ESTADO ACTUAL DEL CONOCIMIENTO SOBRE EL TEMA 5

1.2.2. ADOPCIÓN DE UNA PERSPECTIVA TEÓRICA 6

1.2.2.1. Tipo de reactores 6

1.2.2.2. Ecuación general de diseño de un reactor tipo batch: 7

1.2.2.3. Mezclado: 8

1.2.3. MARCO CONCEPTUAL 10

1.2.4. IDENTIFICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE VARIABLES 11

CAPÍTULO II 12

2. MÉTODO 12

2.1. NIVEL DE ESTUDIO 12

2.2. MODALIDAD DE INVESTIGACIÓN 12

2.3. CONSTRUCCIÓN DEL EQUIPO 13

2.3.1. SELECCIÓN DEL VOLUMEN DEL REACTOR 14

2.3.2. SELECCIÓN DEL MATERIAL DE CONSTRUCCIÓN 18

2.3.3. DISEÑO DEL AGITADOR 19
2.3.4. TRANSFERENCIA DE CALOR 32
2.3.5. CONDICIONES DE OPERACIÓN 38
CAPÍTULO III 41
3. RESULTADOS 41
3.1. VALIDACIÓN Y PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO 41
3.2. OTRAS PRÁCTICAS SUGERIDAS 50
3.3. MANUAL DE FUNCIONAMIENTO 55
3.4. COSTO DEL EQUIPO 55
CAPÍTULO IV 56
4. DISCUSIÓN 56
4.1. CONCLUSIONES 56
4.2. RECOMENDACIONES 57
MATERIALES DE REFERENCIA 58
5. ANEXOS 61
5.1. Anexo 1 61
5.2. Anexo 2 82
5.3. Anexo 3 86
5.4. Anexo 4 87
5.5. Anexo 5 88
5.6. Anexo 6 88
5.7. Anexo 7 93
5.8. Anexo 8 100

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1: Tipos de Agitadores para viscosidades moderadas 9
Gráfico 2: Tipos de Agitadores para alta viscosidad 9
Gráfico 3: Dimensiones del recipiente interno del reactor 17

Gráfico 4: Dimensiones de la tapa del reactor 18

Gráfico 5: Dimensiones para un agitador de turbina 21

Gráfico 6: Dimensiones de impulsor tipo turbina 24

Gráfico 7: Número de potencia (Np) en función de Reynolds (Re) para una turbina tipo "Rushton" con varias estructuras de bafles. 27

Gráfico 8: Número de potencia para tres valores de Reynolds 28

Gráfico 9: Número de potencia para Reynolds de 4000 30

Gráfico 10: Distribución de los elementos internos del reactor 32

Gráfico 11: Comparación del tiempo de calentamiento de las resistencias según su potencia. 36

Gráfico 12: Dimensiones de la tapa inferior y del elemento calefactor del reactor 37

Gráfico 13: Tiempo en función del pH 44

Gráfico 14: Tiempo en función de la concentración 46

Gráfico 15: Tiempo en función de 1/Ca 48

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: Tabla para seleccionar impulsores 20

Tabla 2: Relación de Reynolds en función de la velocidad de agitación 26

Tabla 3: Tiempo de calentamiento para diferentes potencias de resistencias 35

Tabla 4: Tiempo de calentamiento para diferentes temperaturas y potencia de resistencias. 36

Tabla 5: Tiempo en función de pH 44

Tabla 6: Tiempo en función de la concentración 46
Tabla 7: Tiempo en función de 1/Ca.....48
Tabla 8: Constante de equilibrio k para la hidrólisis de triglicéridos (TG), diglicéridos (DG) y monoglicéridos (MG) a diferentes temperaturas. 54
Tabla 9: desglose de costos del equipo 55

CAPÍTULO I

1. INTRODUCCION

El trabajo del ingeniero químico industrial, además de diseñar procesos y mejorar procesos ya existentes, consiste en diseñar y dimensionar equipos los cuales sean requeridos para diferentes aplicaciones en la industria; este diseño debe acoplarse a las necesidades requeridas por el usuario y debe tener factibilidad técnica y económica. De esta manera, se ha decido realizar el diseño y construcción de un reactor batch, para el uso dentro del laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Internacional SEK; se escogió este tipo de reactor debido a que su construcción tiene un grado de complejidad menor en comparación con los otros tipos de reactores, por lo cual es factible concluir el proyecto en el periodo de tiempo establecido.

La construcción de este equipo de laboratorio beneficiará en el aprendizaje y formación de las futuras generaciones de ingenieros de la Facultad de Ciencias Ambientales. Normalmente en el aprendizaje del diseño de equipos, se lo trata con un enfoque muy teórico y sin muchas aplicaciones prácticas, debido a la falta de equipos y recursos en el

laboratorio, de esta manera, con la implementación de este reactor, se pondrán en práctica los conocimientos teóricos de materias recibidas durante el transcurso de las carreras de Ingeniería ambiental, biotecnología e ingeniería química industrial, con el uso del reactor se estimulará a un proceso de enseñanza con fines más didácticos y descriptivos; así se optimizará el aprendizaje práctico, por medio de la experiencia en laboratorio, en cuanto al diseño, implementación y manejo de equipos usados a nivel industrial.

1.1. EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

"No se posee un reactor batch" en los laboratorios de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK, el cual optimice el proceso de formación de los estudiantes, con un enfoque didáctico por medio de la experiencia en laboratorio, brindándoles una visión científica y enriqueciendo sus conocimientos.

1.1.1.1. DIAGNÓSTICO DEL PROBLEMA

1.1.1.2. PRONÓSTICO

El hecho de realizar el diseño y construcción de un equipo para el laboratorio de operaciones unitarias, mejorará de manera sustancial el aprendizaje de los estudiantes. La realización de prácticas de laboratorio, permite que los estudiantes desarrollen destrezas en cuanto al manejo de equipos se refiere; aporta a que los conocimientos se consoliden con la práctica y la observación de problemas reales a nivel de laboratorio, en lugar de solamente ocuparse en contextos teóricos.

1.1.1.3. CONTROL DE PRONÓSTICO

Se realizará el diseño y construcción de un reactor tipo batch para la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK, este equipo deberá ser de operación sencilla para los estudiantes, de modo que puedan realizar prácticas con el equipo; de igual forma se creará un manual para el uso apropiado del equipo, en el cual se establecerán parámetros y rangos de aplicación, de esta manera se evitará el manejo inapropiado y como consecuencia un daño o desgaste temprano de el mismo.

1.1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

En los laboratorios de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK, no existe un reactor tipo batch, que mejore el proceso de formación académica en el ámbito de la cinética de las reacciones y diseño de equipos, para enriquecer la experiencia de aprendizaje en los estudiantes con aplicaciones prácticas.

1.1.3. SISTEMATIZACIÓN DEL PROBLEMA

- ¿Se cuenta con un rector batch en los laboratorios de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK, para realizar prácticas?
- ¿Para qué sirve un reactor batch?
- ¿Qué tipo de reactor es el más factible para diseñar y construirlo?
- ¿Cuáles serán las variables y parámetros?
    - ¿El reactor, tendrá agitación?
    - ¿Cuál será el volumen del reactor?
    - ¿El reactor tendrá calentamiento?
    - ¿El reactor será capaz de operar bajo altas presiones?

- ¿El reactor contará con controles automáticos?
- ¿Qué tipo de controles constarán en el equipo?
- ¿Qué reacciones se podrá efectuar en el reactor?
- ¿Se podrá usar el reactor para la elaboración de alimentos?
- ¿Qué mediciones se realizaran?
- ¿Qué datos se obtendrán?
- ¿Es necesario un tipo de análisis de los datos obtenidos?

1.1.4. OBJETIVO GENERAL

1.1.4.1. Diseñar y Construir un reactor batch con agitación para el laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK.

1.1.5. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1.1.5.1. Realizar el diseño de un reactor batch a nivel de laboratorio.
1.1.5.2. Construir el reactor batch.
1.1.5.3. Establecer rangos de operación del reactor construido.
1.1.5.4. Probar el funcionamiento del equipo mediante una práctica.

1.1.6. JUSTIFICACIONES

En estos dos últimos años (2013 y 2014) se ha venido implementando una mejora en el proceso institucional, a nivel de las universidades del país, de esta manera es de interés para la Universidad Internacional SEK, mejorar la infraestructura de los laboratorios de la Facultad de Ciencias Ambientales con equipos apropiados, cumpliendo con los estándares de acuerdo con las políticas de la SENECYT. De igual forma se incentivará una mejora progresiva de la calidad de la educación, proporcionando a los estudiantes bases firmes para el estudio, fortaleciendo su educación e impulsando sus conocimientos al desarrollo científico y técnico; para que de esta forma contribuyan al país en los cambios propuestos

como es la transformación de la matriz productiva a través del conocimiento y talento humano.

1.2. MARCO TEÓRICO

1.2.1. ESTADO ACTUAL DEL CONOCIMIENTO SOBRE EL TEMA

Actualmente en el Ecuador existen muy pocos trabajos relacionados con la construcción de reactores a nivel de laboratorio, entre estos se encuentra el siguiente:

Quiroga Quisaguano, Sonia Guadalupe (2006) *"Estudio y optimización de dos reactores existentes en el laboratorio de operaciones unitarias"* recuperado de repositorio digital de la EPN.

Si bien este no trata de la construcción en si de un reactor nuevo, trata de la optimización de uno ya existente; información que puede ser de referencia en el proceso en sí de construcción.

Por otra parte existen varios estudios en la creación de reactores a nivel internacional, los cuales explican los materiales y dimensionamiento de varios tipos de reactores para uso en laboratorio. Estos estudios previos sirven como bases para el análisis de posibilidades durante el proceso de diseño y futura construcción. Normalmente un reactor se diseña para un proceso, o una reacción en específico, por lo cual los estudios anteriormente propuestos, servirán como guía en la construcción de un reactor para uso en el laboratorio.

La reacción propuesta para la prueba de funcionamiento del reactor, es la saponificación del acetato de etilo, esta reacción es comúnmente usada para el estudio de la cinética de la reacción debido a que es una reacción bastante sencilla, y los datos son de fácil obtención.

El principal uso que tendrá el reactor es el de estudios cinéticos, pero se lo puede usar para cualquier práctica de laboratorio; en cátedras en las cuales se realicen varias prácticas como son las cátedras de síntesis orgánica o en el estudio de bio-reactores.

1.2.2. ADOPCIÓN DE UNA PERSPECTIVA TEÓRICA

1.2.2.1. Tipo de reactores

Existen varios tipos de reactores, los cuales tienen diferentes aplicaciones, incorporando ejemplos tomados de (Levenspiel, 2004) (Uzi, 2009) los cuales pueden resumirse en tres tipos de reactores, reactor tipo batch (discontinuo), reactor CSTR (perfectamente agitado) y reactor tipo PFR (flujo pistón), cada uno es utilizado para diferentes productos y aplicaciones dependiendo de cuál sea el caso.

Los reactores CSTR operan con flujos continuos, y son utilizados cuando se tiene una demanda de producto constante y a gran escala, estos reactores son diseñados para operar en grandes periodos de tiempo sin tener que parar su operación. Los reactores tipo PFR son usados comúnmente en gases y cuando se realizan reacciones que requieran un catalizador heterogéneo.

Los reactores Batch, se emplean para operaciones a pequeña escala, para experimentar con procesos nuevos a escala de laboratorio, para fabricar productos costosos o de difícil elaboración, por esta razón se escogió el diseño y construcción de un reactor tipo batch, de igual forma, se escogió este tipo de reactor debido a que su construcción tiene un grado de complejidad menor en comparación con los otros tipos de reactores, por lo cual es factible concluir el proyecto en el periodo de tiempo establecido.

1.2.2.2. Ecuación general de diseño de un reactor tipo batch:

Para realizar el diseño de un reactor, es necesario primero realizar un balance de materiales, para esto hay que tomar en cuenta que en un reactor tipo batch al ser un intermitente, este no tiene entradas, ni salidas; en este tipo de reactor los reactivos se cargan, y se espera hasta que la reacción termine durante cierto periodo de tiempo. (Levenspiel, 2004) Por lo cual si tenemos la ecuación de balance de materiales:

Entrada = Salida + Generación (consumo) + Acumulación

De esta forma el balance de materiales para este tipo de reactor será únicamente:

Generación (consumo) = - Acumulación

Esto quiere decir:

$$\left[\begin{array}{c}\textit{Velocidad de consumo o pérdida de un reactivo al reaccionar dentro del volumen del reactor}\end{array}\right] = -\left[\begin{array}{c}\textit{Velocidad de acumulación del reactivo dentro del volumen del reactor.}\end{array}\right]$$

(Levenspiel, 2004)

Al primer término, podemos expresarlo como la desaparición de la especie A en una reacción, por unidad de tiempo en un determinado volumen:

$$(-r_A)V \qquad \textbf{(Ec. 1)}$$

Siendo: -rA, la velocidad de reacción de la especie A; y V el volumen en el cual se da la reacción.

Al segundo término, también se lo puede expresar como la acumulación de moles de la especie A por unidad de tiempo:

$$\frac{dN_A}{d_t} = \frac{d[N_{A0}(1 - X_A)]}{d_t} = N_{A0}\frac{dX_A}{d_t} \qquad \textbf{(Ec. 2)}$$

Siendo $N_{A0,}$ la moles de la especie A iniciales; X_A la conversión de A; t el tiempo de residencia.

Juntando las expresiones anteriores de cada término, la ecuación final queda como sigue:

$$(-r_A)V = N_{A0}\frac{dX_A}{d_t} \qquad \textbf{(Ec. 3)}$$

A esta expresión la podemos reordenar e integrar para obtener:

$$t = N_{A0}\int_0^{X_A}\frac{dX_A}{(-r_A)V} \qquad \textbf{(Ec. 4)}$$

(Levenspiel, 2004)

1.2.2.3. Mezclado:

El mezclado es una operación importante en un reactor, debido a que esta se encarga de poner en contacto los reactivos y catalizadores de dicha reacción, ya sean estos en la misma fase (líquido-líquido), o en diferentes fases (líquido-gas; líquido-sólido).

En la mezcla de gases se requiere de un equipo especializado, debido a que estos poseen bajas viscosidades, normalmente es suficiente con el mezclado que se da por medio del flujo turbulento a lo largo de las tuberías.

En la mezcla de líquidos, se deben tomar en cuenta los siguientes factores:

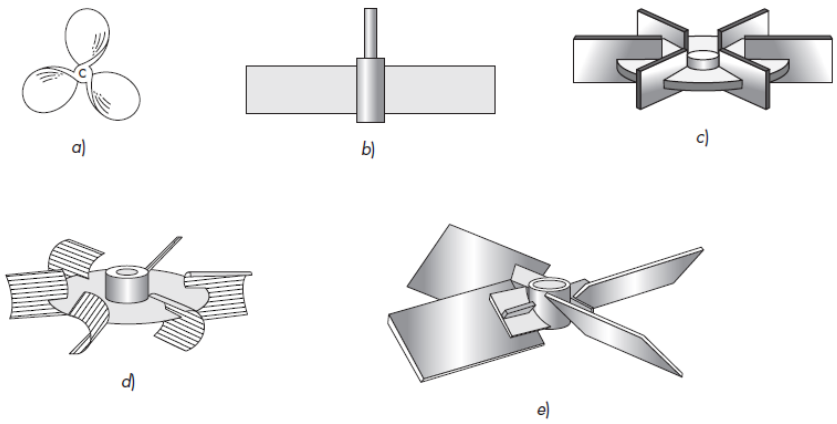
- Si es una operación por lotes o continua.

- La naturaleza del proceso: líquidos miscibles; o líquidos inmiscibles.
- El grado requerido de mezclado.
- Las propiedades físicas del líquido especialmente la viscosidad.
- Si la agitación está relacionada con otras operaciones: reacciones, transferencia de calor.

(Towler & Sinnott, 2009)

Existen varios tipos de agitadores dependiendo de la viscosidad y del propósito de la agitación entre los más comunes para una agitación de líquidos con viscosidades moderadas se tiene los siguientes:

Gráfico 1: Tipos de Agitadores para viscosidades moderadas

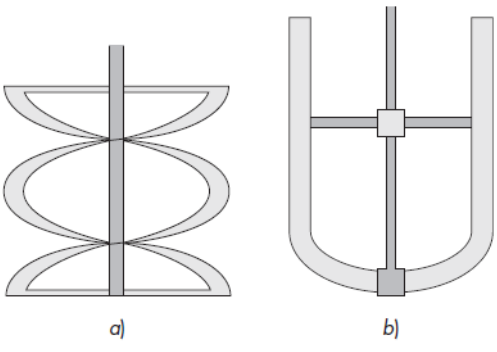


(McCabe, Smith, & Harriott, 2007)

a) agitador marino de tres palas; b) turbina simple de pala recta; c) turbina de disco; d) agitador de pala cóncava; e) turbina de pala inclinada. (McCabe, Smith, & Harriott, 2007)

Para una agitación de líquidos de alta viscosidad se usan comúnmente los siguientes agitadores:

Gráfico 2: Tipos de Agitadores para alta viscosidad



(McCabe, Smith, & Harriott, 2007)

a) agitador de cinta de doble trayectoria helicoidal; b) agitador de ancla. (McCabe, Smith, & Harriott, 2007)

1.2.3. MARCO CONCEPTUAL

Volumen del reactor: el volumen del reactor, es el volumen necesario para que una reacción se lleve a cabo, este varía dependiendo del tipo de reactor el cual se esté diseñando y de la reacción que se esté llevando a cabo. (Foggler, 2008) Es importante no confundir el volumen de reacción con el volumen del reactor; el volumen de reacción es el volumen necesario para que una reacción se efectúe, mientras que el volumen del reactor es el volumen que posee el reactor tomando en cuenta un factor de seguridad y otras adiciones que se puedan dar durante la construcción del equipo.

Velocidad de reacción: se puede definir como velocidad de reacción a la rapidez con la se consume cierta cantidad de moles de un compuesto o elemento químico, por unidad de tiempo o por unidad de volumen. (Foggler, 2008)

Para realizar el cálculo de velocidad de reacción hay que tomar en cuenta la constante de equilibrio (k), y también hay que saber que esta constante varía dependiendo de la temperatura en la cual se da la reacción.

Tiempo de Residencia: se toma al tiempo de residencia como, el tiempo necesario para que se dé una reacción con cierto grado de conversión. (Foggler, 2008)

Para realizar un estudio cinético se pueden medir ciertos parámetros, como la concentración de reactivos cada cierto tiempo, no solamente la concentración inicial (concentración conocida) y la concentración final.

Como variables determinantes del diseño de equipos, que afectan a la velocidad de reacción, son: La temperatura y la agitación. La temperatura afecta directamente a l

velocidad de reacción cuando estas son endotérmicas o exotérmicas; así mismo la constante de equilibrio de reacción se ve afectada con la temperatura. La agitación permite la homogenización y el contacto de los componentes en todo el reactor, si se tiene una buena agitación y la forma del recipiente es la adecuada, se evitan puntos muertos, los cuales son puntos dentro del reactor en los cuales no se da un adecuado contacto entre fases y de este modo la concentración en estos puntos es diferente que en las zonas de mayor contacto del reactor. (Foggler, 2008)

Cinética Química: Es el estudio de las velocidades de reacciones químicas y los mecanismos de reacción. En el estudio de la ingeniería de las reacciones químicas, se junta el estudio de la cinética química con los reactores en los cuales se llevan a cabo dichas reacciones. El diseño de reactores y la cinética química son la base de la producción de casi todos los productos químicos industriales. (Foggler, 2008)

Orden de la reacción:

Como el orden se refiere a expresiones de velocidad determinadas experimentalmente. Puede tener un valor fraccionario y no tiene por qué ser un número entero. (Levenspiel, 2004)

Por ejemplo:

$$kCa^n$$

En donde n es el orden de la reacción.

1.2.4. IDENTIFICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE VARIABLES

Variables independientes:

Costos de materiales y tipo de materiales de construcción, calidad de los materiales de construcción.

Variables dependientes:

Tiempo de Construcción del equipo, tamaño del equipo, facilidad de operación del equipo.

Variables de Operación:

- Temperatura de reacción
- Tiempo de residencia
- Volumen del reactor
- Agitación del reactor
- Concentración de reactivos y productos

CAPÍTULO II

2. MÉTODO

2.1. NIVEL DE ESTUDIO

Exploratorio. Se establecen variables a través de la consulta y la experimentación para determinar el diseño óptimo del equipo y su futura construcción.

2.2.MODALIDAD DE INVESTIGACIÓN

Proyecto Especial. Construcción de un equipo de laboratorio, en respuesta a la carencia y utilidad de este, para el fortalecimiento académico e investigativo de los estudiantes de la Facultad de Ciencias Ambientales.

2.3. CONSTRUCCIÓN DEL EQUIPO

El equipo que se construyó, fue pensado para el estudio cinético de las reacciones a nivel de laboratorio; por lo cual el dimensionamiento del mismo se lo realizó para abarcar cierto rango de reacciones químicas las cuales podrán ser estudiadas; el cálculo de las dimensiones se presenta posteriormente. Se escogió un reactor tipo batch o por lotes debido a que normalmente trabajan a condiciones isotérmicas y a volumen constante, esto facilita la interpretación de los resultados obtenidos, por estas razones es el dispositivo preferido para la obtención de datos cinéticos en sistemas homogéneos. (Universidad de Castilla - La Mancha, s.f.)

Para la selección de los materiales de construcción se tomaron en cuenta los siguientes parámetros:

- **Calidad del material:**

El material de construcción del equipo debe ser de un material adecuado y confiable, para evitar la corrosión y un desgaste prematuro del mismo, el cual cumpla con los requisitos necesarios para cumplir el requerimiento establecido. De igual forma, la selección del material será un limitante importante para uso del equipo, debido a esto solo se podrá trabajar con cierto rango de sustancias dentro del reactor.

- **Costo del material:**

Otro criterio trascendente en la selección de materiales, es el costo de los mismos, esto nos indicará si es factible la construcción del equipo requerido. Puede ser que la calidad del material sea la requerida pero el costo es muy excesivo, en dicho caso se deberá tomar una decisión ya sea en invertir en el material de construcción o de escoger otro tipo de material.

- **Disponibilidad de materiales:**

También es importante tomar en cuenta después del costo y la calidad, que los materiales se encuentren disponibles en el mercado. De otra forma se debe cambiar el material de construcción tomando en cuenta los anteriores parámetros.

2.3.1. SELECCIÓN DEL VOLUMEN DEL REACTOR

Se puede realizar un estudio cinético de una gran variedad de reacciones, uno de los factores limitantes para su estudio es el volumen de reactivo. Esto puede significar un inconveniente en ciertos casos debido a que si el volumen es muy extenso, se desperdiciará una significativa cantidad de reactivos, al contrario, si el volumen es muy pequeño no sería suficiente para obtener las muestras determinadas para su posterior análisis.

A nivel de laboratorio a pequeña escala se trabaja normalmente con volúmenes entre 0.01 y 0.3 litros (Büchi, 2013), estos son equipos muy pequeños los cuales pueden tener calentamiento, pero no normalmente no se encuentran provistos con un dispositivo de agitación debido a la dificultad de ubicarlo en un volumen tan pequeño.

Para equipos de laboratorio a mediana escala se usan volúmenes de 0.25 a 5 litros (Büchi, 2013), estos vienen provistos de un sistema de calefacción y agitación integrado, lo cual brinda una mayor amplitud de usos, la velocidad de agitación puede ir de 0 a 2000 revoluciones por minuto.

Para usos de mayor volumen o para diseñar plantas piloto se usan rectores de 5 a 20 litros para grandes volúmenes y de 30 a 250 litros para plantas piloto, la agitación en estos equipos puede ir de 0 a 2400 revoluciones por minuto. (Büchi, 2013)

Los materiales de construcción de los reactores a pequeña y mediana escala, pueden ser de vidrio o metal; mientras que para mayores volúmenes se usa solamente recipientes de metal. (Büchi, 2013)

Para el reactor que se construyó, se escogió un volumen de 5 litros, debido a que es un reactor con agitación para uso en laboratorio a mediana escala, con este reactor se puede trabajar a volúmenes desde un mínimo de 500 centímetros cúbicos hasta un máximo de 5 litros.

La altura del recipiente se calculó utilizando la siguiente fórmula:

$$Lc = \frac{4 \times Vc}{\pi \times D_i^2} \qquad \textbf{(Ec. 5)}$$

Lc = longitud del cilindro

Vc = volumen del cilindro (5 litros)

Di = Diámetro del cilindro

El diámetro del cilindro es de 18 centímetros, con lo cual la altura o longitud del cilindro será de la siguiente forma reemplazando en la ecuación (5):

$$Lc = \frac{4 \times 5000\ cm^3}{\pi \times (18\ cm)^2}$$

$$Lc = 19{,}64\ cm$$

$$Lc = 20\ cm$$

A este volumen se lo debe incrementar un volumen extra de seguridad, el cual es un factor de seguridad por nivel de llenado. Este factor de seguridad significa que el reactor debe trabajar a un volumen menor al volumen máximo del recipiente por ejemplo al 80% de su capacidad máxima. Según la norma API 2350 "Overfill Protection for Storage Tanks in Petroleum Facilities" se debe aumentar un 20% al volumen total, en este caso de 5 litros para obtener un volumen de seguridad. (API, 2005)

$$Volumen\ de\ seguridad = 5\ l\ \times\ 0.2$$

$$Volumen\ de\ seguridad = 1\ l$$

Por lo cual se debe aumentar la altura del recipiente usando la formula anterior (5):

$$Lc = \frac{4\ \times\ Vc}{\pi\ \times\ D_i^2}$$

$$Lc = \frac{4\ \times\ 1000\ cm^3}{\pi\ \times\ (18\ cm)^2}$$

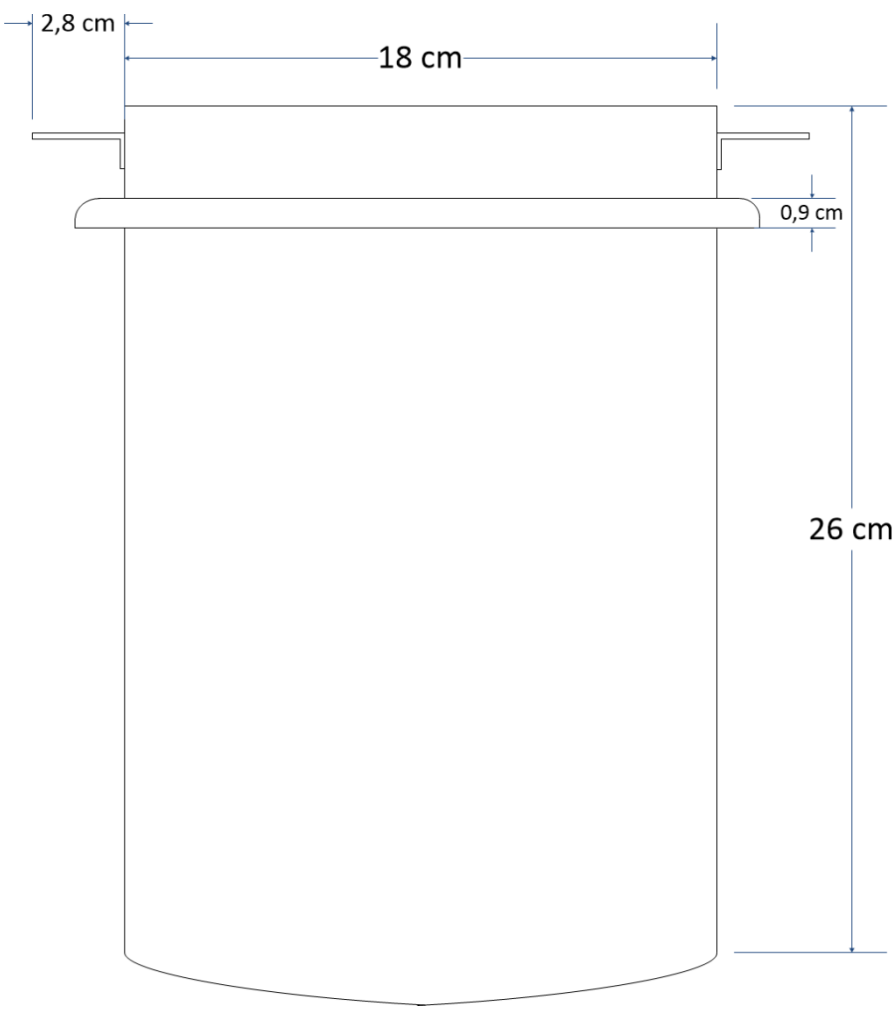
Por lo tanto la altura de seguridad para el recipiente es de:

$$Lc = 3.92\ cm$$

$$Lc = 4\ cm$$

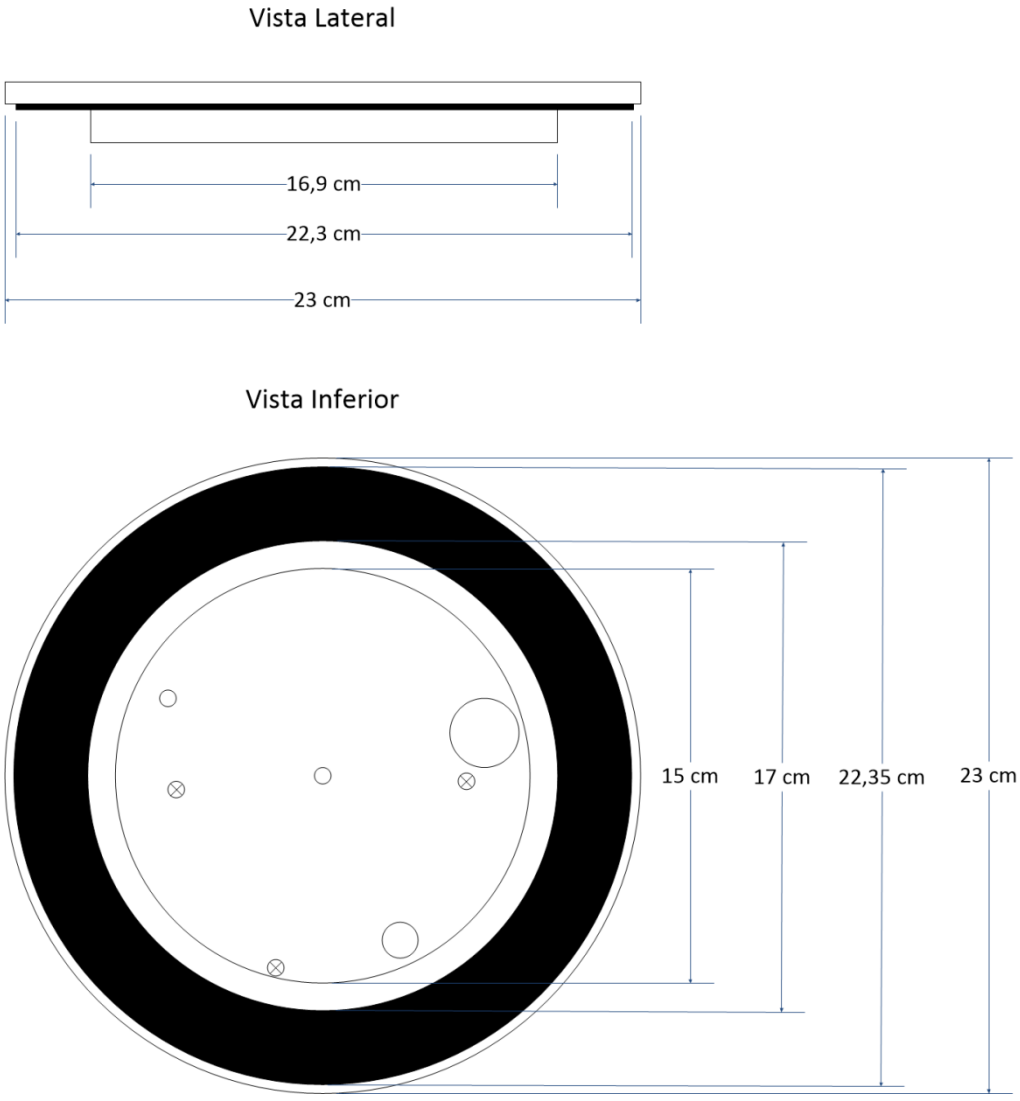
El recipiente construido es de 26 centímetros de altura, debido a que se debe agregar un espacio para que entre la tapa del reactor, la cual aparte de otras funciones evita cualquier posible derrame del líquido, debido a que tiene un empaque y este se encuentra sellado. De todas maneras aunque el recipiente se encuentre correctamente cerrado, no se debe sobrepasar la capacidad de 5 litros. Las siguientes imágenes muestran las dimensiones del recipiente construido y la tapa, sin los componentes eléctricos.

Gráfico 3: Dimensiones del recipiente interno del reactor



Elaborado por: Julio Coronel

Gráfico 4: Dimensiones de la tapa del reactor



Elaborado por: Julio Coronel

2.3.2. SELECCIÓN DEL MATERIAL DE CONSTRUCCIÓN

Como se mencionó anteriormente para la construcción del equipo se debe tomar en cuenta la calidad, costo y disponibilidad de materiales en el mercado. Para la construcción del recipiente interno del rector, se puede optar por una gran variedad de metales disponibles en el mercado.

Para la fabricación de equipos normalmente se usa aceros inoxidables de la serie 300, estos aceros son aceros austeníticos en su composición poseen níquel, cromo y molibdeno en diferentes proporciones, estos aceros tienen también muy buenas propiedades, las cuales son: alta resistencia a la corrosión, son fáciles de soldar, son resistentes a altas temperaturas alrededor de 840 °C a 925 °C. (Davis, 2000)

En el mercado ecuatoriano se encuentran principalmente dos tipos de aceros de la serie 300, los cuales son comúnmente comercializados, estos son el acero AISI 304 y el acero AISI 316, el más común de los dos tipos de acero es el 304, este es fácil de conseguir y cumple con los requisitos necesarios para la elaboración del reactor. Por otra parte el acero 316 es un poco más difícil de adquirir, y las propiedades son muy semejantes a las del acero 304.

De esta manera se escogió el acero AISI 304[1] como el candidato ideal para la construcción del recipiente interno del reactor, el cual estará continuamente en contacto con los reactivos.

2.3.3. DISEÑO DEL AGITADOR

La agitación es una operación unitaria muy importante en un reactor batch, debido a que con la agitación se ponen en contacto los reactivos, y se mejora la transferencia de calor en la reacción. En la agitación se busca minimizar puntos muertos dentro del recipiente, es decir puntos en los cuales ciertas partes del fluido no se pongan en contacto con el resto. También se debe seleccionar el rodete adecuado y calcular la potencia del motor del agitador para que este proporcione un correcto mezclado dentro del reactor.

Para la selección del tipo de rodete o también llamado impulsor, se tomó en cuenta la siguiente tabla:

[1] Ver la ficha técnica para el acero AISI 304 en Anexo 4

Tabla 1: Tabla para seleccionar impulsores[2]

			Relaciones		
Servicio	***Impulsor***	***Rango***	***Diámetro del tanque a diámetro del impulsor***	***Altura de tanque a relación de diámetros***	***Impulsores y posición de estos.***
Aplicaciones con alta viscosidad	Turbina Propela Paleta	100% 5% De 75% a 100%	1.5:1 hasta 2.5:1	1:2 hasta 2:1	Sencillos o múltiples
	Viscosidad	Hasta 1,00,000 cps			
Transferencia de calor	Turbina Propela Paleta	100% 5% 25%	Relacionado con otros servicios.	Depende de otros servicios que se lleve a cabo.	Simple o múltiple. Impulsor opuesto a la superficie de transferencia cuando se usan serpentines.
	Volumen por carga	Hasta 50 m3			
Mezclado	Turbina Propela Paleta	50% 100% 15%	3:1 hasta 6:1	Ilimitada	Sencillos o múltiples
	Volumen del tanque	Hasta 5000 m3			
Reacciones en solución (líquidos miscibles)	Turbina	100%	2.5:1 hasta 3.5:1	1:1 hasta 3:1	Sencillos o múltiples
	Propela	50%			
	Paleta	5%			
	Volumen por carga	Hasta 50 m3			

(Valiente & Noriega, 1993)

Mediante esta tabla se determinó que el impulsor o rodete seleccionado es un impulsor tipo turbina, o también conocidas como impulsores tipo "Rushton"; entre los más comúnmente empleadas se encuentran los de 4 y 6 palas; el siguiente paso es realizar el diseño "estándar" de la turbina para lo cual utilizamos las siguientes relaciones:

$$\frac{Da}{Dt} = \frac{1}{3} \qquad \frac{H}{Dt} = 1 \qquad \frac{J}{Dt} = \frac{1}{12}$$

$$\frac{E}{Dt} = \frac{1}{3} \qquad \frac{W}{Da} = \frac{1}{5} \qquad \frac{L}{Da} = \frac{1}{4}$$

(McCabe, Smith, & Harriott, 2007)

[2] Ver la tabla completa en Anexo 2

En donde:

Da = Diámetro del impulsor

Dt = Diámetro del tanque

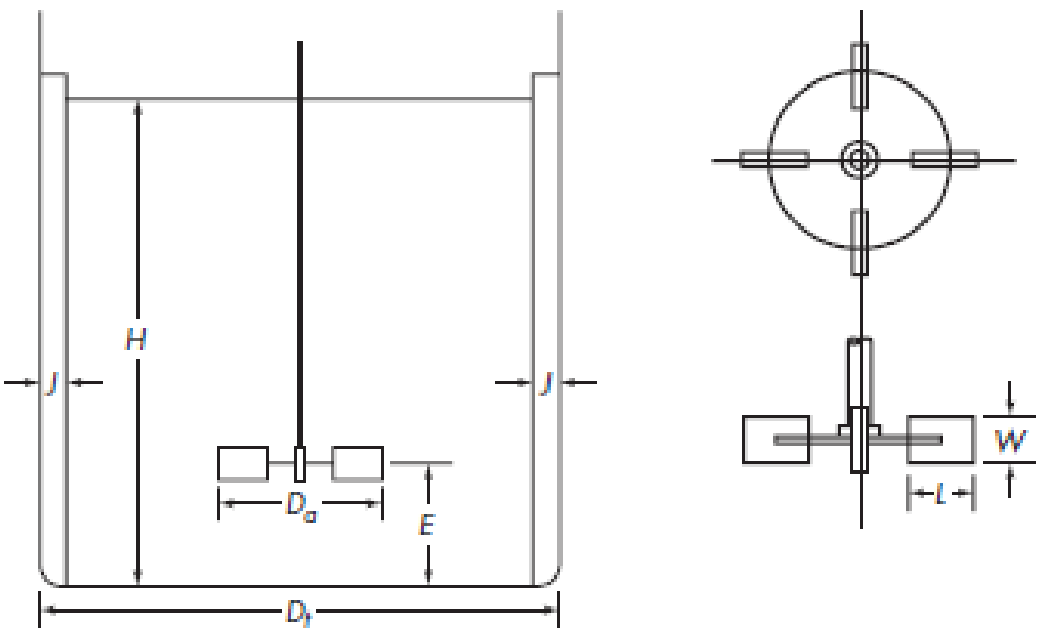
H = Altura óptima del liquido

J = Ancho de los deflectores (de ser necesarios)

W = Ancho de las paletas impulsoras

L = Longitud de las paletas impulsoras

Gráfico 5: Dimensiones para un agitador de turbina



(McCabe, Smith, & Harriott, 2007)

Con esto se logra determinar las dimensiones y la posición del impulsor de turbina, conociendo el diámetro del tanque de agitación, el cual es de 18 cm:

- **Diámetro del impulsor**

$$Da = Dt/3 \qquad \textbf{(Ec. 6)}$$

$$Da = \frac{18\ cm}{3} = 6\ cm$$

El diámetro del impulsor debe ser de 6 cm.

- **Altura del impulsor**

$$E = Dt/3 \qquad \textbf{(Ec. 7)}$$

$$E = \frac{18\ cm}{3} = 6\ cm$$

El impulsor debe estar situado a 6 cm del fondo del recipiente del agitador.

- **Ancho de las paletas impulsoras**

$$W = Da/5 \qquad \textbf{(Ec. 8)}$$

$$W = \frac{6\ cm}{5} = 1.2\ cm$$

El ancho de las paletas impulsoras debe ser de 1.2 cm.

- **Longitud de las paletas impulsoras**

$$L = Da/4 \qquad \textbf{(Ec. 9)}$$

$$W = \frac{6\ cm}{4} = 1.5\ cm$$

La longitud de las paletas impulsoras debe ser de 1.5 cm.

- **Altura optima del líquido**

La altura óptima del líquido, es la altura en la cual el líquido se mezcla perfectamente, o la altura en la que el agitador es más eficiente; en la práctica esta altura puede variar, y la eficiencia de agitación disminuye de cierta forma, pero el agitador sigue cumpliendo su función.

$$H = 1 \times Dt \qquad \textbf{(Ec. 10)}$$

$$H = 1 \times 18 = 18cm$$

La altura óptima del líquido es de 18 cm, despejando el volumen de la ecuación (5) para obtener la altura del líquido, se obtienen el volumen óptimo de agitación.

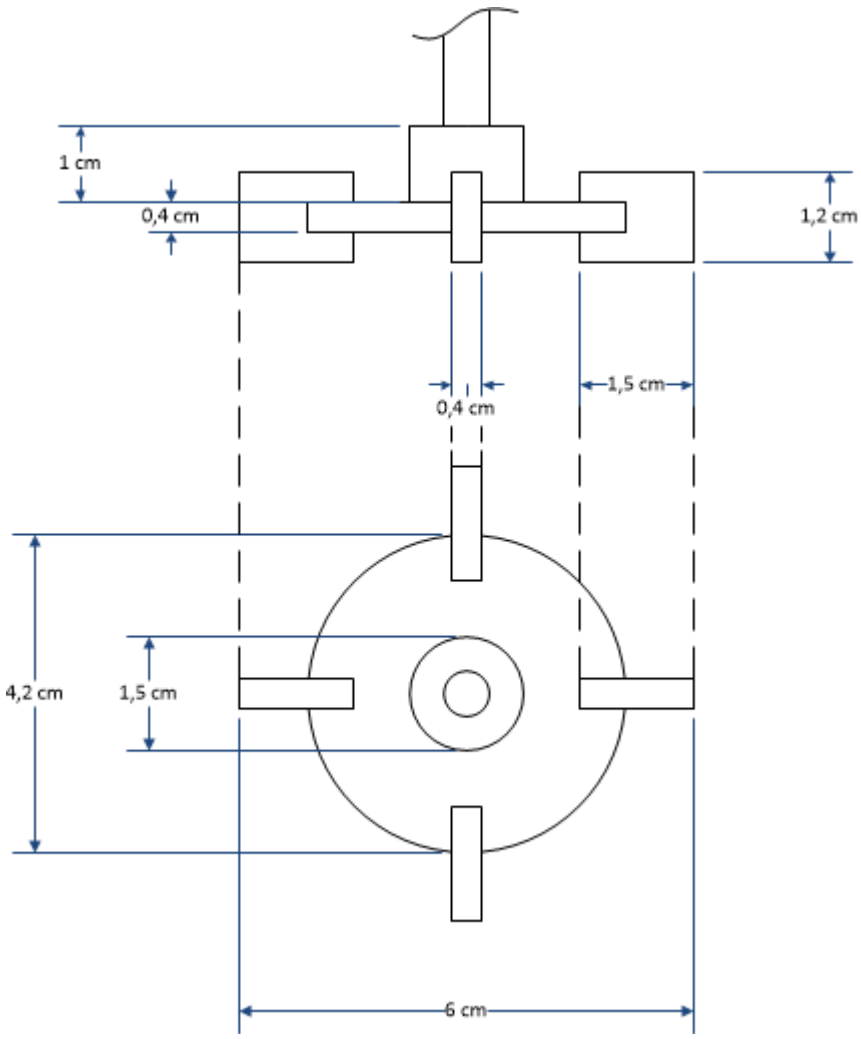
$$Lc = \frac{4 \times Vc}{\pi \times D_i^2}$$

$$Vc = \frac{\pi \times D_i^2 \times Lc}{4} = \frac{4 \times 18}{\pi \times 18^2} = 4580.44\ cm^3$$

Los 18 cms de atura equivalen a un volumen optimo e agitación de 4,5 litros, en este volumen la agitación será la óptima, pero en la práctica este volumen varía dependiendo de la reacción que se realice, y del uso de reactivos; pero el agitador seguirá cumpliendo su función aunque no se encuentre lleno hasta el volumen óptimo.

La siguiente imagen muestra el diagrama del impulsor tipo turbina o también llamado impulsor tipo “Rushton”, el cual fue construido para el reactor con las dimensiones que se calcularon anteriormente.

Gráfico 6: Dimensiones de impulsor tipo turbina



Elaborado por: Julio Coronel

- **Potencia requerida de motor**

Para realizar el cálculo de la potencia requerida del motor para el agitador se deben conocer las características del fluido a ser mezclado, como son principalmente la densidad y

viscosidad (Paul, Atiemo-Obeng, & Kresta, 2004); hay que tomar en cuenta que cuando se realice una reacción estos valores pueden variar en el transcurso del tiempo de reacción, y los productos al finalizar no tendrán la misma densidad ni viscosidad; por esta razón se deberá calcular la potencia para un rango de viscosidades y densidades, para que el mezclado no se vea afectado durante la reacción.

Otro factor que afecta la potencia del agitador es el tipo de impulsor y la velocidad de rotación del mismo, cada tipo de impulsor consume más o menos energía que otros, el agitador seleccionado para el reactor es como se vio anteriormente, un impulsor tipo turbina; por otra parte la velocidad del impulsor es directamente proporcional a la potencia del agitador.

Para el cálculo de la potencia requerida se deben emplear las siguientes fórmulas:

Número de Reynolds

$$N_{Re} = \frac{Da^2 \times N \times \rho}{\mu} \qquad \textbf{(Ec. 11)}$$

(Valiente & Noriega, 1993)

En donde:

Da = Diámetro del agitador

N = Velocidad de rotación

ρ = Densidad del fluido

μ = Viscosidad del fluido

Número de Potencia

$$N_p = \frac{P}{\rho \times N^3 \times Da^5} \qquad \textbf{(Ec. 12)}$$

(Valiente & Noriega, 1993)

En donde:

Da = Diámetro del agitador

N = Velocidad de rotación

ρ = Densidad del fluido

P = Potencia del agitador

Para el cálculo del número de Reynolds se tomó en cuenta la velocidad de agitación, la viscosidad y densidad del fluido; debido a que en el reactor no se trabajará con un solo fluido, y al reaccionar las propiedades fisicoquímicas de este también cambiaran, se tomó un rango de velocidades de agitación desde 0.1 revoluciones por segundo (6 RPM), hasta 100 revoluciones por segundo (6000 RPM); también se tomó una base de cálculo de viscosidades y densidades, usando como base las propiedades del agua (20° C - 100 kPa).

Usando esos datos se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 2: Relación de Reynolds en función de la velocidad de agitación

Da	0,06	(m)
ρ	1000	(kg/m3)
μ	0,000891	(kg/m*s)

Re	N
404,04	0,1
808,08	0,2
1212,12	0,3
1616,16	0,4
2020,20	0,5

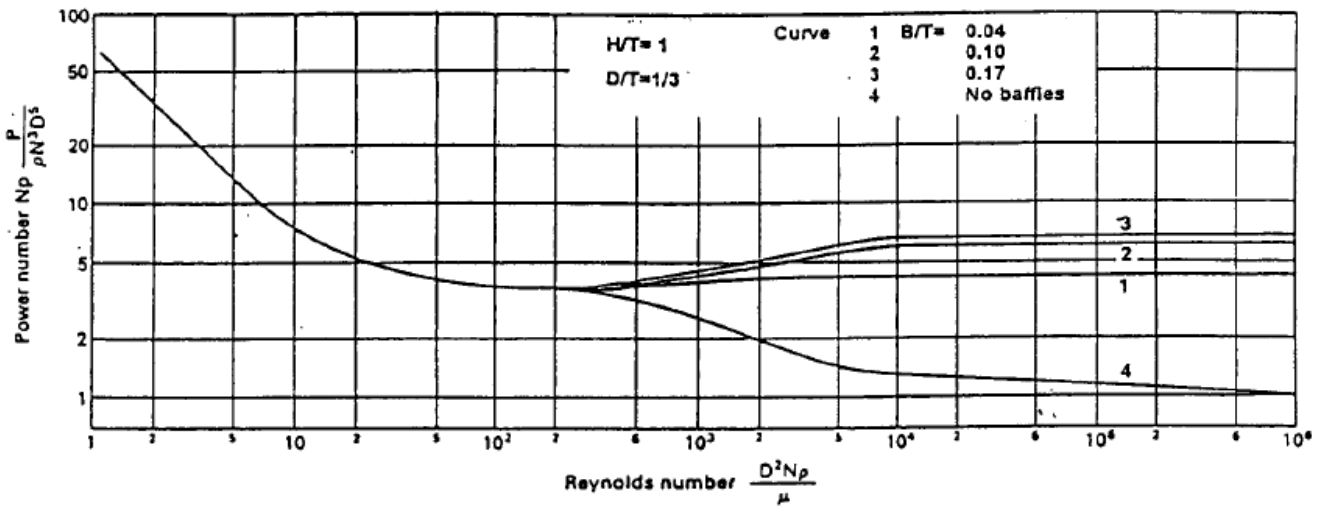
4040,40	1
8080,81	2
12121,21	3
16161,62	4
20202,02	5
24242,42	6
28282,83	7
32323,23	8
36363,64	9
40404,04	10
404040,40	100

Elaborado por: Julio Coronel

En la tabla de resultados se puede observar que el flujo laminar (Re ≤ 2000) termina a N=0.5; el flujo de transición (Re de 2000 a 4000) termina a N=1; y el Flujo turbulento (Re ≥ 4000).

El siguiente paso es determinar el número de potencia (Np) en función del número de Reynolds (Re), para lo cual se usó la siguiente gráfica:

Gráfico 7: Número de potencia (Np) en función de Reynolds (Re) para una turbina tipo "Rushton" con varias estructuras de bafles.

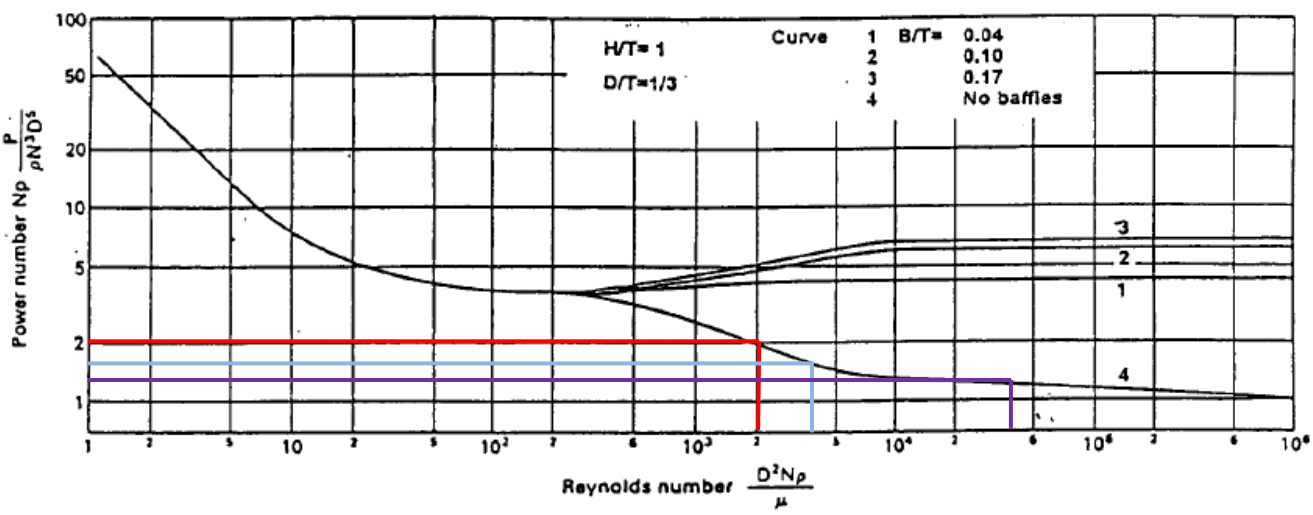


(Wei-Ming-Lu, 2004)

Como se puede ver en el gráfico la curva número 4 corresponde a un recipiente sin deflectores. Normalmente como sostienen (Hayward Gordon LTD, 1998) y (PDHengineer.com, S.F), a medida que el flujo pasa a turbulento el número de potencia tiende a ser constante, es decir que a un flujo laminar, la potencia es independiente de la densidad, pero es directamente proporcional a la viscosidad, la velocidad de agitación y el diámetro del agitador.

Con la gráfica se obtiene el número de potencia para los tres flujos, laminar de transición y turbulento.

Gráfico 8: Número de potencia para tres valores de Reynolds



(Wei-Ming-Lu, 2004)

Para un número de Reynolds de 2000 aproximadamente, se obtiene un número de potencia (Np) de 2, para un Reynolds de 4000, Np = 1.6 y para un Reynolds de 40000, Np = 1.4

Con estos datos obtenemos la potencia requerida, despejando P de la fórmula (12) de número de potencia, los valores de velocidad (N) fueron tomados de la tabla 2 en función del número de Reynolds.

$$N_p = \frac{P}{\rho \times N^3 \times Da^5}$$

$$P = N_p \times \rho \times N^3 \times Da^5$$

Para Re = 2000

$$P = 2 \times 1000 \frac{kg}{m^3} \times (0.5\, s^{-1})^3 \times (0.06m)^5 = 0.0001944 \frac{kg\, m^2}{s^3}$$

$$P = 0.0001944\, W$$

Para Re = 4000

$$P = 1.6 \times 1000 \frac{kg}{m^3} \times (1\, s^{-1})^3 \times (0.06m)^5 = 0.001244 \frac{kg\, m^2}{s^3}$$

$$P = 0.001244\, W$$

Para Re = 40000

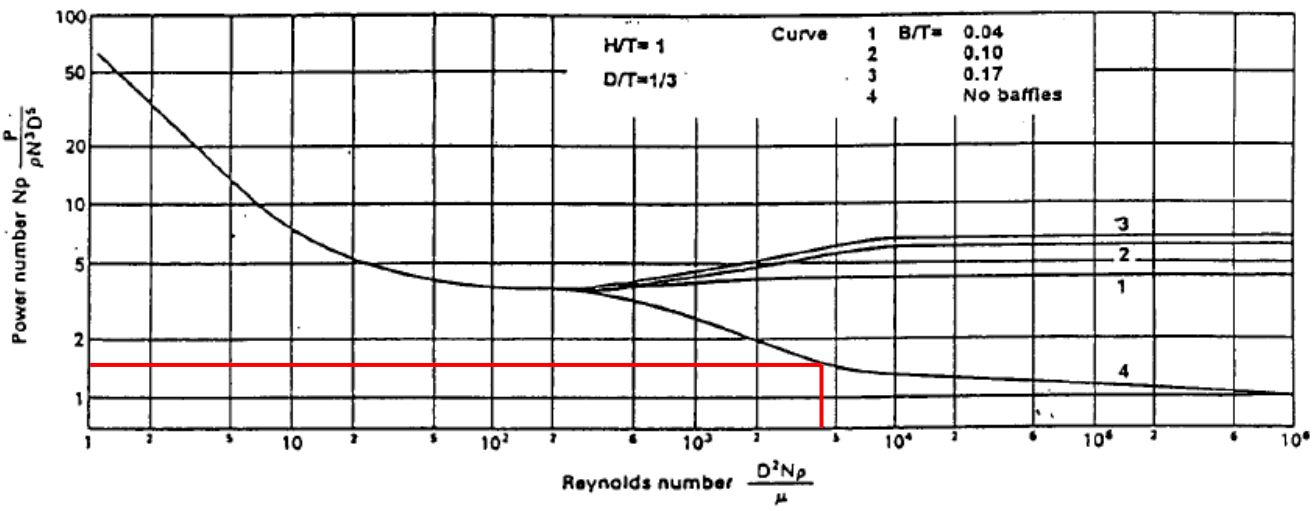
$$P = 1.4 \times 1000 \frac{kg}{m^3} \times (10\, s^{-1})^3 \times (0.06m)^5 = 0.001244 \frac{kg\, m^2}{s^3}$$

$$P = 1.08864\ \mathrm{W}$$

La potencia requerida para agitar una sustancia poco viscosa como el agua es muy poca, apenas llega a 1 W para un régimen muy turbulento. El motor empleado para la agitación del reactor es un motor eléctrico de 100 W, el cual puede alcanzar hasta 6000 RPM que es igual a 100 revoluciones por segundo, si bien la velocidad máxima es 100 RPS no se recomienda trabajar al máximo debido a que la velocidad máxima para la agitación de un reactor a mediana escala es de 2000 RPM, por lo tanto para el cálculo se usó una

velocidad de 50 RPS; con estos datos podemos estimar la viscosidad máxima del líquido que puede entrar al reactor, si se asume que se va a trabajar con un número de Reynolds muy alto (número de potencia bajo) alrededor de 4000; en esta curva el número de potencia no es tan constante como en las anteriores, debido a que esta curva es para un recipiente sin deflectores.

Gráfico 9: Número de potencia para Reynolds de 4000



(Wei-Ming-Lu, 2004)

Con los datos que asumimos obtenemos un número de potencia de aproximadamente 1.1, posteriormente despejando la densidad de las ecuaciones de Reynolds (11) y de número de potencia (12) se obtienen las siguientes expresiones:

$$N_{Re} = \frac{Da^2 \times N \times \rho}{\mu}$$

$$\rho = \frac{N_{Re} \times \mu}{Da^2 \times N} \qquad \textbf{(Ec. 13)}$$

$$N_p = \frac{P}{\rho \times N^3 \times Da^5}$$

$$\rho = \frac{P}{N_p \times N^3 \times Da^5} \qquad \textbf{(Ec. 14)}$$

Si se igualan las expresiones (13) y (14) de densidad y se obtiene:

$$\frac{N_{Re} \times \mu}{Da^2 \times N} = \frac{P}{N_p \times N^3 \times Da^5} \qquad \textbf{(Ec. 15)}$$

Se despeja la viscosidad de la ecuación (15) y se obtiene la siguiente expresión:

$$\mu = \frac{P \times Da^2 \times N}{N_{Re} \times N_p \times N^3 \times Da^5}$$

$$\mu = \frac{P}{N_{Re} \times N_p \times N^2 \times Da^3} \qquad \textbf{(Ec. 16)}$$

Reemplazando los datos existentes en la ecuación (16): (P = 100W; N= 50 RPS)

$$\mu = \frac{100\ W}{4000 \times 1.5 \times (50\ s^{-1})^2 \times (0.06\ m)^3}$$

$$\mu = 0.0308 \frac{kg}{m\ s} = 30.8\ Centipoise$$

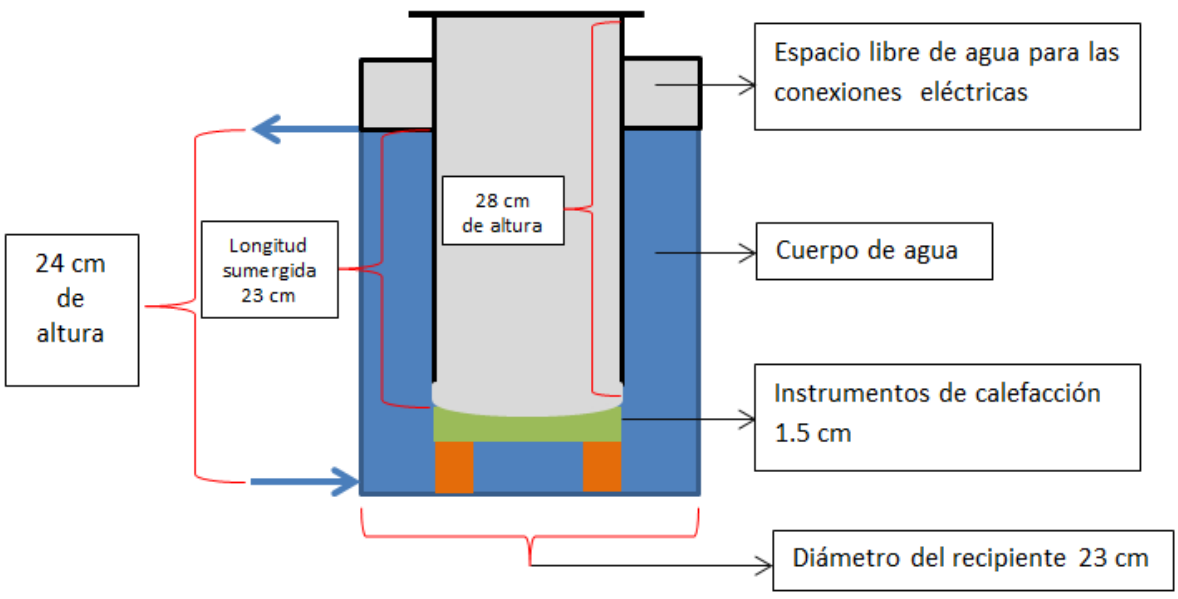
La viscosidad máxima aproximada es de 0.0308 kg/ms o 30.8 centipoise, que es un poco mayor la viscosidad de un aceite vegetal (alrededor de 0.02 kg/ms o 20 centipoise), hay que tomar en cuenta que esta es solo una viscosidad máxima aproximada, debido a que si se disminuye la velocidad de agitación, aumenta el rango de viscosidades que soporta el motor.

2.3.4. TRANSFERENCIA DE CALOR

El reactor se encuentra provisto de una chaqueta calefactora alrededor del recipiente de reacción, esta brindará las condiciones de temperatura necesarios para el estudio cinético de la reacción.

La chaqueta de calefacción está construida de la siguiente manera, como se muestra en el gráfico

Gráfico 10: Distribución de los elementos internos del reactor



Elaborado por: Julio Coronel

Volumen total de la chaqueta:

D= 23 cm

r= 11.5

H= 24 cm

$$V = \pi * r^2 * H \qquad \textbf{(Ec. 17)}$$

$$V1 = \pi * 11.5^2 * 24 = \ 9971.415 \text{ cc } \approx 9.9 \text{ l}$$

Volumen del recipiente sumergido:

$$V2 = \pi * 9^2 * 23 = \ 5852.785 \text{ cc } \approx 5.8 \text{ l}$$

Volumen total del cuerpo de agua:

$$Vt = V1 - V2 = 9.9 - 5.8 = 4.1 \text{ l}$$

El volumen total de agua para el calentamiento es de 4.1 litros.

De esta manera se realizan los cálculos del calor necesario para llevar los 4.1 litros de agua a cierta temperatura requerida.

En este punto en muy importante tomar en cuenta que el reactor está diseñado para que la chaqueta trabaje con agua, sin embargo no se recomienda trabajar con vapor de agua, es decir con temperaturas mayores a los 90 °C debido a que parte del agua se perdería en forma de vapor, también hay que tomar en cuenta que se puede llegar a condensar en el sistema eléctrico, si bien este se encuentra correctamente aislado, es preferible mantenerlo fuera del contacto del agua.

Hay que tomar en cuenta que la temperatura medida es la del interior del reactor, no la de la camisa de calefacción, por lo cual lo cual las temperaturas del interior y de la camisa serán diferentes, la temperatura de la camisa será ligeramente mayor a la del reactor.

Para el cálculo de la potencia requerida del elemento de calefacción del reactor se toma como una base de dato la temperatura máxima que se puede calentar el agua de la chaqueta (90 °C).

Para empezar se debe calcular el calor necesario para llevar el agua de temperatura ambiente (la cual puede variar, aproximada mente entre 15 y 20 °C); como base para el estudio se tomara 20 °C y se aplica la siguiente fórmula para el cálculo:

$$Q = m \times cp \times \Delta T \qquad \textbf{(Ec. 18)}$$

(Venkanna, 2010)

En donde:

Q = calor requerido

m = masa del líquido

cp = calor especifico del líquido

ΔT = diferencia de temperaturas (T2 - T1)

Para obtener la masa de agua simplemente se usa la densidad:

$$\rho = m/v \qquad \textbf{(Ec. 19)}$$

$$m = \rho \times v \qquad \textbf{(Ec. 20)}$$

$$m = 1 \frac{g}{cm^3} \times 4100\, cm^3$$

$$m = 4100\, g$$

Se reemplazan los datos en la fórmula de calor (18)

m = 4100 g ; T2 = 90 °C; T1 = 20 °C ; cp = 4186 J/(Kg °K) = 1 cal/(Kg °K)

$$Q = 4.1\,Kg \times 4186 \frac{J}{Kg\,°K} \times (363.15 - 293.15)$$

$$Q = 4.1\,Kg \times 4186 \frac{J}{Kg\,°K} \times (363.15 - 293.15)$$

$$Q = 1201382\,J$$

De esta forma se puede escoger la mejor resistencia disponible en el mercado. Entre las resistencias disponibles en el mercado es importante tomar en cuenta que estas sean sumergibles, para que puedan calentar correctamente al reactor sin un desgaste o daño temprano de las mismas.

Entre las resistencias disponibles se encuentran de 100 watt; 600 watt y de 1000 watt. Tomando en cuenta que 1 watt es 1 J/s, la potencia es inversamente proporcional al tiempo de calentamiento, es decir a mayor potencia, menor será el tiempo requerido para elevar el agua a cierta temperatura, en este caso a 90 °C.

Se realizó una tabla para comparar el tiempo de calentamiento para cada potencia de las resistencias disponibles y se llegó a la conclusión de que se debe usar una resistencia de 1000 watt debido a que con esta el tiempo de calentamiento del reactor va a ser menor que con el uso de otras resistencias de menor potencia.

Tabla 3: Tiempo de calentamiento para diferentes potencias de resistencias

Tiempo de calentamiento	Potencia (w)		
	100	600	1000
segundos	12013,8	2002,3	1201,4
minutos	200,2	33,4	20,0

horas	3,3	0,6	0,3

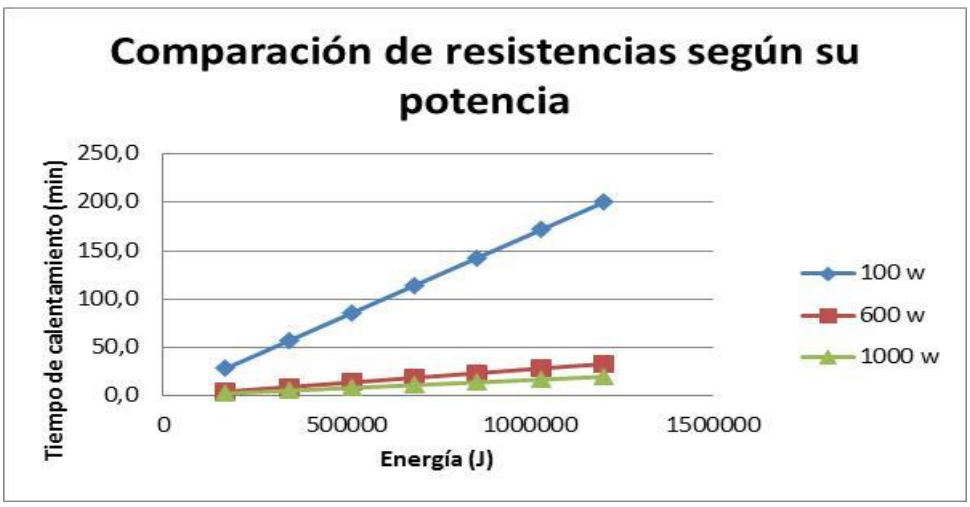
Elaborado por: Julio Coronel

El tiempo de calentamiento y el calor necesario varía según la temperatura de reacción requerida, no siempre se deberá calentar el reactor a 90 °C, para reacciones que requieran una menor temperatura, el tiempo de calentamiento será menor. Como se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 4: Tiempo de calentamiento para diferentes temperaturas y potencia de resistencias.

Temperatura °C	Energía (J)	100 w	600 w	1000 w
		Tiempo (min)	Tiempo (min)	Tiempo (min)
30	171626	28,6	4,8	2,9
40	343252	57,2	9,5	5,7
50	514878	85,8	14,3	8,6
60	686504	114,4	19,1	11,4
70	858130	143,0	23,8	14,3
80	1029756	171,6	28,6	17,2
90	1201382	200,2	33,4	20,0

Gráfico 11: Comparación del tiempo de calentamiento de las resistencias según su potencia.

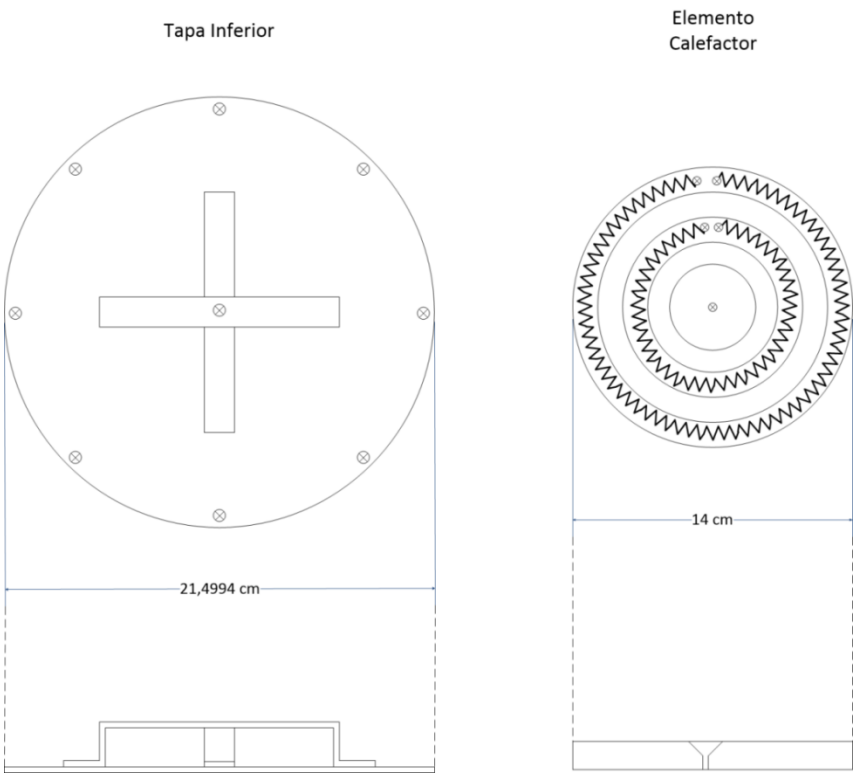


Elaborado por: Julio Coronel

En la gráfica se puede apreciar que entre la resistencia de 600 y 1000 watt no hay mucha diferencia en cuanto se refiere al tiempo de calentamiento para bajas temperaturas, pero a mayor temperatura si existe un mayor intervalo; por lo cual se puede escoger cualquiera de estas dos resistencias para la construcción del equipo. Hay que tomar en cuenta que las unidades de las resistencias comerciales pueden venir en watt o en ohmios dependiendo de los requerimientos de la misma, se puede transformar a ohmios usando la ley de ohm (Brophy, 1979). De todos modos se usó una resistencia de 1000 watt, para que el tiempo de calentamiento sea el menor posible, y que de esta forma se optimice el tiempo a la hora de realizar las prácticas en laboratorio, un aspecto a tomar en cuenta es la homogenización de la temperatura; al calentar más rápido las zonas que se encuentren alejadas de la resistencia tendrán una temperatura menor a las zonas más cercanas a la resistencia. Por esta razón se recomienda precalentar el reactor con anterioridad para asegurar que la temperatura sea la adecuada y homogénea a en todo el equipo.

El siguiente gráfico muestra las dimensiones de la tapa inferior y del elemento calefactor del reactor, en el cual se sitúa la resistencia sumergible de 1000 watt.

Gráfico 12: Dimensiones de la tapa inferior y del elemento calefactor del reactor



Elaborado por: Julio Coronel

2.3.5. CONDICIONES DE OPERACIÓN

Si bien se enfocó al reactor para que pueda ser usado con una amplia gama de reacciones, este tiene sus limitaciones debido a los materiales de construcción, y el diseño en sí como son la presión, volumen y temperaturas máximas.

De esta forma se han tomado en cuenta ciertas condiciones de operación para el reactor, las cuales se deben conocer y tomar en cuenta al momento de realizar cualquier práctica de laboratorio.

Presión de operación:

El reactor no fue diseñado para que trabaje bajo presión, debido a que el recipiente no es completamente hermético; sin embargo puede haber reacciones la cuales liberen cierta cantidad de gases, esto pueden ser liberados por la abertura para tomar muestras o por medio de la válvula de seguridad.

Se ha determinado la presión máxima que puede soportar el recipiente en 10 psi de la siguiente forma:

$$\sigma = \frac{P \times d}{2\,t} \qquad \textbf{(Ec. 21)}$$

(Bansal, 2010)

Dónde:

σ: Resistencia del material

P: Presión

d: Diámetro externo

t: Espesor de la pared

Despejando la presión de la ecuación (12) se obtiene:

$$P = \frac{2\,\sigma\,t}{d} \qquad \textbf{(Ec. 22)}$$

Reemplazando los datos: σ promedio = 234 Mpa; d = 18 cm; t = 2mm

(σ 33938.82 psi; d=7.086 pulgadas; t = 0.078 pulgadas)

$$P = \frac{2 \times 33938.82\ \text{psi} \times 0.078\ \text{pulgadas}}{0.078\ \text{pulgadas}}$$

$$P = 67877.68\ psi$$

Esta sería la presión máxima que puede soportar el recipiente justo ante de que este falle estructuralmente suponiendo que el recipiente es completamente hermético. Para el reactor la presión máxima recomendada es de 10 psi debido a que está sellado por medio de empaques los cuales no soportarían presiones tan elevadas, normalmente la presión que soportan los empaques de caucho sintético que no están diseñados para recipientes a altas presiones es de 12 psi (MERCER, 2014); por esta razón se escogió la válvula de seguridad de 10 psi; para evacuar los gases.

Temperatura de operación:

Como se explicó anteriormente el sistema de calentamiento del reactor se basa en una chaqueta de agua, la cual se calienta por medio de una resistencia sumergible de 1000 watt, por lo cual la temperatura mínima a la que el reactor puede trabajar es a temperatura

ambiente (aproximadamente 20 °C), ya que este no posee un sistema de enfriamiento del agua que se encentra en la chaqueta. Por otra parte debido al punto de ebullición del agua no se recomienda calentar al reactor a una temperatura mayor a los 90 °C, por medidas de seguridad, el sistema de control de temperatura se encuentra calibrado para no sobrepasar los 90 °C, pero dado el caso de requerir una temperatura mayor, se puede cambiar esa configuración para aumentar la temperatura máxima, si este es el caso, se recomienda tomar en cuenta la salida de vapor caliente de agua por el conducto de salida superior en el reactor.

Limitación de sustancias en el reactor:

El recipiente interno del reactor está fabricado completamente en acero inoxidable AISI 304, este acero tiene buena resistencia a varios reactivos químicos pero también tiene sus limitaciones.

Por esta razón no se recomienda trabajar con ácidos muy fuertes como son el ácido clorhídrico y concentrado, o agua regia; se puede trabajar con estos ácidos en concentraciones bajas y a temperatura ambiente de preferencia. Por otra parte, el acero AISI 304 tiene una muy buena resistencia al ácido nítrico, por lo cual no hay restricción al utilizarlo. (Davis, 2000)

Se puede trabajar con ácido sulfúrico a temperatura ambiente con concentraciones de hasta el 80%, a mayores temperaturas se recomienda trabajar con menores concentraciones.

Los aceros de la serie 300 tienen una muy buena resistencia a la corrosión de prácticamente todas las bases débiles a cualquier temperatura; en cuanto a bases fuertes como el hidróxido de sodio, puede haber un ataque por corrosión a altas temperaturas y concentraciones. (Davis, 2000)

El acero 304 muy resistente a ácidos orgánicos, esteres y aldehídos, puede trabajar con concentraciones del 99% a 50 °C sin corrosión alguna. También es resistente a la celulosa, acetatos y ácidos grasos, la resistencia a la corrosión por ácidos grasos es hasta 150 °C a temperaturas superiores puede haber corrosión. (Davis, 2000)

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS

3.1. VALIDACIÓN Y PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO

Existe un sin número de reacciones químicas, las cuales se pueden replicar a nivel de laboratorio, pero no todas son lo suficientemente sencillas para estudiar su cinética o su mecanismo de reacción, esto se debe principalmente a la dificultad de conseguir los reactivos, o la dificultad para medir ciertos parámetros para su estudio cinético, como es la concentración de reactivos o productos, debido a la formación de subproductos, o al uso de algún tipo de catalizador; en ciertos casos es necesario de una instrumentación específica para la medición de parámetros y en otros casos, la velocidad de reacción puede ser tan rápida que sería imposible tomar algún tipo de muestra.

Por estas razones se ha escogido una reacción que presenta facilidad para la toma de muestras y el cálculo de las diversas variables requeridas para su estudio cinético.

La reacción seleccionada fue la saponificación del acetato de etilo, se escogió esta reacción debido a que es fácil medir la concentración de reactivos con métodos convencionales, como son el método conductimétrico (medir conductividad), o el método potenciométrico (medir pH).

Para realizar esta práctica se recopiló información de tres documentos diferentes:

- Tecnología química, Guión de prácticas de laboratorio Universidad de Castilla – La mancha. (Universidad de Castilla - La Mancha, s.f.)
- Cinética De La Saponificación De Un Ester, Chen William, Díaz Jennifer. (Williams & Díaz, 2004)
- Department of Chemistry, Faculty of Applied Sciences Umm Al-Qura University, Practical Physical Chemistry. (Shokry, Fawzy Saad , & Mabrouk, 2013)

La reacción de saponificación del acetato de etilo es la siguiente

$$Na(OH) + CH_3COOC_2H_5 \rightarrow CH_3COONa + C_2H_5OH$$

[Hidróxido de sodio] + [Acetato de etilo] → [Acetato de sodio] + [Etanol]

Esta reacción puede ser tomada como una reacción de segundo orden global y de primer orden para el hidróxido de sodio y el acetato de etilo. (Findlay & Levitt, 1979).

Se adaptó información recopilada de varias prácticas de laboratorio realizadas por varias instituciones, para realizar una sola, ideal para ser estudiada en el reactor. Aunque se puede estudiar una gran variedad de reacciones esta explica muy bien el funcionamiento del reactor y pone en práctica un estudio cinético adecuado para su experimentación.

Reactivos utilizados:

Para realizar la reacción se necesita realizar una solución de 500 ml de acetato de etilo 0.02 N y una de 500 ml de hidróxido de sodio con la misma concentración 0.02 N como medio básico.

Procedimiento:

Antes de empezar a realizar la reacción, se debe precalentar el reactor a la temperatura determinada para realizar el estudio cinético, como se analizó anteriormente a mayor temperatura el reactor tardara más en calentarse; la temperatura debe ser constante a lo

largo de toda la reacción, debido a que la constante de equilibrio k, se ve afectada dependiendo de la temperatura por la ecuación de Arrhenius.

$$k = Ae^{E/(RT)} \qquad \textbf{(Ec. 23)}$$

(Levenspiel, 2004)

En donde:

K = constante de equilibrio

A = factor de frecuencia

E = energía de activación

R = constante de gases ideales

T = temperatura

La cual se puede linealizar utilizando logaritmos neperianos.

$$\ln(k) = \ln(A) - \frac{E}{RT} \qquad \textbf{(Ec. 24)}$$

$$\ln(k) = -\frac{E}{R}\ \frac{1}{T}\ln(A) \qquad \textbf{(Ec. 25)}$$

Si se grafica ln (k) en función de 1/T se puede calcular la energía de activación de la reacción.

Por esta razón si se va a estudiar la energía de activación de la reacción, se deben hacer por lo menos 2 experimentos a diferentes temperaturas.

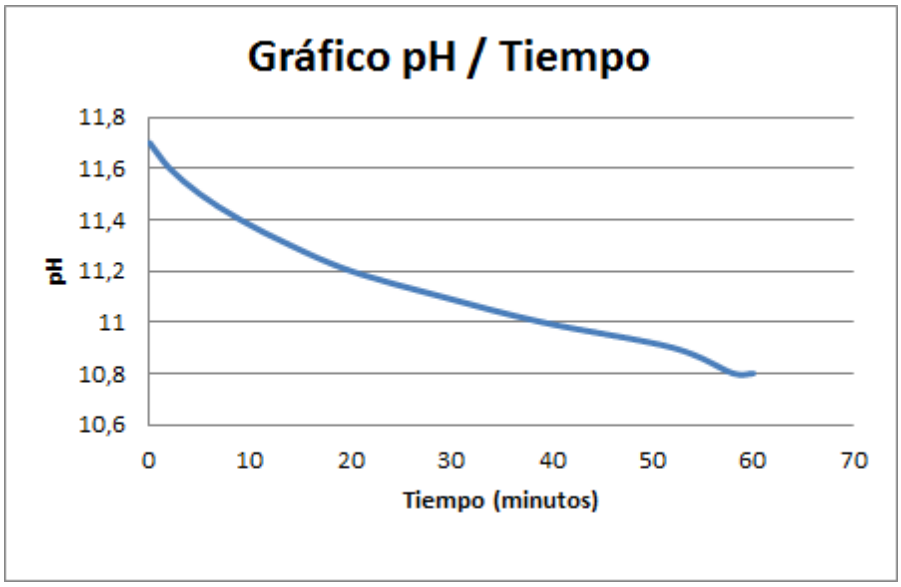
Una vez que el reactor se encuentre a la temperatura deseada se colocan los reactivos en el interior de este, se tapa el reactor y se prende el agitador a una velocidad moderada, inmediatamente se toman valores del pH, con la ayuda de un potenciómetro cada minuto, o si se desea ser un poco más preciso cada 30 segundos. Los resultados experimentales fueron de forma resumida:

Tabla 5: Tiempo en función de pH

Tiempo (min)	pH
0	11,7
2	11,6
5	11,5
9	11,4
14	11,3
20	11,2
29	11,1
39	11
52	10,9
58	10,8
60	10,8

Elaborado por: Julio Coronel

Gráfico 13: Tiempo en función del pH



Elaborado por: Julio Coronel

Para transformar el pH a concentración de Na(OH) primero se debe transformar el pH a pOH que la cantidad de (OH), para esto se utiliza la siguiente relación:

$$14 = \text{pH} + \text{pOH} \qquad \textbf{(Ec. 26)}$$

$$\text{pOH} = 14 - \text{pH} \qquad \textbf{(Ec. 27)}$$

(Harris, 2003)

Por lo tanto se resta a 14 el valor del pH y se obtiene el valor de pOH.

Para conocer la concentración de Na(OH) a partir del pOH se debe convertir el valor de pOH a concentración molar de (OH), para lo cual se usa la siguiente fórmula:

$$pOH = -\log[OH^-] \qquad \textbf{(Ec. 28)}$$

(Harris, 2003)

De esta forma se obtienen los resultados en función de la concentración de OH, pero como el hidróxido de sodio es una base fuerte, se sabe que todos los iones (OH^-) se disocian por lo que la concentración será la misma concentración que la de Na(OH).

Si se tiene una concentración molar de 0,5 M de Na(OH)

$$\underset{0,5M}{Na(OH)} \rightarrow Na + OH^-$$

Debido a que el hidróxido de sodio es una base fuerte, la reacción transcurre por completo, es decir que la concentración de (OH^-) será de 0,5 M por lo tanto se puede decir:

$$0,5M = [OH^-]$$

$$pOH = -\log 0,5$$

(Harris, 2003)

Es decir que la concentración molar de OH- será la misma concentración molar que la del Na(OH). Los resultados de la concentración de Na(OH) en función el tiempo son los siguientes usando la siguiente fórmula:

$$[NaOH] = [OH^-] = 10^{-pOH} \quad \textbf{(Ec. 29)}$$

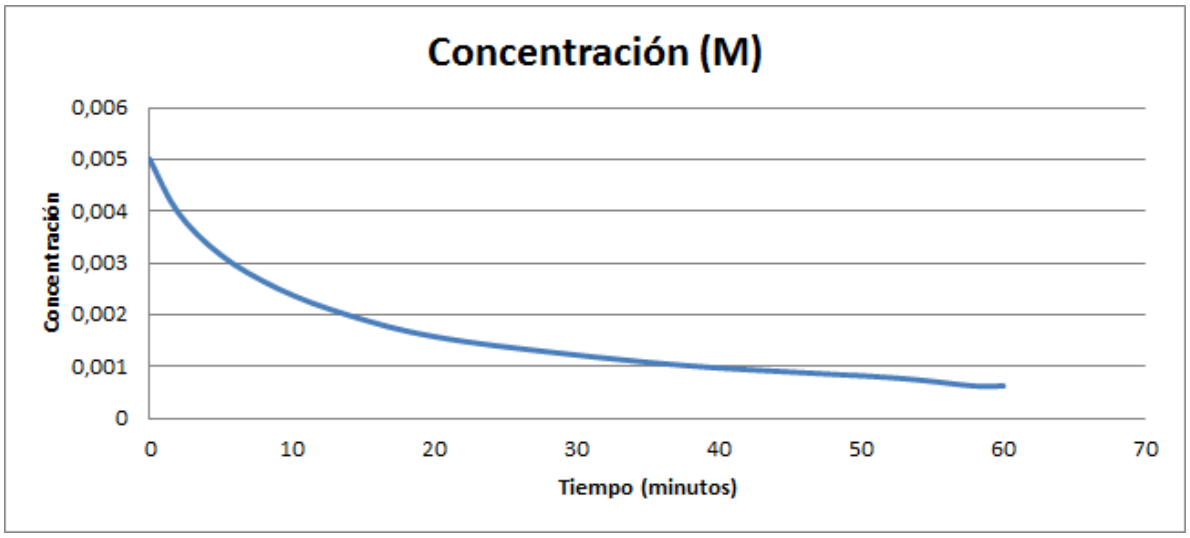
(Harris, 2003)

Tabla 6: Tiempo en función de la concentración

Tiempo (min)	Concentración (M)
0	0,00501
2	0,00398
5	0,00316
9	0,00251
14	0,00199
20	0,00158
29	0,00126
39	0,001
52	0,00079
58	0,00063
60	0,00063

Elaborado por: Julio Coronel

Gráfico 14: Tiempo en función de la concentración



Elaborado por: Julio Coronel

Analizando la gráfica se puede apreciar que la concentración de hidróxido de sodio baja rápidamente hasta los 20 minutos, y de los 20 minutos en adelante continúa bajando pero de una forma menos abrupta. Esto se debe al consumo de hidróxido de sodio por la reacción de saponificación, la velocidad de reacción es proporcional a la concentración de reactivos, en cuanto mayor sea la concentración de reactivos, mayor será la velocidad de reacción, y a medida que la concentración disminuya la velocidad también se verá reducida.

Para poder calcular la constante de equilibrio (k) se puede asumir que la ecuación cinética es la siguiente:

$$\frac{dCa}{dt} = -k\, Ca^n \qquad \textbf{(Ec. 30)}$$

(Universidad de Castilla - La Mancha, s.f.)

En donde n es el orden de la ecuación; si tomamos la ecuación de segundo orden, es decir que n = 2, se obtiene:

$$\frac{dCa}{dt} = -k\, Ca^2 \qquad \textbf{(Ec. 31)}$$

Integrando la expresión:

$$\frac{1}{Ca} = k \times t + \frac{1}{Ca_o} \qquad \textbf{(Ec. 32)}$$

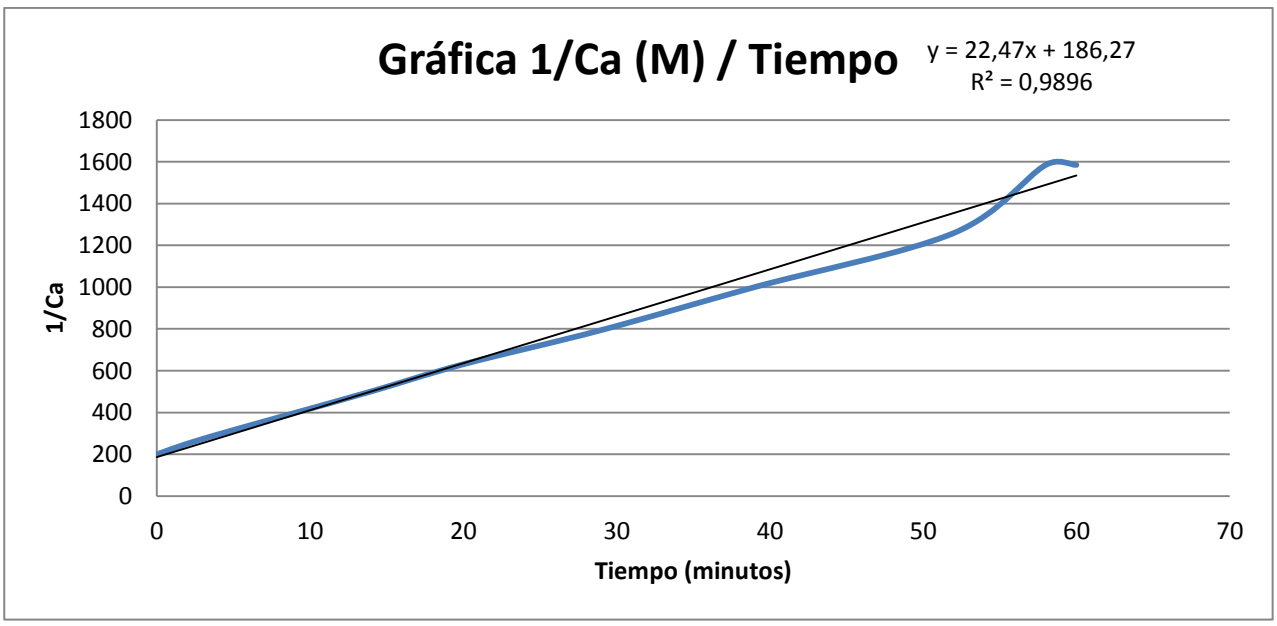
En donde k es la pendiente de la curva, por lo tanto se realiza una gráfica de 1/Ca en función de t, se puede obtener la ecuación de la curva por medio de una regresión lineal.

Tabla 7: Tiempo en función de 1/Ca

Tiempo (min)	1/Ca (M)
0	199,526
2	251,189
5	316,228
9	398,107
14	501,187
20	630,957
29	794,328
39	1000
52	1258,925
58	1584,893
60	1584,893

Elaborado por: Julio Coronel

Gráfico 15: Tiempo en función de 1/Ca



Elaborado por: Julio Coronel

Como se puede ver en la gráfica, la función es casi una línea recta, por lo cual si se realiza una regresión lineal se obtiene un R^2 de 0.9896 lo que significa que el 99.4 % de los datos se ven representados en la ecuación de la recta: y = 22.47 X + 1862.7

Usando esta ecuación obtenemos el valor de la pendiente que en este caso es el valor de la constante de equilibrio k. +

- K = 22,47 L/mol*min (a 30 °C)

Para obtener la velocidad de reacción se reemplaza el valor de k de la ecuación 31, para un valor de concentración determinado (se tomó el valor de 0,003162278 M como ejemplo, el cual fue el valor de la concentración a los 5 minutos):

$$\frac{dCa}{dt} = -k\,Ca^2$$

$$\frac{dCa}{dt} = -22{,}47\ \mathrm{L/mol} * \mathrm{min} \times (0{,}003162278\ \mathrm{M})^2$$

$$-ra = -2{,}247 \times 10^{-4}\ mol/L * \mathrm{min} = 0.000247\ mol/L\ * min$$

Otra manera de medir la concentración del hidróxido de sodio, es mediante el método conductimétrico.

Para realizar una medición con este método primero se debe realizar una curva de calibración para el conductímetro, para esto se debe elaborar una curva de calibración con tres concentraciones conocidas de hidróxido de sodio. Con estas sustancias de concentraciones conocidas de hidróxido, se mide la conductividad a partir de la sustancia con menor concentración a la de mayor concentración.

Una vez tomados los datos de conductividad para las 3 concentraciones, se realiza un gráfico de concentración del hidróxido de sodio en función de la conductividad, esta grafica debe ser una recta inclinada. De esta recta se obtiene la ecuación de la recta, con la cual se

puede obtener el valor de la concentración para cualquier medida de conductividad. Desde este punto se realiza el mismo procedimiento para obtener la constante de equilibrio k que con el método potenciométrico.

3.2.OTRAS PRÁCTICAS SUGERIDAS

Si bien es posible realizar una gran cantidad de prácticas en un reactor de laboratorio, en ciertos casos se dificulta la medición de ciertos parámetros como es la concentración de especies químicas específicas, lo cual limita las reacciones que se pueden realizar para un estudio cinético.

Otra práctica sugerida para realizarla en el reactor es la transesterificación de un ácido graso para obtener metil-ésteres, este es el caso de la transesterificación básica del aceite de palma para obtener biodiesel. Si bien esta práctica no se realizó para probar el funcionamiento del reactor, es una opción factible para realizar un estudio cinético con el uso del reactor batch. Para realizar esta práctica se requiere de otros equipos de medición como es un cromatógrafo GPC (cromatógrafo de permeación en gel). O se puede remitir las muestras para su análisis a ciertas instituciones que dispongan del equipo.

El biodiesel se crea a partir de la transesterificación de cadenas largas de triglicéridos (TG) en unas más pequeñas, en presencia de un catalizador ácido o básico. Hay tres reacciones simultáneas que forman productos intermedios, que son diglicéridos (DG) y monoglicéridos (MG), que al final resultan en la producción de 3 moles de metil-ésteres y 1 mol de glicerol (GL). (D. Darnoko & Munir, 2000)

Reacción global:

$$\mathrm{TG} + 3\mathrm{ROH} \xrightarrow{\text{Catalizador}} 3\mathrm{R'CO_2} - \mathrm{R} + \mathrm{GL} \qquad \textbf{(Ec. 33)}$$

(D. Darnoko & Munir, 2000)

Mecanismo de reacción:

Triglicéridos

$$\mathrm{TG} + \mathrm{ROH} \underset{k4}{\overset{k1}{\rightleftarrows}} \mathrm{DG} + \mathrm{R'CO_2} - \mathrm{R} \qquad \textbf{(Ec. 34)}$$

Diglicéridos

$$\mathrm{DG} + \mathrm{ROH} \underset{k5}{\overset{k2}{\rightleftarrows}} \mathrm{MG} + \mathrm{R'CO_2} - \mathrm{R} \qquad \textbf{(Ec. 35)}$$

Monoglicéridos

$$\mathrm{MG} + \mathrm{ROH} \underset{k6}{\overset{k3}{\rightleftarrows}} \mathrm{GL} + \mathrm{R'CO_2} - \mathrm{R} \qquad \textbf{(Ec. 36)}$$

(D. Darnoko & Munir, 2000)

Reactivos:

- Aceite de Palma
- Etanol 96 °GL
- Solución de hidróxido de potasio 1% en peso disuelto en metanol
- Solución de hidróxido de potasio 0.1 N
- Solución de fenolftaleína 2%
- Tetrahidrofurano grado analítico
- Ácido clorhídrico 0.6 N

Procedimiento:

Se debe caracterizar el aceite de palma por medio de un índice de acidez, lo cual determinara los ácidos grasos libres. El índice de acidez se define como el número de mg de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en 1 gr de grasa. (Machado C., 2010).

Se pesan exactamente 3 gr de grasa en un Erlenmeyer, y se agregan 20 ml de etanol (96 °GL). Se calienta el sistema en baño maría, suavemente hasta que se disuelva totalmente, mientras esta caliente se agregan 5 gotas de fenolftaleína e inmediatamente se titula, con una solución de 0.1 N de KOH, hasta que el color rosado permanezca por 10 segundos. (Machado C., 2010) Para conocer el índice de acidez, se aplica la siguiente formula:

$$Ia = \frac{56.1 \times V \times N}{m} \qquad \textbf{(Ec. 37)}$$

(Machado C., 2010)

En donde:

Ia: índice de acidez

V: volumen del titulante

N: concentración normal del titulante

m: gramos de la muestra

De esta forma se conocen la cantidad de aceite que puede ser transesterificada en un gramo de grasa, para la práctica se usarán 500 gramos de aceite, por lo tanto se calcula cuantos ácidos grasos libres se obtienen en 500 gramos de aceite de palma.

Posteriormente se precalienta el reactor a 60 °C, se llena el reactor con 500 g de aceite de palma, se introduce la solución de metanol con hidróxido de potasio en el reactor en una proporción de 6:1 metanol/aceite (la proporción es de metanol y ácidos grasos libres) se tapa el reactor y se enciende la agitación.

Se toman muestras de 300 miligramos en intervalos de 5 minutos durante un tiempo de reacción de una hora; se introduce la muestras en un tubo de ensayo con 5 mililitros de tetrahidrofurano grado analítico, inmediatamente se agrega una gota de ácido clorhídrico 0.6 N para neutralizar el catalizador. Se ha determinado que esta mezcla detiene la reacción inmediatamente, para su futuro análisis.

Las muestras se analizan mediante una cromatografía de permeación en gel (GPC) para el contenido de triglicéridos (TG), digliceridos (DG), monogliceridos (MG), total de metil-ésteres y glicerol.

Con estos resultados se puede realizar una gráfica de la concentración de los tres compuestos (triglicéridos, diglicéridos y monoglicéridos) en función del tiempo de reacción. De esta manera se podrá apreciar cual es el consumo de cada uno de los reactivos hasta obtener biodiesel.

Se pueden realizar réplicas de la práctica para diferentes temperaturas (55 °C, 60 °C y 65 °C). una vez realizadas las réplicas, se pueden comparar los datos de las gráficas de concentración en función del tiempo y comparar los rendimientos para cada temperatura. De esta forma se puede visualizar la temperatura más adecuada para la reacción, la cual de un mejor resultado en cuanto a rendimiento de productos.

Tomando en cuenta los valores de la constante de equilibrio k para la hidrólisis de triglicéridos, diglicéridos y monogliceridos en diferentes temperaturas, se puede obtener la energía de activación por medio de la ecuación de Arrhenius.

$$k = k1 \exp\left[\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T1} - \frac{1}{T}\right)\right] \quad \textbf{(Ec. 38)}$$

(Foggler, 2008)

En donde:

k1: Constante de equilibrio a cierta temperatura 1

k: Constante de equilibro a cierta temperatura 2

E_a: Energía de activación

R: Constante de gases ideales

T1: Temperatura 1

T: Temperatura 2

Los valores de la constante k vienen dados de estudios previos realizados, de los cuales se realizó la siguiente tabla:

Tabla 8: Constante de equilibrio k para la hidrólisis de triglicéridos (TG), diglicéridos (DG) y monoglicéridos (MG) a diferentes temperaturas.

Glicérido	Temperatura °C	Constante k (%p min^{-1})
TG → DG	50	0.018
	55	0.024
	60	0.036
	65	0.048
DG → MG	50	0.036
	55	0.051
	60	0.070
	65	0.098
MG → GL*	50	0.112
	55	0.158
	60	0.141
	65	0.191
*Glicerol		

(D. Darnoko & Munir, 2000)

3.3. MANUAL DE FUNCIONAMIENTO

Se realizó un manual de operación del equipo, el cual contiene información de seguridad e información importante para evitar accidentes o daños en el equipo.

Antes de realizar cualquier práctica con el reactor primero se debe leer todo el manual de operación. El manual se encuentra detallado en el Anexo 1 de este documento.

3.4. COSTO DEL EQUIPO

A continuación se desglosa el costo de las partes y la mano de obra necesarias para la construcción del reactor batch.

Tabla 9: desglose de costos del equipo

Partes/ mano de obra	Precio Dólares
Acero camisa de calefacción	80
Acero inoxidable	150
Acero tapa	30
Carcasa del panel de control	25
Suelda en acero inoxidable	50
Suelda acero convencional	40
Empaques	60
Control automático de temperatura	80
Componentes eléctricos	220
Motor eléctrico	30
Agitador	30
Termocupla	15
Pintura	30
Sistema de calefacción	40
Extras (tornillos, cauchos, tapones, masillas, etc.)	20
Mano de obra en general (Aproximado)	200
Total	**1100**

Elaborado por: Julio Coronel

CAPÍTULO IV

4. DISCUSIÓN

4.1. CONCLUSIONES

Se logró diseñar y construir un reactor tipo batch con agitación y calentamiento para el laboratorio de operaciones unitarias de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK.

Se realizó una prueba de funcionamiento del reactor mediante la réplica exitosa de un estudio cinético de la saponificación del acetato de etilo; en el cual se midieron valores de pH y tiempo para una temperatura de 30 °C, los valores de pH fueron transformados a concentración de hidróxido de sodio para poder obtener el valor de la constante de equilibrio k y la velocidad de reacción.

Los resultados fueron muy parecidos a otras prácticas realizadas, los valores de pH varían en ciertos datos en 0.1; hay que tomar en cuenta que los estudios cinéticos citados no se tiene un control de temperatura efectivo (a diferencia del reactor construido), por lo cual los valores de la temperatura varían entre 33 y 25 °C esto genera cierto error en la medida de los diferentes parámetros.

Se realizó un manual de operación[3] para el correcto uso y manipulación del reactor, junto con un esquema de mantenimiento para evitar un mal funcionamiento del mismo. En el cual también se detallan aspectos de seguridad en cuanto al manejo del equipo.

Con la implementación de equipos de laboratorio se logra enriquecer el proceso de aprendizaje, reforzando los conocimientos teóricos del estudiante mediante un estudio practico.

[3] Ver el manual de funcionamiento en Anexo 1

4.2. RECOMENDACIONES

- Se pueden realizar otras prácticas propias con el uso del reactor, tomando en cuenta las condiciones de operación y limitaciones del mismo.

- Solamente se construyó un impulsor para el agitador de modo que este sea ideal para reacciones en general, este es intercambiable; no se fabricaron otros impulsores, por lo cual si se requiere trabajar con otro tipo de sustancias que requieran otro tipo de impulsores, se pueden fabricar diferentes de acuerdo a las necesidades tomando en cuenta las dimensiones del eje y del diámetro interno dependiendo del impulsor.

- Se recomienda calibrar el potenciómetro para ácidos o bases dependiendo de la reacción de lo contrario puede haber un error en la toma de muestras.

- Si se requiere usar el reactor para alimentos se puede fabricar otro recipiente interno exclusivo para este uso, para que de esta forma los productos no se contaminen con otras sustancias.

- Si se va a trabajar con altas velocidades de agitación, se puede implementar el uso de deflectores o bafles para evitar vórtices en el fluido y de esta forma mejorar el mezclado.

- Se recomienda que antes de usar el equipo se lea el manual de operación y que se tomen en cuenta las recomendaciones del mismo para la programación del mantenimiento.

MATERIALES DE REFERENCIA

- Davis, J. (2000). *Alloy Digest Sourcebook: Stainless Steels.* EEUU: ASM International.
- API. (2005). *API 2350: Overfill Protection for Storage.* Washington D.C.: American Petroleum Institute.
- Bansal, R. (2010). *A Textbook of Strength of Materials.* Delhi: Laxmi Publications.
- Brophy, J. (1979). *Electrónica fundamental para científicos.* España: Reverté.
- Büchi. (SF de SF de 2013). *chemReactors for kilolab and pilot plant.* Recuperado el 18 de Agosto de 2014, de http://www.buchiglas.com/es/productos/reactores-a-presion.html
- Butt, J. (1999). *Reaction Kinetics and Reactor Design.* New York: Marcel Dekker Inc.
- Carberry, J., & Varma , A. (1987). *Chemical reaction and reaction engineering.* New York: MARCEL DEKKER, INC.
- D. Darnoko, & Munir, C. (2000). *Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor.* Illinois: AOCS Fress.
- EMAC. (s.f). *Ficha técnica Acero inoxidable AISI 304.* España: EMAC.
- Findlay, A., & Levitt, B. (1979). *Química Física Práctica de Findlay.* España: Editorial Reverté S.A.
- Foggler, S. (2008). *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas.* México: PEARSON Educación.
- Harris, D. (2003). *Análisis químico cuantitativo.* New York: Editorial Reverté S.A.

- Haruki Furukawa, Yoshihito Kato, Yoshiro Inoue, Tomoho Kato, Yutaka Tada, & Shunsuke Hashimoto. (2012). *Correlation of Power Consumption for Several Kinds of Mixing Impellers.* Japón: See-Jo Kim.
- Hayward Gordon LTD. (1998). *Mixing Fundamentals.* N.A: N.A.
- Levenspiel, O. (2004). *Ingeniería de las reacciónes químicas.* México: LIMUSA S.A.
- Machado C., A. (2010). *Guía de Estudios Química Orgánica II.* Quito: Universidad Central del Ecuador.
- McCabe, W., Smith, J., & Harriott, P. (2007). *Operaciones unitarias en ingeniería química.* México: McGraw-Hill.
- MERCER. (25 de 9 de 2014). Gasket and Shim Materials Guide. Nueva Jersey, Bellmawr, Estados Unidos: MERCER.
- Paul, E., Atiemo-Obeng, V., & Kresta, S. (2004). *Handbook Of Industrial Mixing Science And Practice.* New Jersey: John Wiley & Sons.
- PDHengineer.com. (S.F). *Agitator Design Principles for Pharmaceutical and Biotechnology Applications .* Huston.
- Shokry, H., Fawzy Saad , A., & Mabrouk, E.-S. (2013). *Practical Physical Chemistry.* Department of Chemistry Faculty of Applied Sciences Umm Al-Qura University.
- SUMITEC. (s.f.). *Acero Inoxidable AISI 304.*
- Tominaga, H. (1997). *Chemical Reaction and Design.* New York: Maruzen CO.
- Towler, G., & Sinnott, R. (2009). *Chemical engineering design.* EEUU: Elsevier.
- Universidad de Castilla - La Mancha. (s.f.). *Tecnología química guión de prácticas de laboratorio.* Ciudad Real.

- Uzi, M. (2009). *Principles of Chemical Reactor Analysis and Design.* New Jersey: WILEY.
- Valiente, A., & Noriega, J. (1993). *Manual del Ingeniero Químco.* México D.F.: Limusa S.A.
- Venkanna, B. (2010). *Fundamentals of heat and mass transfer.* New Delhi: PHI Learning Pvt. Ltd.
- Wei-Ming-Lu. (2004). *Multiple Impeller Gas-Liquid Contactors.* Taiwan: RESI Corporation.
- Williams, C., & Díaz, J. (2004). *Cinética de la Saponificación de un Ester.* Caracas.

- Quiroga Quisaguano, Sonia Guadalupe (2006) *"Estudio y optimización de dos reactores existentes en el laboratorio de operaciones unitarias"* recuperado de repositorio digital de la EPN.
- Páez Lara, María Augusta (2011) *"Escalado de la producción industrial de Levadura de Panificación usando dos reactores modelo y un bio-reactor prototipo"* recuperado de repositorio digital de la EPN.
- Crespo Palma, Sara Monserrat (2013) *"Evaluación de la pirolisis térmica de residuos de polietileno proveniente de la producción de banano en un reactor Batch"* recuperado de repositorio digital de la EPN

5. ANEXOS

5.1. Anexo 1

MANUAL DE OPERACIÓN DEL EQUIPO

¡Importante!
Antes de realizar cualquier trabajo con el reactor, lea el manual de operación completamente, para evitar daños en el equipo y por su seguridad.

Información de seguridad:

Antes de operar el equipo, tome en cuenta que estará trabajando con sustancias químicas, asegúrese de usar el equipo de protección adecuado para evitar cualquier accidente durante la operación de este.

Índice

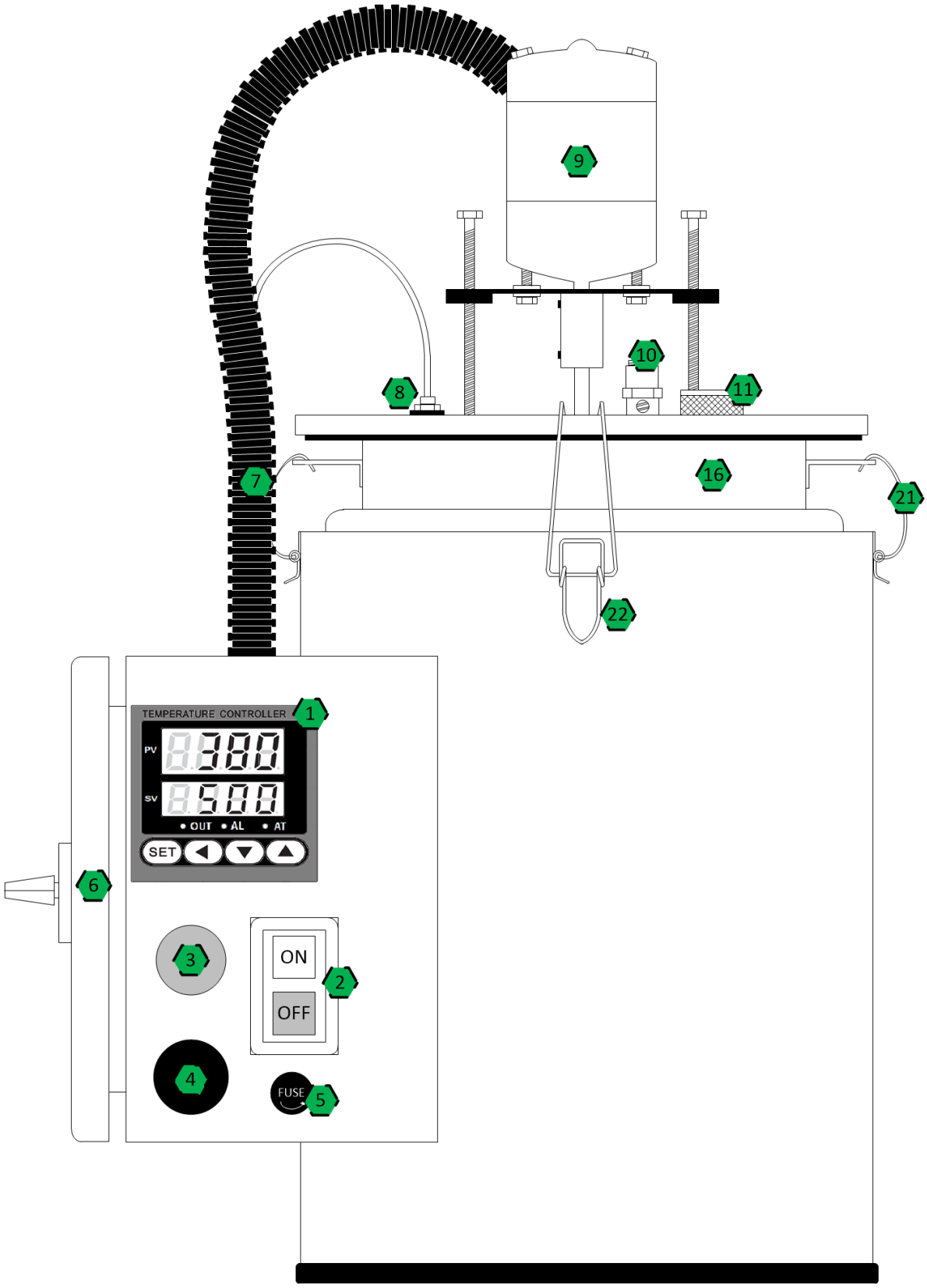
1. Componentes básicos del reactor: 63
1.1. Componentes del control de temperatura digital 65
2. Datos técnicos 66
3. Puesta en marcha 66
4. Precalentamiento del reactor 67
4.1. Sujetar el recipiente interno 67
4.2. Llenado de la camisa de calefacción 68
4.3. Ajustar la temperatura 69
5. Componentes del sistema de control de temperatura 70
5.1. Termocupla 70
5.2. Elemento Calefactor 72
5.3. Control digital de temperatura 72
5.4. Aumentar la temperatura 73
5.5. Disminuir la temperatura 73
6. Manipulación de la tapa del reactor 74
7. Agitación 76
8. Toma de muestras 77
9. Limitaciones 78
10. Mantenimiento 79
10.1. Mantenimiento mensual 79
10.2. Mantenimiento semestral 80
10.3. Mantenimiento anual 80
Manual adjunto del sistema de control de temperatura 82

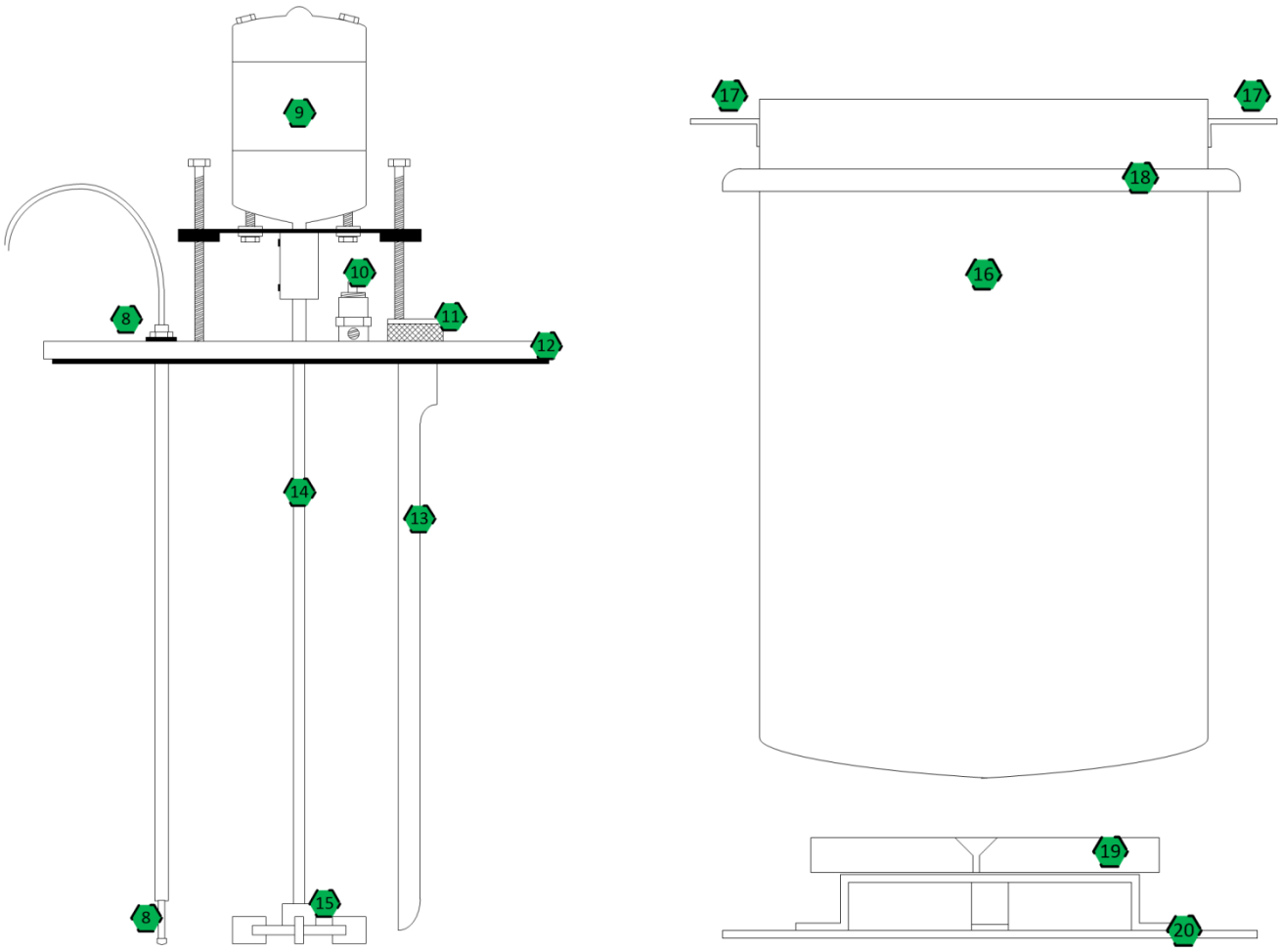
1. Componentes básicos del reactor:

Los componentes que se muestran en la tabla se encuentran enumerados en los siguientes gráficos del reactor.

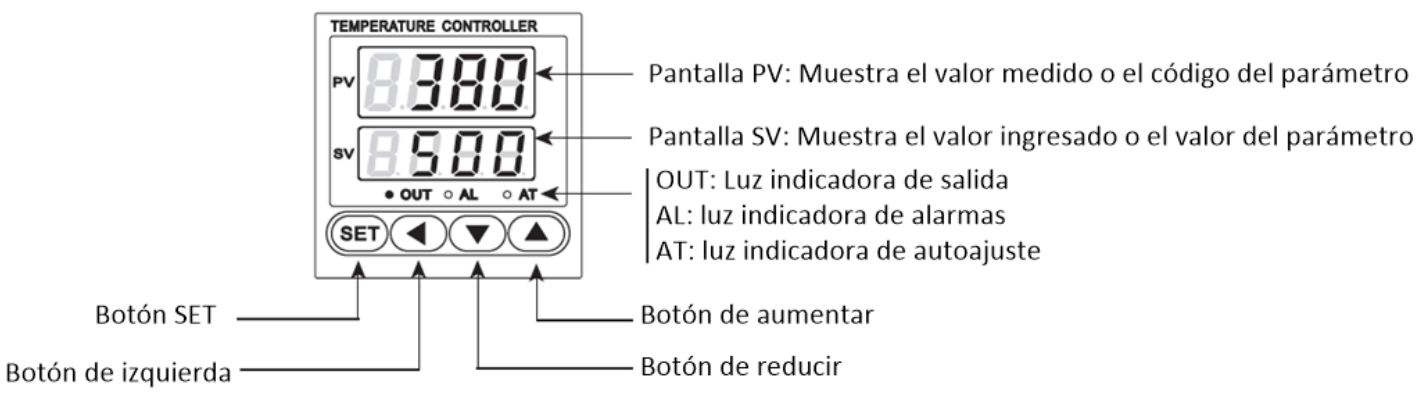
Tabla. 1 Componentes del reactor

Panel de Control	1	Pantalla del control de Temperatura digital
	2	Interruptor
	3	Luz piloto
	4	Regulador de velocidad del motor
	5	Caja del fusible
	6	Compuerta de los componentes eléctricos
	7	Cables de los componentes eléctricos de la tapa
Tapa	8	Termocupla
	9	Motor eléctrico
	10	Válvula de seguridad
	11	Tapa para la toma de muestras
	12	Tapa metálica
	13	Protección para la toma de muestras
	14	Eje del motor
	15	Impulsor (Agitador)
Recipiente interno	16	Recipiente interno de reactor
	17	Agarraderas del recipiente interno del reactor
	18	Empaque del recipiente interno del reactor
Otros	19	Elemento calefactor
	20	Soporte del elemento calefactor
	21	Sujetadores del recipiente interno de reactor
	22	Sujetadores de la tapa del reactor


9
10
8
11
7
16
21
22
TEMPERATURE CONTROLLER
1
PV
300
SV
500
OUT AL AT
SET
6
3
ON
2
OFF
4
FUSE
5



1.1. Componentes del control de temperatura digital



2. Datos técnicos

Tabla. 2 Datos Técnicos

Alimentación	110 V AC
Motor	Jontex® 100 W
Calentamiento	Resistencia sumergible 1000 W
Sensor de temperatura	Termocupla tipo J
Material del sensor de temperatura	Acero AISI 304
Control de temperatura	TOKY® TE7-RB 10W A
Tipo de agitador	Turbina (Rushton) 4 palas
Diámetro del agitador	6 cm
Material del agitador	Acero AISI 304
Alto del recipiente interno	26 cm
Diámetro del recipiente interno	18 cm
Material del recipiente interno	Acero AISI 304
Ancho total	37 cm
Alto total	45 cm
Volumen máximo	5 litros
Volumen mínimo	500 mililitros

3. Puesta en marcha

Para poner en marcha el reactor primero se debe enchufar el equipo en un tomacorriente de 110V AC, una vez conectado presionar el botón "ON" del interruptor situado en el panel de control del reactor, enseguida se encenderá la luz piloto situada a la izquierda del botón de encendido "ON"; esto indica que el reactor se encuentra listo para operar.

⚠ ADVERTENCIA

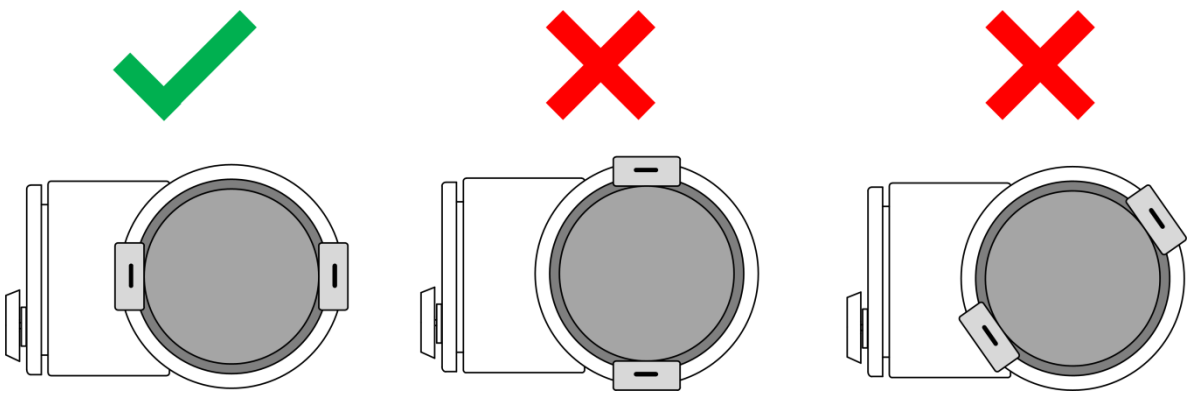
No conecte al equipo en una fuente de 220V AC, esto causara un daño permanente en el sistema eléctrico del equipo; puede haber riesgo de electrocución.

4. Precalentamiento del reactor

Para que el reactor se encuentre a las condiciones de temperatura deseadas al momento de realizar la reacción, es importante precalentarlo. Al precalentar el reactor se debe seguir una serie de pasos para evitar inconvenientes.

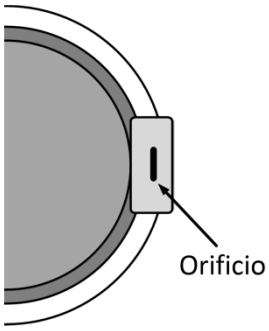
4.1. Sujetar el recipiente interno

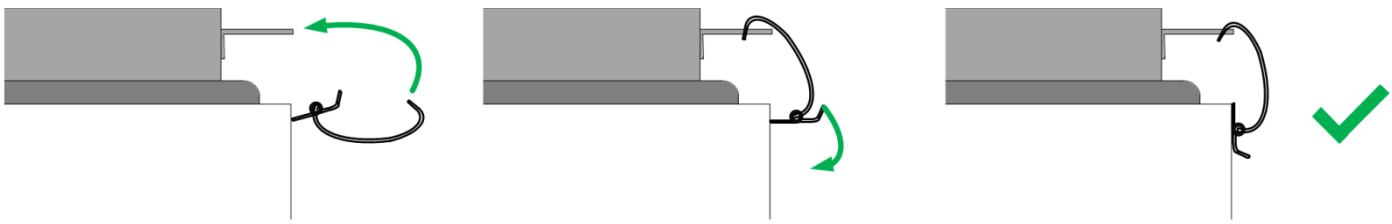
Antes de llenar la camisa de calefacción primero se debe colocar el recipiente interno del reactor en su puesto, esto se logra colocando las agarraderas del reactor apuntando hacia los extremos y no hacia el centro ni de forma diagonal.



Posteriormente se debe asegurar el recipiente interno con los sujetadores que se encuentran debajo de las agarraderas.

Se debe colocar los sujetadores en los orificios que se encuentran en cada agarradera del recipiente; una vez que se encuentren en posición se debe empujar el broche del sujetador hacia abajo como se muestra en el diagrama.





4.2.Llenado de la camisa de calefacción

La camisa del reactor está diseñada para que funcione con agua, por lo cual al momento de llenarla no use ninguna sustancia que no sea agua, el uso de otras sustancias en la camisa de calefacción puede disminuir el tiempo de vida útil de los componentes internos del reactor.

Una vez sujeto el recipiente interno se puede llenar la camisa; para realizarlo se debe conectar al reactor a una fuente de agua, posteriormente se debe abrir la válvula en orificio inferior del reactor, una vez abierta la válvula se deja correr agua hasta que esta empiece a

salir por el orificio superior del reactor; cuando esto suceda detenga el llenado y cierre la válvula del reactor.

4.3. Ajustar la temperatura

Debido a que la camisa de calentamiento del reactor está diseñada para que trabaje con agua, la temperatura de trabajo máxima recomendada del reactor es de 90 °C, no se recomienda trabajar a temperaturas mayores debido a la evaporación del agua. El sistema de control de temperatura está ajustado para no calentar a una temperatura mayor a los 90 °C, pero si se requiere aumentar la temperatura se puede cambiar este ajuste con el manual adjunto del sistema de control de temperatura; si se van a cambiar estos ajustes se debe evitar que la camisa se quede sin agua debido a la evaporación, por lo cual se debe revisar constantemente el nivel de agua que se encuentra en el reactor.

Para ajustar la temperatura debe seguir los siguientes pasos:

(1) Después de encender el equipo, presione el botón de izquierda "◄", los valores de la pantalla SV empezaran a parpadear, continúe pulsando el botón "◄" hasta que el valor que desee cambiar empiece a parpadear.

(2) Una vez que se encuentre parpadeando el valor a cambiar, presione los botones aumentar "▲" para aumentar el valor seleccionado o disminuir "▼" para disminuir el valor seleccionado.

(3) Una vez que se ha cambado al valor deseado presione el botón "SET", y automáticamente el sistema de control de temperatura empezará funcionar.

(4) Coloque la tapa del reactor con la termocupla, o solamente coloque la termocupla en el recipiente interno del reactor.

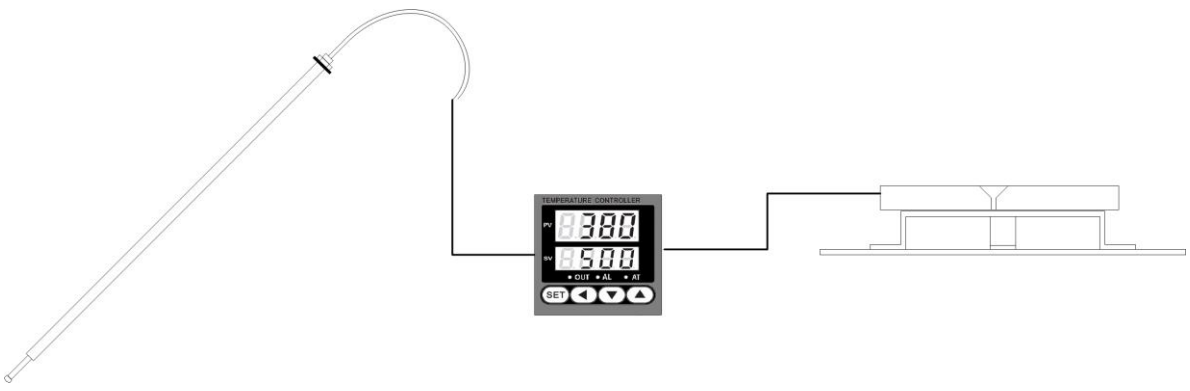
¡Importante!

No se recomienda cambiar los valores ajustados de la configuración del sistema de control de temperatura. Si se requiere cambiar algún valor de la configuración remítase al manual de usuario del control de temperatura "TE-W Series Temperature Controller User Manual" adjunto a esta guía.

El proceso de precalentamiento del reactor puede tomar unos minutos, dependiendo de cuanto se requiera aumentar la temperatura.

5. Componentes del sistema de control de temperatura

El sistema de control de temperatura del reactor cuenta con tres componentes básicos: termocupla, control digital de temperatura y el elemento de calefacción. Estos tres elementos cumplen diferentes funciones en el reactor.

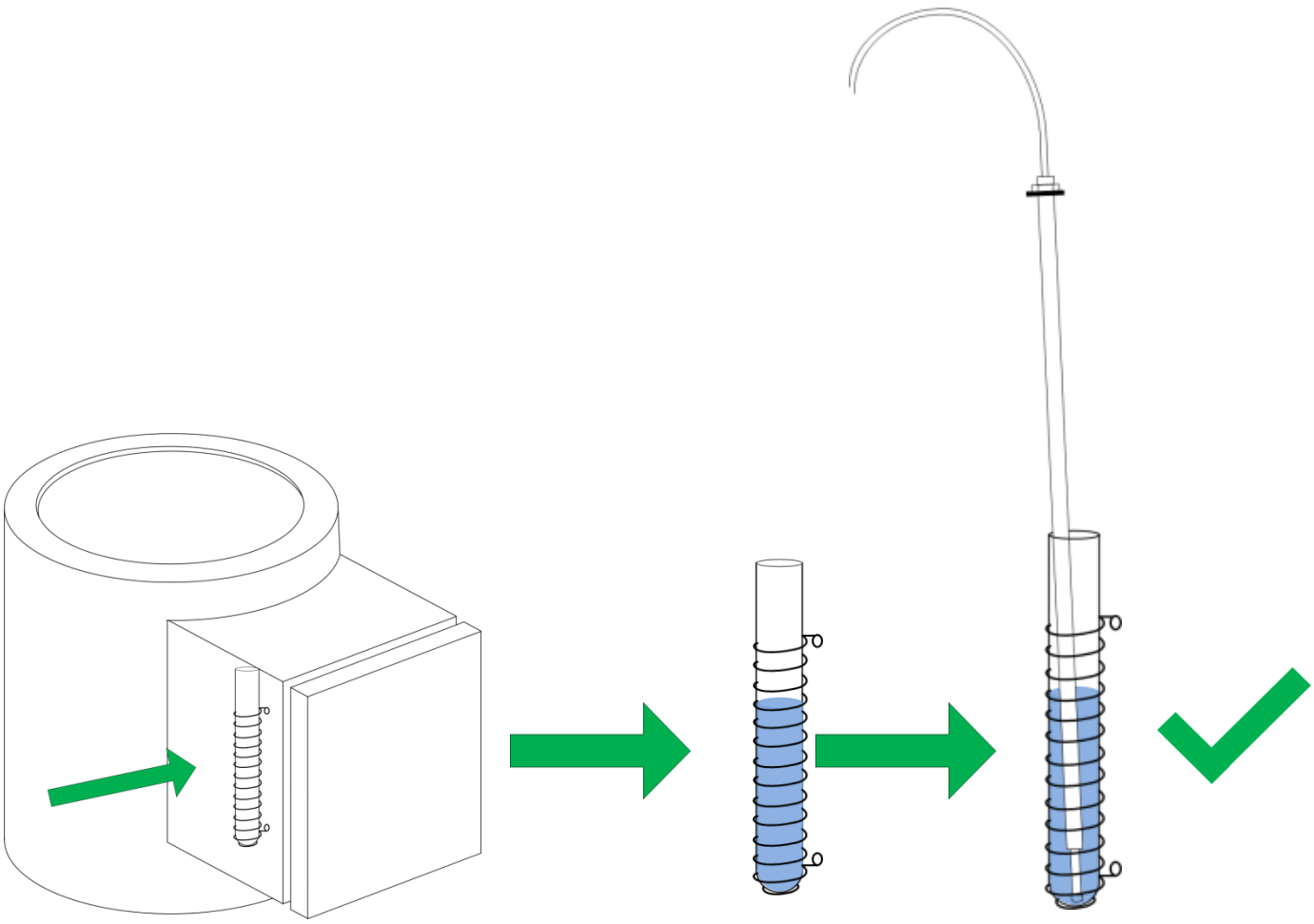


5.1. Termocupla

La termocupla se encuentra en la tapa del reactor, se encarga de medir la temperatura dentro del reactor, esta se debe encontrar siempre en contacto con el fluido que se está midiendo la

temperatura, de lo contrario se obtendrán valores irreales de la temperatura.

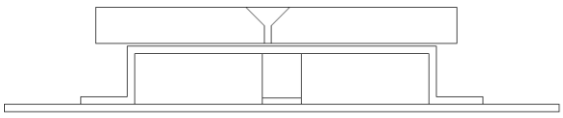
La termocupla es un elemento sensible y se la debe manipular con cuidado; se la puede retirar del reactor fácilmente, debido a que esta no está pegada a la tapa. En la parte posterior del reactor se encuentra un tubo de vidrio para reposar a la termocupla cuando no se esté utilizando, se puede llenar el tubo de vidrio hasta la mitad con agua destilada para mantener limpio el sensor de la termocupla.

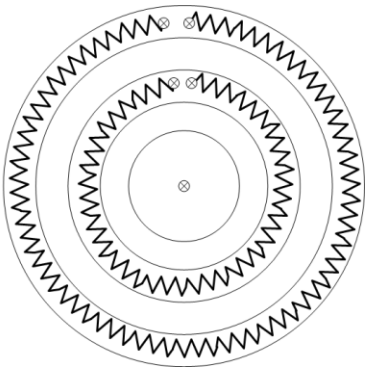


En el gráfico se aprecia el soporte del tubo de vidrio para reposar la termocupla, se debe llenar hasta la mitad con agua destilada para mantiene limpia la termocupla.

5.2. Elemento Calefactor

El elemento calefactor del reactor se encarga de aumentar la temperatura de la camisa de calefacción; consiste en una resistencia sumergible de 1000 watt y una pieza cerámica que





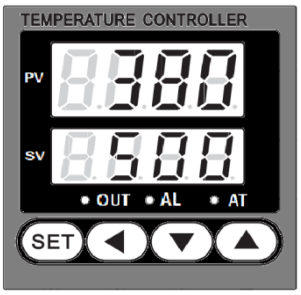
sostiene y cubre la resistencia. Este elemento se encuentra atornillado a la base del reactor.

⚠ ADVERTENCIA

No toque el elemento calefactor del reactor mientras se encuentre conectado, o después de usarlo, este puede llegar a temperaturas muy altas; pude sufrir quemaduras.

5.3. Control digital de temperatura

El control digital de temperatura se encuentra en el panel de control del reactor, este se encarga de controlar que el elemento calefactor se encienda o apague según las medidas de temperatura de la termocupla y los valores de temperatura ingresados. En el capítulo anterior se vio como ajustar la temperatura para el precalentamiento; también se puede cambar la temperatura mientras el reactor se encuentra en funcionamiento.



5.4. Aumentar la temperatura

Para aumentar la temperatura del reactor mientras está en funcionamiento se realiza el mismo procedimiento visto en el capítulo anterior:

(1) Después de encender el equipo, presione el botón de izquierda "◄", los valores de la pantalla SV empezaran a parpadear, continúe pulsando el botón "◄" hasta que el valor que desee cambiar empiece a parpadear.

(2) Una vez que se encuentre parpadeando el valor a cambiar, presione los botones aumentar "▲" para aumentar el valor seleccionado o disminuir "▼" para disminuir el valor seleccionado.

(3) Una vez que se ha cambado al valor deseado presione el botón "SET", y automáticamente el sistema de control de temperatura empezará funcionar.

5.5. Disminuir la temperatura

El reactor no tiene un dispositivo interno el cual le permita reducir la temperatura de forma automática; si se requiere bajar la temperatura del reactor se puede realizar uno de los siguientes procedimientos:

a) Cambiar el agua de la camisa de calefacción: primero se debe cambiar la temperatura en el control de temperatura digital, de lo contrario este seguirá calentando, posteriormente

se abre la válvula de entrada al reactor y se deja salir toda el agua caliente, cuando la camisa se encuentre vacía se la llena nuevamente con agua fría.

b) Ingresar una corriente de agua: si no se desea vaciar por completo la camisa, se puede ingresar una corriente de agua al reactor por la parte inferior, se deja correr el agua hasta que empiece a salir por la parte superior. No ingrese un caudal muy grande de agua al reactor debido a que la presión del agua puede mover el empaque del recipiente interno del reactor lo cual puede dañar los componentes electros.

6. Manipulación de la tapa del reactor

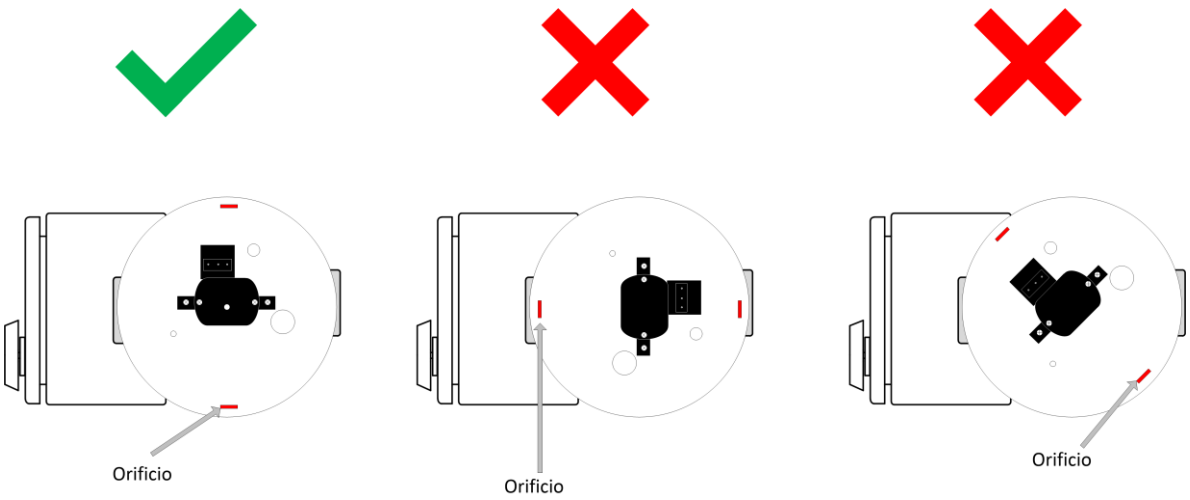
En la tapa del reactor se encuentran cuatro componentes principales: la termocupla, la válvula de seguridad, el sistema de agitación y una admisión.

El reactor no está diseñado para soportar altas presiones, tampoco es completamente hermético, si se trabaja con reacciones con desprendimiento de gases, es posible que una cantidad del producto se pierda. Por seguridad se ha implementado una válvula para evitar la acumulación de presión dentro del reactor.

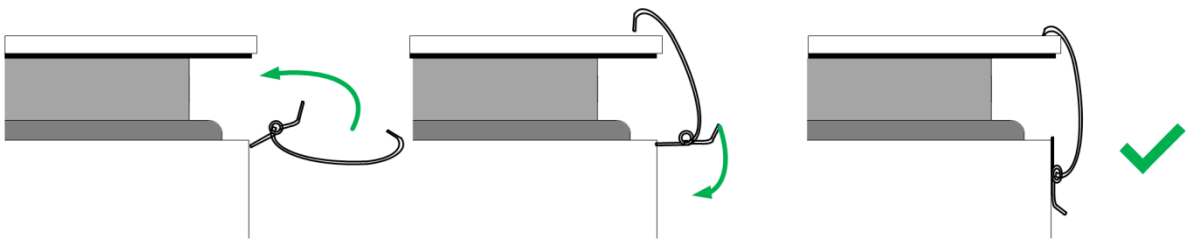
¡Importante!
No remueva ni obstruya la válvula de seguridad del reactor puede causar defectos en su funcionamiento a futuro.

Siempre que utilice el reactor deberá taparlo adecuadamente y asegurar correctamente la tapa en su posición; al igual que el recipiente interno, la tapa está provista con sujetadores para evitar que se mueva o que esta caiga.

Para asegurar la tapa coloque los orificios de forma vertical, no de forma horizontal ni de forma diagonal.



Ajuste los sujetadores de la tapa de la misma forma que se justó el recipiente interno.



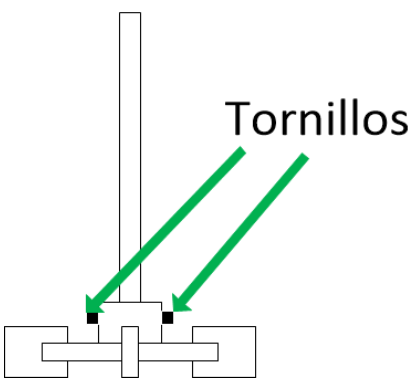
Cada vez que retire la tapa de su lugar asegúrese de desconectar el motor eléctrico y retirar la termocupla para evitar dañarla o doblarla. Coloque la tapa en una superficie plana y segura, no la ubique cerca de un borde o de cualquier lugar del que pueda caer. Evite dañar el motor o el agitador al momento de retirar o guardarla. Cuando cierre la tapa del reactor conecte nuevamente el motor eléctrico y coloque la termocupla en su lugar.

⚠ ADVERTENCIA	
La tapa es un objeto pesado, manipúlela con cuidado, evite botarla, puede sufrir daños al golpearse con un objeto pesado	

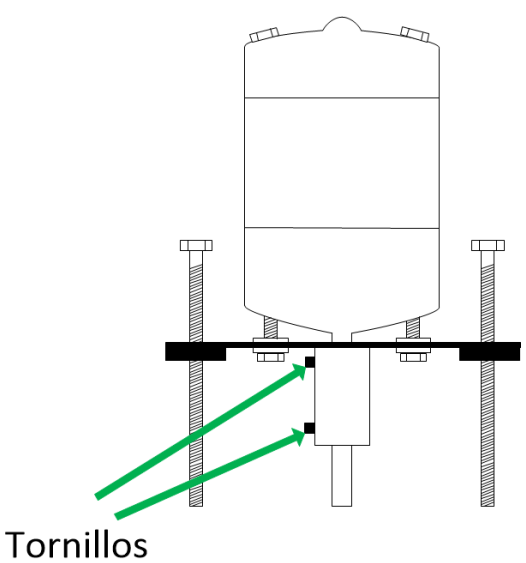
7. Agitación

El sistema e agitación del reactor tiene tres componentes básicos: el motor de agitación, el rodete (o impulsor), y el regulador de velocidad. El motor eléctrico y el impulsor se encuentran sujetos a la tapa del reactor, si se requiere el impulsor puede ser retirado de la tapa pero no se recomienda que se retire el motor eléctrico, debido a que este se encuentra centrado para que el eje no se atasque con la tapa.

Se puede retirar el impulsor con o sin el eje, para retirarlo sin el eje retire los tornillos que se encuentran en los costados del impulsor.

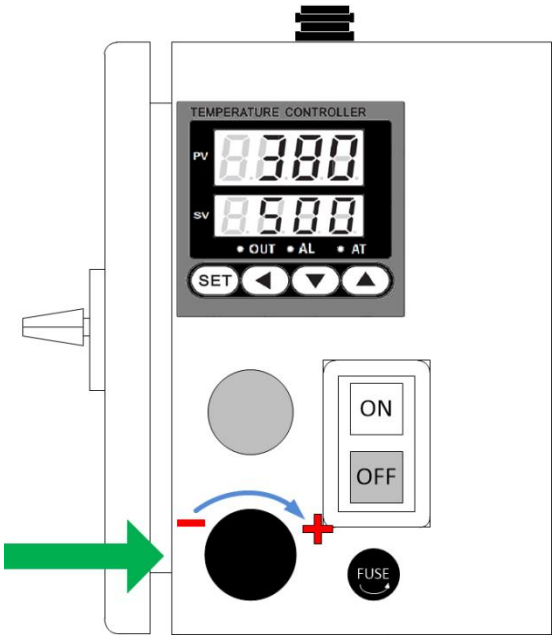


Para retirar el impulsor con el eje retire los dos tornillos que se encuentran a la salida del



motor.

Para encender el motor eléctrico gire la perilla ubicada en el panel de control de forma horaria, el acelerador del motor no tiene valores determinados de velocidad, por lo tanto mientras más a derecha se encuentre la perilla mayor será la velocidad de rotación del motor. Para detener la agitación se debe girar la perilla en sentido anti horario hasta que e motor se detenga.



8. Toma de muestras

Para tomar muestras o alícuotas en el reactor se ha provisto de un admisión, la cual es un orificio de entrada por la tapa del reactor, este está provisto de una pequeña tapa roscada para evitar que ingresen sustancias extrañas o contaminantes al reactor.

Para tomar muestras retire la tapa de la entrada e introduzca una pipeta o cualquier instrumento para extraer muestras o medir parámetros. Se puede tomar muestras mientras

aun cuando el agitador se encuentra encendido, debido a que se tiene un resguardo para evitar el contacto del impulsor con cualquier otro elemento.

9. Limitaciones

El recipiente interno del reactor está fabricado completamente en acero inoxidable AISI 304, este acero tiene buena resistencia a varios reactivos químicos pero también tiene sus limitaciones.

Sustancias que pueden causar corrosión:

- Ácidos fueres
    - Ácido clorhídrico
    - Ácido sulfúrico
    - Agua regia
- Bases fuertes
    - Hidróxido de sodio

El reactor puede trabajar con estas sustancias bajo ciertas condiciones, que se explican en la siguiente tabla.

Sustancia	Condiciones
Ácido Clorhídrico	Bajas concentraciones y temperatura ambiente
Ácido Sulfúrico	Se puede trabajar con ácido sulfúrico a temperatura ambiente con concentraciones de hasta el 80%, a mayores temperaturas se recomienda trabajar con menores concentraciones.

Hidróxido de Sodio	Se puede trabajar con hidróxido de sodio a bajas temperaturas, si se aumenta la temperatura se debe bajar la concentración del reactivo.

Por otra parte hay reactivos los para los cuales el acero AISI 304 presenta una gran resistencia a la corrosión, como son:

- Ácido Nítrico
- Bases débiles
- Ácidos Orgánicos
- Esteres
- Aldehídos
- Celulosa
- Acetatos
- Ácidos Grasos

10. Mantenimiento

Se ha separado el mantenimiento preventivo del equipo en tres partes: mantenimiento mensual, semestral y anual.

10.1. Mantenimiento mensual

Las partes más expuestas a la corrosión y el desgaste son los componentes de la camisa de calefacción por lo que todos los meses se debe limpiar la parte interna del reactor revisando cualquier signo de corrosión u oxido especialmente en la resistencia sumergible, si la resistencia se encuentra en mal estado, se la debe reemplazar inmediatamente, también se revisan los contactos de los componentes eléctricos, si presentan algún sigo de corrosión, se los debe reemplazar.

10.2. Mantenimiento semestral

Para evitar cualquier falla es recomendable reemplazar la resistencia sumergible a los seis meses de trabajo continuo, en este periodo se deben revisar las partes eléctricas que más trabajan en el reactor, es decir el contactor y el motor eléctrico. Se debe revisar los carbones del motor eléctrico, si se encuentran muy desgastados se los debe reemplazar inmediatamente. Normalmente los contactores no se desgastan rápidamente pero se debe revisar cualquier signo de desgaste. Se deben reemplazar los empaques de la tapa superior y los empaques de la tapa inferior.

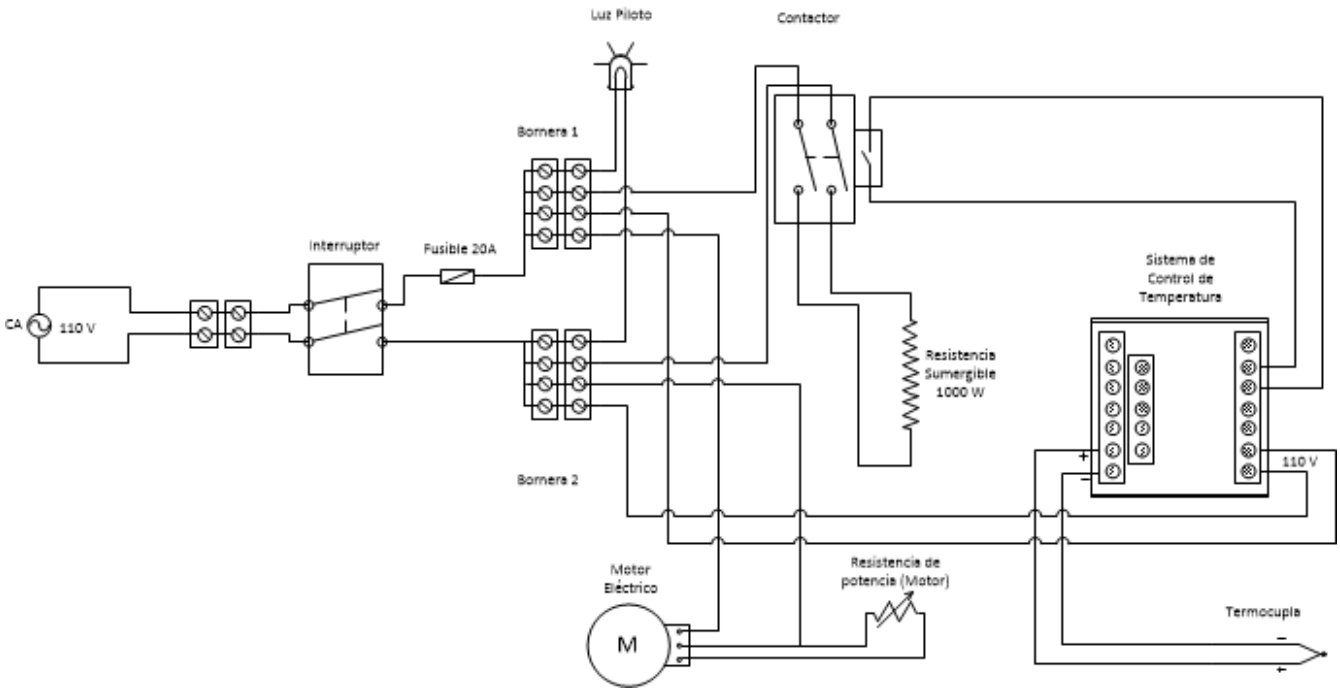
10.3. Mantenimiento anual

Al concluir un año de funcionamiento se debe revisar el sistema eléctrico del reactor, los contactores tienen muy buena duración, pero cuando trabajan constantemente durante tiempos prolongados pueden llegar a fallar, por lo cual se debe reemplazar el contactor cada año. Adicionalmente el sistema eléctrico del reactor debe ser revisado y limpiado de cualquier polvo o agente extraño que pueda causar un mal funcionamiento. La termocupla también se puede ver afectada, debido a que es un instrumento que se encuentra constantemente en contacto de productos químicos que pueden causar corrosión.

¡Importante!

Si se va a desconectar algún componente eléctrico, se debe seguir el siguiente diagrama para la instalación de cualquier nuevo componente.

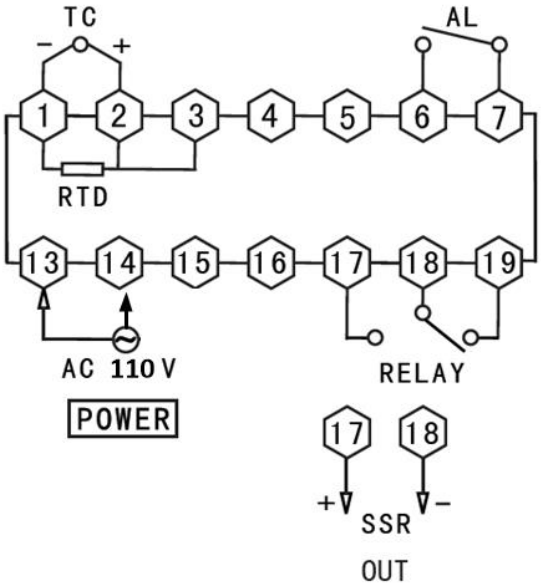
Diagrama 1 diagrama de las conexiones eléctricas de los componentes del reactor.



¡Importante!

Si se va a desconectar algún componente del sistema de control automático de temperatura se debe seguir el siguiente esquema para la instalación de componentes nuevos.

Diagrama 2 diagrama de las conexiones eléctricas del sistema de control automático de temperatura.



5.2.Anexo 2

Manual adjunto del sistema de control de temperatura

TE-W Series Temperature Controller
User Manual

Features:
- ⊙TC/RTD universal input,
- ⊙With display and control function,
- ⊙Advanced Two freedom degree PID arithmetic,
- ⊙With heating control Auto-tuning function,
- ⊙Relay output or SSR output can be choosed,
- ⊙One alarm, multi-alarm modes

For your safe, please read the below content carefully before you use the temperature controller!

▣ Safe Caution

※ Please read the manual carefully before you use the temperature controller.
※ Please comply with the below important points. ⚠ Warning An accident may happen if the operation does not comply with the instruction. ⚠ Notice An operation that does not comply with the instruction may lead to product damage.
※ The instruction of the symbol in the manual is as below. ⚠ An accident danger may happen in a special condition.

⚠ Warning

1. A safty protection equipment must be installed or please contact with us for the relative information if the product is used under the circumstance such as nuclear control, medical treatment equipment, automobile, train, airplane, aviation and equipment etc. Otherwise, it may cause serious loss, fire or person injury.
2. A panel must be installed, otherwise it may cause creepage (leakage).
3. Do not touch wire connectors when the power is on, otherwise you may get an electric shock.
4. Do not dismantle or modify the product. If you have to do so, please contact with us first. Otherwise it may cause electric shock and fire.
5. Please check the connection number while you connect the power supply wire or input signal, otherwise it may cause fire.

⚠ Caution

1. This product cannot be used outdoors. Otherwise the working life of the product will become shorter, or an electric shock accident may happen.
2. When you connect wire to the power input connectors or signal input connectors, the moment of the No.20 AWG (0.50 mm2) screw tweaked to the connector is 0.74n.m - 0.9n.m. Otherwise the connectors may be damaged or get fire.
3. Please comply with the rated specification. Otherwise it may cause electric shock or fire, and damage the product.
4. Do not use water or oil base cleaner to clean the product. Otherwise it may cause electric shock or fire and damage the product.
5. This product should be avoid working under the circumstance that is flammable, explosive, moist, under sunshine, heat radiation and vibration. Otherwise it may cause explosion.
6. In this unit it must not have dust or deposit, otherwise it may cause fire or mechanical malfunction.
7. Do not use gasoline, chemical solvent to clean the cover of the product because such solvent can damage it. Please use some soft cloth with water or alcohol to clean the plastic cover.

1. Model Illustration

TE □−□ □ □ □ W

- W: TE Advanced Type
- □: Input: 10: Single Input
- □: Alarm: B: One Alarm
- □: Output Function: R: Relay Output S: SSR Output
- □: Dimension: 4:48W×48H 6:48W×96H 7:72W×72H 8: 96W×48H 9:96W×96H 16:80W×160H 80:160W×80H
- TE: TE Series Temperature Controller

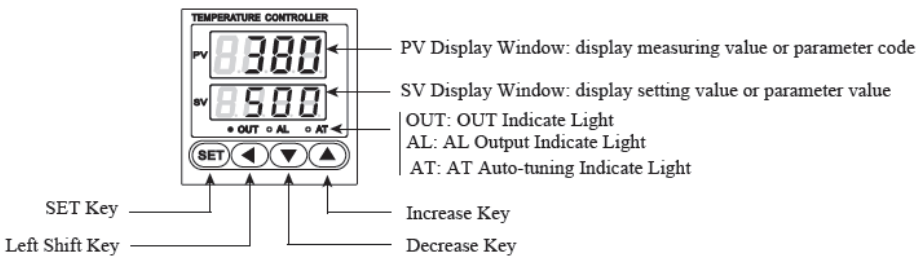
2. Ordering Model

Model	Control Output Function	Alarm
TE□-RB10W	Relay Output	One
TE□-SB10W	SSR Output	One

3. Main Technical Specification

Resolution	TC: 1℃ RTD: 0.1℃.
Output Function and Capacity	Relay Output: Capacity 3A/250VAC
	SSR Output: (TE6/7/8/9/80/16: 12V Voltage, Load 30mA), (TE4: 24V Voltage Load 30mA)
Power Supply	TE4: AC/DC 100~240V TE7: AC 220V±10% TE6/8/9/16/80: AC 220V±10%
Total Current	＜30mA（AC 220V）
Working Condition	0～50℃ 45～85%RH

4. Panel Illustration



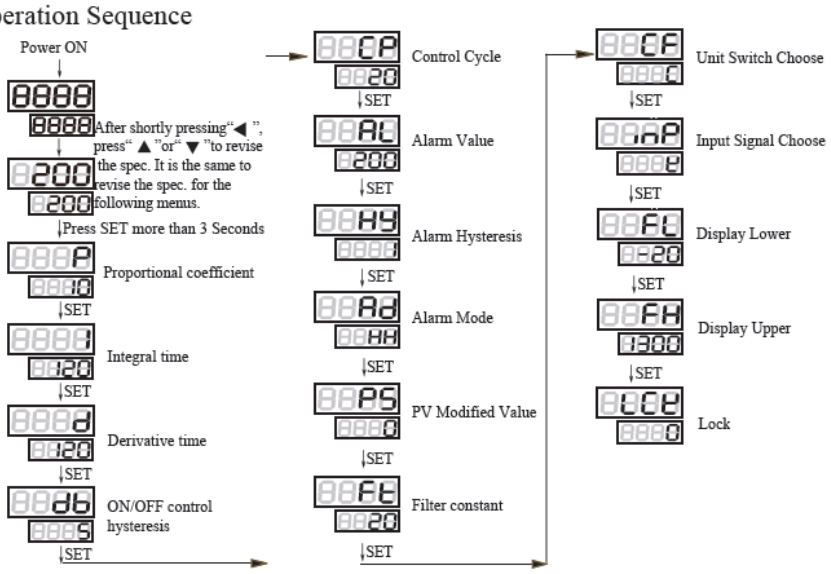
5. Panel Key Operation

(1). SET Key: After powed on,long-time press SET to enter into setting meun,under the status of setting meun,long-time press SET to exit,shortly press SET to enter into the next menu.

(2). "◀"Key: Under any menus,shortly press"◀ ", the value to revise will flash, then press "▼"or "▲"to revise the spec.value.Under normal display status,long-time press "◀"to enter into Auto-tuning status,under the Auto-tuning status,long-time press" ◀ "to exit.

(3). " ▲ ▼ "Key:After shortly pressing"◀ " ,press" ▲ "or" ▼ "to revise the spec.value,long-time press" ▲ "or" ▼ "to fast increase or decrease the spec.value After revising finished, press SET to confirm.

6. Operation Sequence



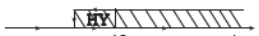
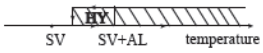
7. Setting Menu

Parameter	Indication	Setting range	Ex-factory setting
P	Proportional coefficient, the system will be heated faster when the P value is lower and more slowly if the value is higher. Increasing the P value can reduce the shock, but will increase the control deviation, decreasing it will decrease the control deviation, but will cause shock (P=0: stepping control)	0～999	10
I	Integral time: when the I value is lower, the integral action is stronger and easier to eliminate the deviation with the set value, if the integral time is too long , maybe can't eliminate the deviation.	0～3600S	120
d	Derivative time: decreasing the derivative action to a proper value can prevent the system shock, the derivative action is stronger when the "d" value is higher	0～3600S	120
db	Stepping control hysteresis (Only stepping control workable)	0～8000	5
PC	Control cycle , 1 means SSR control output, 4--255 means Relay control output	1～256	20
AL	Alarm Value	FL～FH	200
HY	Alarm Hysteresis	0～8000	1
Ad	Alarm Mode: HL: Absolute value lower, HH: Absolute value upper, DL: Lower deviation, DH: Upper deviation	HL、HH、DL、DH	HH
PS	PV modify value which be used to modify the error that caused in the measuring	-1500～1500	0
Ft	Filter constant: when the coffficient is smaller, the respond is more quick, but it may cause fluctuation	1～256	20
CF	Display Unit Switch C：℃ F：°F	C～F	C
inP	Input signal: K, J, E, T, PT100, CU50, CU100	Refer to input signal table	K
FL	Display value lower limit	Refer to input signal table	-20
FH	Display value upper limit	Refer to input signal table	1300
LCE	Lock menu , If unit's place is "1", the SV value is forbidden to change, if ten's place is "1", other parameters of the menu can not be modified	0～9999	0

Input Signal Table

Input Code	Input Type	Measuring Range	Resolution	Accuracy	Input Resistance
K	K Type	-20～1300℃	1℃	0.5%F.S	＞100KΩ
J	J Type	-20～1000℃	1℃	0.5%F.S	＞100KΩ
E	E Type	-20～600℃	1℃	0.5%F.S	＞100KΩ
t	T Type	-20～400℃	1℃	0.5%F.S	＞100KΩ
S	S Type	-20～1700℃	1℃	0.5%F.S	＞100KΩ
Pt100	PT100	-199.9～610.0℃	0.1℃	0.5%F.S	（0.2mA）
CU50	CU50	-50.0～150.0℃	0.1℃	0.5%F.S	（0.2mA）
CU100	CU100	-50.0～150.0℃	0.1℃	0.5%F.S	（0.2mA）

Alarm Function Table

Alarm Code	Alarm Type	Alarm Output (AL1 and AL2 are mutually independent)	Formula
HH	Absolute value upper		Alarm：PV＞AL Cancel：PV≤AL-HY
HL	Absolute value lower		Alarm：PV＜AL Cancel：PV≥AL+HY
dH	Upper deviation		Alarm：PV＞AL+SV Cancel：PV≤SV+AL-HY
dL	Lower deviation		Alarm：PV＜SV-AL Cancel：PV≥SV-AL+HY

8. Advanced Function

P.I.D parameter setting and Auto-tuning operation

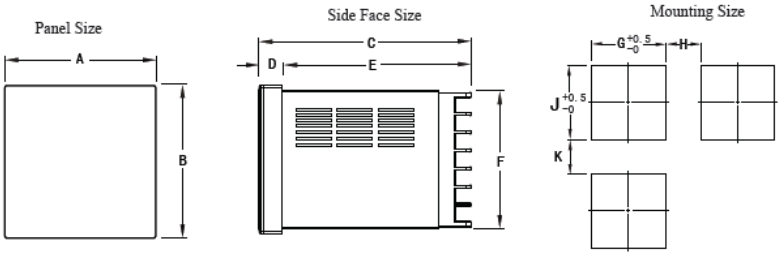
1. Setting P.I.D parameter manually:

There has been a P.I.D parameter, which can suit for uaual heating system, be setted before Ex-factory.
For those people who have certain experience on P.I.D control and though the normal P.I.D setting can not meet their needs, they can set the P.I.D value according to their own needs and experience manually.

2. Setting P.I.D parameter automatically:

If the user do not know how to setting P.I.D parameter, they can use the auto-tuning function of the meter.
Auto-tuning Method: Firstly: Setting a SV value, press ◀ Key for more than 3 seconds; Do not move your hand until "AT" indicate light ON, it shows that the auto-tuning is on process.
In order to make sure the accuracy of auto-tuning, SV value and the parameter of the device do not allow to ba changed, after the "AT" indicate light OFF, original P.I.D value will be changed, then the meter can measure the temperature automatically and accurately.

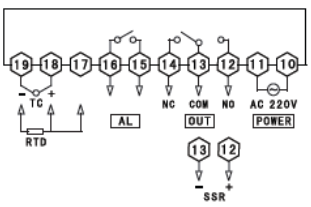
9. Outline and Mounting Dimension



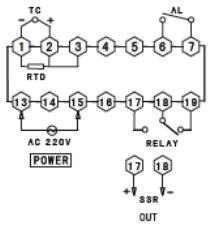
Model	A	B	C	D	E	F	G	H(Min)	J	K(Min)
4:(48*48)	48	48	97.5	6.5	91.5	45	45.5	25	45.5	25
6:(96*48)	48	96	97.5	9.0	88.5	89.5	45	25	92	25
7:(72*72)	72	72	97.5	9.0	88.5	67	67.5	25	67.5	25
8:(48*96)	96	48	97.5	9.0	88.5	44.5	92	25	45	25
9:(96*96)	96	96	97.5	9.0	88.5	91.5	92	25	92	25
16:(160*80)	80	160	96	13	83	155	76	30	155.5	30
80:(80*160)	160	80	96	13	83	75.5	155.5	30	76	30

10. Connection Drawing

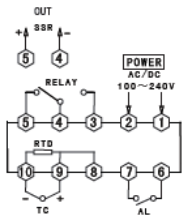
TE9W Power:AC 220V±10%
Voltage Output:DC 12V 30mA
Relay Output:AC 250V 3A



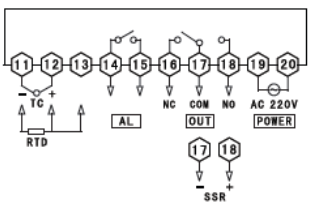
TE7W Power:AC 220V±10%
Voltage Output:DC 12V 30mA
Relay Output:AC 250V 3A



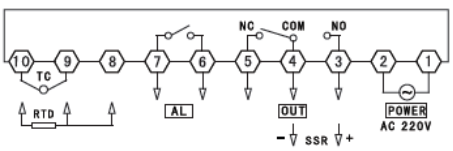
TE4W Power:AC/DC 100-240V
Voltage Output:DC 24V 30mA
Relay Output:AC 250V 3A



TE6/8W Power:AC 220V±10%
Voltage Output:DC 12V 30mA
Relay Output:AC 250V 3A



TE16/80W Power:AC 220V±10%
Voltage Output:DC 12V 30mA
Relay Output:AC 250V 3A



Note: If there is any change, please subject to the drawing on the meter!

11. Simple Problem Shooting

Display	Shooting Method
Display HHHH or LLLL	Checking whether the input is unconnected Checking FH value and FL value Checking the ambient temperature Checking whether the input signal is correct

5.3.Anexo 3

Tabla para la selección de impulsores competa (Valiente & Noriega, 1993)**:**

Tabla 4.10 Tabla para seleccionar impulsores

			Relaciones		
Servicio	*Impulsor*	*Rango*	*Diámetro de tanque a diámetro de impulsor*	*Altura del tanque a relación de diámetros*	*Impulsores y posición de éstos*
Mezclado	Turbina Propela Paleta	50% 100% 15%	3:1 a 6:1	Ilimitada	Sencillos o múltiples
	Volumen del tanque	Hasta 5000 m^3			
Dispersión (sistemas inmiscibles)	Turbina Propela Paleta	100% 25% 5%	3:1 a 3.5:1	1:1 1:2 en mezcladores en cascada	En o por abajo del centro o de la carga del líquido.
	Flujo	Hasta 5 m^3/mín			
Reacciones en solución (sistemas miscibles	Turbina Propela Paleta	100% 50% 5%	2.5:1 hasta 3.5:1	1:1 a 3:1	Sencillos o múltiples
	Volumen por carga	Hasta 50 m^3			
Disolución	Turbina Propela Paletas	100% 25% 100%	1.6:1 hasta 3.2:1	1:2 hasta 2:1	En el centro o por debajo de la línea de carga del líquido.
	Volumen por carga	Hasta 25 m^3			
Sólidos en suspensión	Turbina Propela Paletas	80% 50% De 65 a 90%	2:1 hasta 3.5:1	1:1 hasta	Dependiente del tamaño de la partícula. Para lograr velocidad en el fondo del tanque. Para lograr recirculación fuera del fondo.
	% de sólidos	Hasta 100%			
Aplicaciones con gases	Turbina Propela Paletas	100% 10% 5%	2.5:1 hasta 4.9:1	4.1 hasta 1:1	Un diámetro de impulsor por arriba del fondo del tanque.
	Volumen de gas	Hasta 150 m^3/mín			

Tabla 4.10 (Continuación)

			Relaciones		
Servicio	*Impulsor*	*Rango*	*Diámetro de tanque a diámetro de impulsor*	*Altura del tanque a relación de diámetros*	*Impulsores y posición de éstos*
Aplicaciones con alta viscosidad	Turbina Propela Paletas	100% 5% De 75 a 100%	1.5:1 hasta 2.5:1	1:2 hasta 2:1	Sencillos o múltiples
	Viscosidad	Hasta 1,000,000 cps			
Transferencia de calor	Turbina Propela Paletas	100% 5% 25%	Relacionada con otros servicios	Depende de los otros servicios que se lleve a cabo	Simple o múltiple. Impulsor opuesto. A la superficie de transferencia cuando se usan serpentines.
	Volumen por carga	Hasta 50 m^3			
Cristalización y precipitación	Turbina Propela Paletas	100% 50% 100%	2:1 hasta 3.2:1	2:1 hasta 1:1	Sencillo. En el centro o debajo de la línea de alimentación del líquido.
	Volumen por carga	Hasta 50 m^3			

5.4. Anexo 4

Tabla de diseño de agitadores completa (Valiente & Noriega, 1993)**:**

Apéndice LIII. Agitación.

Tipo de rodete	$\frac{D_t}{D_i}$	$\frac{Z_t}{D_i}$	$\frac{Z_i}{D_i}$	*Hojas cort.*		*N.º*
				N.º	w/D_i	
Turbina de 6 palas planas 0.25 D_i — 0.2 D_i	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.17	1
Igual que en el n.º 1	3	2.7-3.9	0.75 1.3	4	0.10	2
Igual que en el n.º 1	3	2.7-3.9	0.75 1.3	4	0.40	4
Igual que en el n.º 1; a = 1. b = 40	3	2.7-3.9	0.75-1.3	0		14º
Turbina de 6 palas curvadas Tam. de palas como en n.º 1	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.10	3
Turbina 6 palas forma flecha Tam. de pala como en n.º 1	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.10	5
Turbina radial con anillo deflector				0		7
Turbina cerrada, de 6 palas. Anillo deflector de 20 hojas.	2.4	0.74	0.9	0		11
Semejante, más no idéntica a la n.º 11	3	2.7-3.9	0.75-1.3	0		12
Igual que la 12, pero sin anillo deflector.	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.10	13
Turbina axil de 8 palas con ángulo de 45º. Ver n.º 17	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.10	9
Turbina axil 4 palas con ángulo de 60º — 0.25 D_i	3	3	0.50	0		17
Turbina axil de 4 palas con ángulo de 45º. Ver n.º 17.	5.2	5.2	0.87	0		19
Igual que la n.º 19	2.4-3.0	2.4-3.0	0.4-0.5	0		22
Disco con 16 paletas 0.1 D_i — 0.35 D_i	2.5	2.5	0.75	4	0.25	6
Dos paletas — 0.25 D_i	4.35	4.3	0.29	3	0.11	8
Cuatro paletas. Ver n.º 8	3	3	0.5	0		16
Dos paletas. Ver n.º 8	3	3.2	0.33	0		20
Dos paletas, Ver n.º 8	3	2.7-3.9	0.75-1.3	4	0.10	10
Dos paletas. Ver n.º 8 Ancho de paleta = 0.13 D_i	1.1	0.5	0.19	0		29
Dos paletas. Ver n.º 8 Ancho de paleta = 0.17 D_i	1.1	0.4	0.10	0		29
Hélice de 3 palas Paso de la hélice = 2 D_i	3	2.7 3.9	0.75-1.3	4	0.10	15
Igual que el n.º 15; a = 1.7, b = 18	3.3	2.7-3.9	0.75-1.3	0		21º
Igual que el n.º 15, pero con paso = 1.33 D_i	16			3	0.06	18
Igual que el n.º 15, pero con paso = 1.09 D_i	9.6			3	0.06	23
Igual que el n.º 15, pero con paso = 1.05 D_i, a = 2.3, b = 18	2.7	2.7-3.9	0.75-1.3	0		27º
Igual que el n.º 15, pero con paso = 1.04 D_i, a = 0, b = 18	4.5	2.7-3.9	0.75 1.3	0		25º
Igual que el n.º 15, pero con paso = D_i	3	2.7-3.9	0.75 1.3	4	0.10	24
Igual que el n.º 15, pero con paso = D_i; a = 2.1, b = 18	3	2.7-3.9	0.75-1.3	0		26º
Igual que el n.º 15, pero con paso = D_i	3.8	3.5	1.0	0		28

D_t = diámetro del rodete; D_i = diámetro del depósito; n = n.º de revoluciones por segundo; w = ancho de las hojas del deflector; Z_i = altura a que está el rodete sobre el fondo del depósito; Z_l = altura del nivel del líquido en el depósito.

Figura 4.19 (*continuación*) Fuente. G. G. Brown. *Operaciones Básicas de la Ingeniería Química*. Ed. Marín. Barcelona. 1965. Pág. 532. Fig. 477.

5.5. Anexo 5

Ficha técnica del acero AISI 304 (SUMITEC, s.f.)**.**

Ficha técnica del acero AISI 304 (EMAC, s.f)**.**

5.6. Anexo 6

Protocolo de la práctica de laboratorio:

Teoría:

La reacción de saponificación del acetato de etilo es la siguiente

$$Na(OH) + CH_3COOC_2H_5 \rightarrow CH_3COONa + C_2H_5OH$$

[Hidróxido de sodio] + [Acetato de etilo] → [Acetato de sodio] + [Etanol]

Esta reacción puede ser tomada como una reacción de segundo orden global y de primer orden para el hidróxido de sodio y el acetato de etilo. (Findlay & Levitt, 1979).

Al crear la práctica se realizó una recopilación de varias prácticas en laboratorio realizadas por varias instituciones, las cuales se adaptaron para realizar una adecuada para ser estudiada en el reactor. Aunque se puede estudiar una gran variedad de reacciones esta explica muy bien el funcionamiento del rector y pone en práctica un estudio cinético adecuado para su experimentación.

Objetivos de la práctica:

- Poner en práctica los conocimientos de cinética de las reacciones
    - Obtener el valor de la constante de equilibrio (K)
    - Obtener la velocidad de reacción (–ra) de forma experimental.

Reactivos:

Para realizar la reacción se necesita realizar una solución de 500 ml de acetato de etilo 0.02 N y una de 500 ml de hidróxido de sodio con la misma concentración 0.02 N como medio básico.

Procedimiento:

- Precalentar el reactor a 30 °C
- Colocar los reactivos dentro del reactor, y taparlo adecuadamente.
- Encender la agitación del reactor.
- Tomar una alícuota de 25 mililitros cada mnuto y medir el ph, durante un periodo de 60 minutos.

Resultados:

Llene la siguiente tabla:

Tiempo (min)	pH

Transforme los valores de pH a pOH con la siguiente formula:

$$\mathrm{pOH} = 14 - \mathrm{pH}$$

Para obtener la concentración de hidróxido de sodio se usa la siguiente fórmula tomando en cuenta que es una base fuerte y se asume que se disocia por completo.

$$[NaOH] = [OH^-] = 10^{-pOH}$$

Llene la siguiente tabla:

Tiempo (min)	Concentración (M)

Se conoce que la reacción es una de segundo orden, y se puede asumir el siguiente modelo cinético para su estudio:

$$\frac{dCa}{dt} = -k\,Ca^n$$

Integrando la expresión se obtiene:

$$\frac{1}{Ca} = k \times t + \frac{1}{Ca_o}$$

En donde k es la pendiente de la curva por lo cual realice una gráfica de 1/Ca en función de t, obtenga la ecuación de la recta y encuentre la pendiente.

La pendiente será la constante de equilibrio k para 30 °C.

- Repita e experimento para una temperatura de 40 y 50 °C.
- Obtenga la velocidad de reacción con los datos experimentales.

Conclusiones:

_____

_____

_____

Recomendaciones:

_____

_____

_____

Cuestionario:

¿Cómo varía la constante k en función de la temperatura?

¿Explique cómo cambia la concentración con respecto al tiempo?

¿Qué pasa con la velocidad de reacción a medida que avanza el tiempo?

¿La velocidad de reacción es la misma para todas las temperaturas?

5.7. Anexo 7

Datos completos obtenidos de la práctica de laboratorio:

pH en función del tiempo:

Tiempo (min)	ph
0	11,7
1	11,7
2	11,6
3	11,6
4	11,6
5	11,5
6	11,5
7	11,5
8	11,5
9	11,4
10	11,4
11	11,4
12	11,4
13	11,4
14	11,3
15	11,3
16	11,3
17	11,3
18	11,3
19	11,3
20	11,2
21	11,2
22	11,2
23	11,2
24	11,2
25	11,2
26	11,2
27	11,2
28	11,2
29	11,1
30	11,1
31	11,1
32	11,1
33	11,1
34	11,1
35	11,1
36	11,1
37	11,1
38	11,1
39	11
40	11
41	11
42	11
43	11
44	11
45	11
46	11
47	11
48	11
49	11
50	11
51	11
52	10,9
53	10,9
54	10,9
55	10,9
56	10,9
57	10,9
58	10,8
59	10,8
60	10,8

pOH en función del tiempo:

Tiempo (min)	pOH
0	2,3
1	2,3
2	2,4
3	2,4
4	2,4
5	2,5
6	2,5
7	2,5
8	2,5
9	2,6
10	2,6
11	2,6
12	2,6
13	2,6
14	2,7
15	2,7
16	2,7
17	2,7
18	2,7
19	2,7
20	2,8
21	2,8
22	2,8
23	2,8
24	2,8
25	2,8
26	2,8
27	2,8
28	2,8
29	2,9
30	2,9
31	2,9
32	2,9
33	2,9
34	2,9
35	2,9
36	2,9
37	2,9
38	2,9
39	3
40	3
41	3
42	3
43	3
44	3
45	3
46	3
47	3
48	3
49	3
50	3
51	3
52	3,1
53	3,1
54	3,1
55	3,1
56	3,1
57	3,1
58	3,2
59	3,2
60	3,2

Concentración en función del tiempo:

Tiempo (min)	Concentración (M)
0	0,005011872
1	0,005011872
2	0,003981072
3	0,003981072
4	0,003981072
5	0,003162278
6	0,003162278
7	0,003162278
8	0,003162278
9	0,002511886
10	0,002511886
11	0,002511886
12	0,002511886
13	0,002511886
14	0,001995262
15	0,001995262
16	0,001995262
17	0,001995262
18	0,001995262
19	0,001995262
20	0,001584893
21	0,001584893
22	0,001584893
23	0,001584893
24	0,001584893
25	0,001584893
26	0,001584893
27	0,001584893
28	0,001584893
29	0,001258925
30	0,001258925
31	0,001258925
32	0,001258925
33	0,001258925
34	0,001258925
35	0,001258925
36	0,001258925
37	0,001258925

38	0,001258925
39	0,001
40	0,001
41	0,001
42	0,001
43	0,001
44	0,001
45	0,001
46	0,001
47	0,001
48	0,001
49	0,001
50	0,001
51	0,001
52	0,000794328
53	0,000794328
54	0,000794328
55	0,000794328
56	0,000794328
57	0,000794328
58	0,000630957
59	0,000630957
60	0,000630957

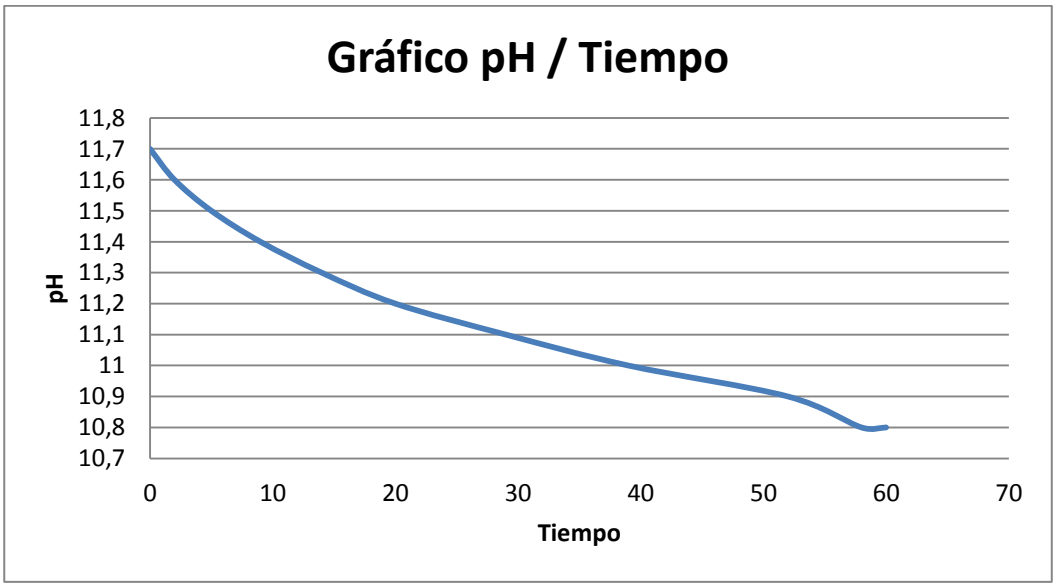
1/Ca en función del tiempo:

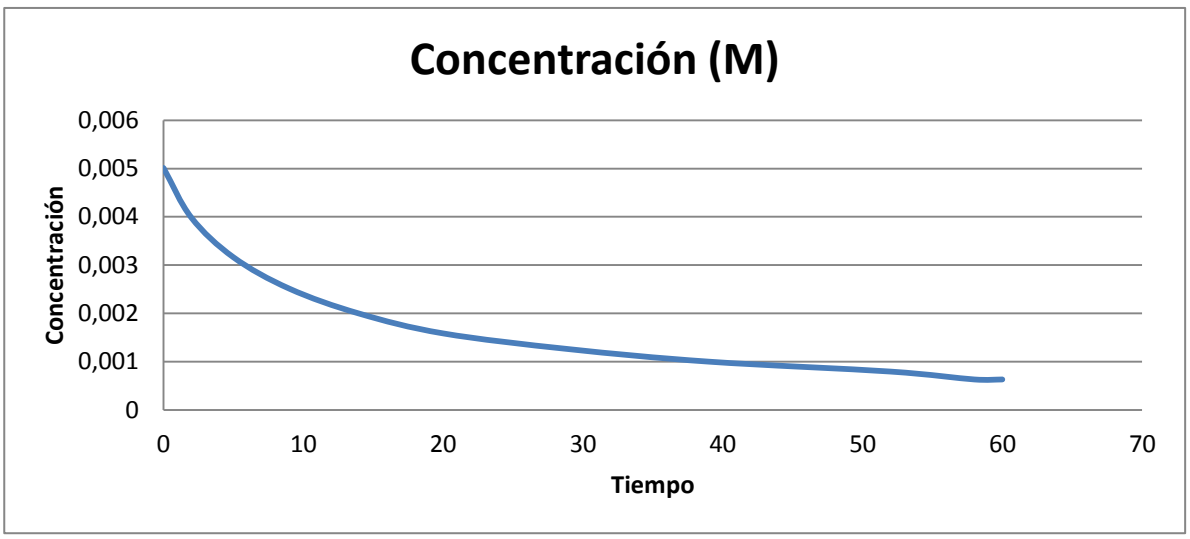
Tiempo (min)	1/Ca (M)
0	199,526231
1	199,526231
2	251,188643
3	251,188643
4	251,188643
5	316,227766
6	316,227766
7	316,227766
8	316,227766
9	398,107171
10	398,107171

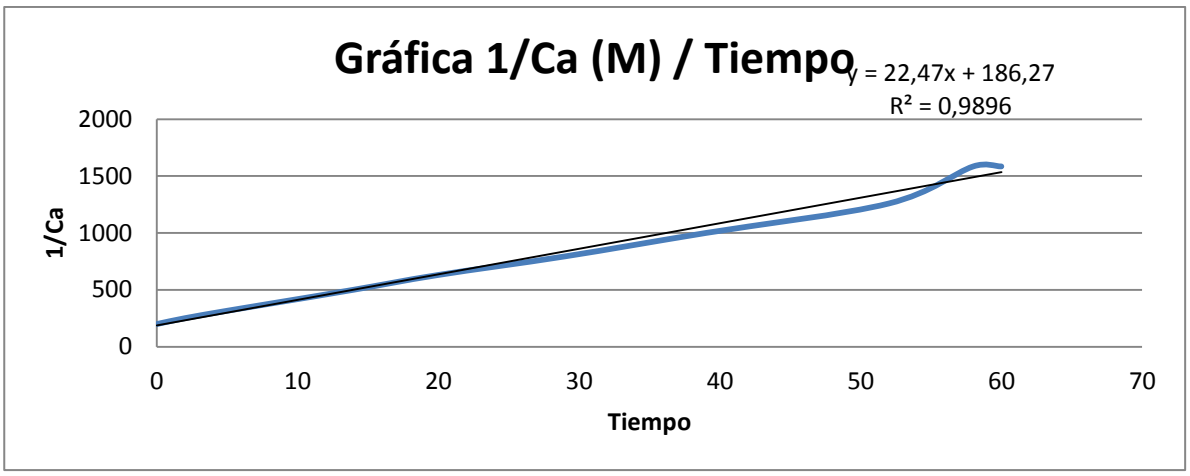
11	398,107171
12	398,107171
13	398,107171
14	501,187234
15	501,187234
16	501,187234
17	501,187234
18	501,187234
19	501,187234
20	630,957344
21	630,957344
22	630,957344
23	630,957344
24	630,957344
25	630,957344
26	630,957344
27	630,957344
28	630,957344
29	794,328235
30	794,328235
31	794,328235
32	794,328235
33	794,328235
34	794,328235
35	794,328235
36	794,328235
37	794,328235
38	794,328235
39	1000
40	1000
41	1000
42	1000
43	1000
44	1000
45	1000
46	1000
47	1000
48	1000
49	1000
50	1000
51	1000
52	1258,92541
53	1258,92541
54	1258,92541
55	1258,92541
56	1258,92541
57	1258,92541

58	1584,89319
59	1584,89319
60	1584,89319

Gráficos:






Gráfica 1/Ca (M) / Tiempo
y = 22,47x + 186,27
R² = 0,9896
2000
1500
1000
500
0
1/Ca
0
10
20
30
40
50
60
70
Tiempo

5.8.Anexo 8

Registro fotográfico

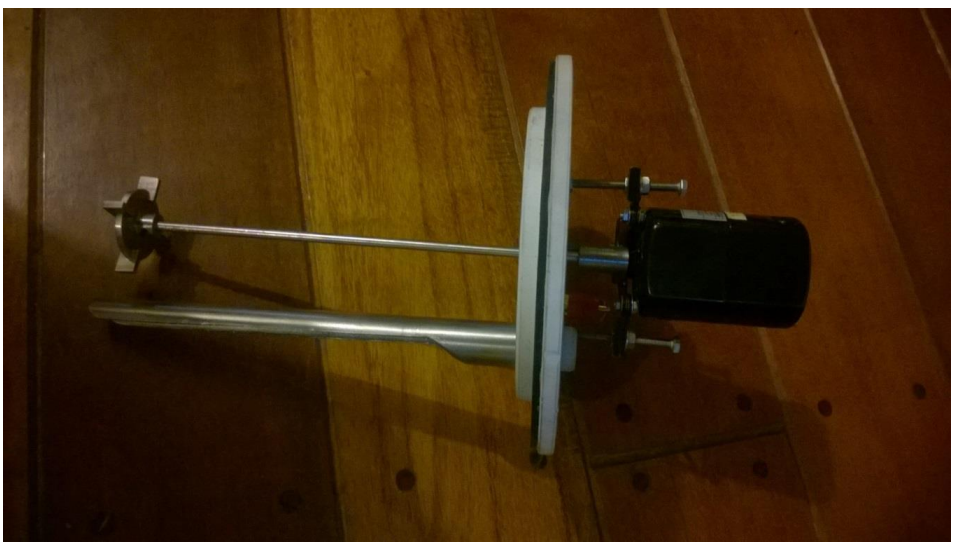
Construcción de la chaqueta de calefacción

Construcción del panel de instrumentos

Construcción preliminar del reactor

Construcción preliminar del reactor

Agitador



Recipiente interno

Equipo Terminado

ON
OFF

ON
OFF