

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL



**Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas
Departamento de Ciencias Químicas y Ambientales**

**“PUESTA EN MARCHA CON FINES DIDÁCTICOS DEL REACTOR BATCH
DEL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS”**

PROYECTO INTEGRADOR

Previo a la obtención del Título

INGENIERO QUÍMICO

Presentado Por:

BYRON DESIDERIO CALDERÓN MATUTE

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2016

AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios por todas las fuerzas que me brinda día a día, ya que es gracias a él que me ha brindado las fuerzas para lograr alcanzar una de mis metas.

Agradezco a mi familia que me ha brindado de su apoyo para seguir adelante desde el momento que empezó mi formación académica.

Al Ing. Bernardo Mora por brindarme de pautas de gran importancia para el desarrollo del proyecto integrador.

Y a mis amigos que colaboraron en el desarrollo del presente proyecto.

De todo corazón, muchas gracias.

DEDICATORIA

Dedico mis esfuerzos en el desarrollo del presente proyecto a mis padres por brindarme de su amor, dedicación y sacrificio durante tantos años, gracias a su apoyo he logrado alcanzar una de mis grandes metas.

Son ejemplo de grandes personas, y me enorgullezco de que sean los pilares de mi vida, mis padres.

Con mis más sinceros amor.

Byron Calderón Matute.

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS

INGENIERÍA QUÍMICA

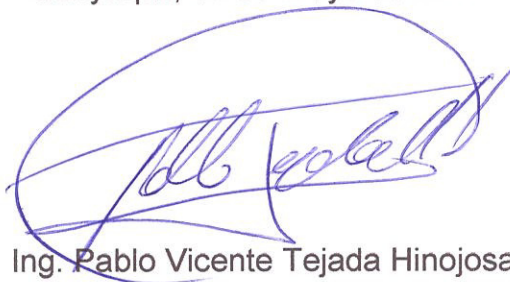
INFORME DEL PROFESOR DE LA MATERIA INTEGRADORA

Habiendo sido nombrado PROFESOR DE LA MATERIA INTEGRADORA del
señor,

BYRON DESIDERO
CALDERÓN MATUTE

Con el tema del proyecto integrador "PUESTA EN MARCHA CON FINES DIDÁCTICOS DEL REACTOR BATCH DEL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS", previa a la obtención del título de **INGENIERO QUÍMICO**, me permito informar que he leído el contenido y he revisado el formato del proyecto integrador, luego de lo cual indico que estoy de acuerdo en que el mismo se lo ha desarrollado conforme a los lineamientos de la Unidad de Titulación Especial de la ESPOL.

Guayaquil, 05 de Mayo de 2016.



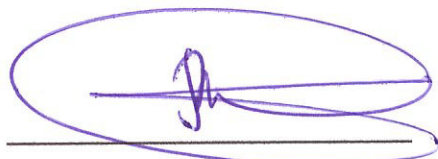
Ing. Pablo Vicente Tejada Hinojosa
PROFESOR DE LA MATERIA INTEGRADORA

TRIBUNAL GRADUACIÓN

Dra. Paola Almeida



Dra. María de Lourdes Mendoza



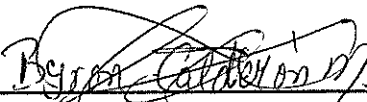
Ing. Bernardo Mora



Ing. Pablo Tejada

DECLARACIÓN EXPRESA

La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la Escuela Superior Politécnica del Litoral (Reglamento de Graduación de la ESPOL).



Byron Desiderio Calderón Matute

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2016

RESUMEN

El presente proyecto integrador se realizó con finalidad de la puesta en marcha del reactor batch, marca ACE GLASS, que se encuentra de forma inactiva en el laboratorio de operaciones unitarias, para el aprovechamiento de la vida útil del reactor por medio de futuras prácticas pilotos por partes de los estudiantes que se encuentren cursando la carrera de Ingeniería Química, para de esta manera logren complementar los conocimientos adquiridos en las materias dictadas de forma teórica en la unidad académica.

Para ello se procedió a identificar las características técnicas del reactor para determinar los tipos de reacciones las cuales se podrán llevar a cabo y de esta manera lograr la elaboración del respectivo manual de operación del reactor batch. Además se utilizaron técnicas experimentales de la determinación de las variables de cinética de reacción de la reacción de esterificación del Acetato de Etilo a diferentes relaciones molares y de temperatura a nivel de laboratorio para luego ser comparado con pruebas experimentales de la reacción de esterificación realizadas a nivel piloto en el reactor.

Esta metodología nos permitió determinar si el reactor batch se encuentra en condiciones adecuadas para su operación.

ABSTRACT

This comprehensive project was carried out with the purpose of the startup of the batch reactor, brand ACE GLASS, that was in an inactive form in unit operations laboratory, for the use of the lifetime of the reactor, through to future practices pilot by parts of the students who are pursuing a degree in Chemical Engineering, to thereby manage to complement the knowledge acquired in theoretically subjects taught in the academic unit.

For this step is to identify the technical characteristics of reactor to determine the types of reactions which they can carry out and this way achieve the development of the respective operating manual of batch reactor. Furthermore were used experimental techniques of determining the kinetic parameters of the reaction of esterification reaction of ethyl acetate to different molar ratios and temperature to level of laboratory and then to be compared with experimental evidence of the esterification reaction performed pilot scale in the reactor.

This methodology allows us to determine whether the batch reactor is in proper conditions for operation.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTO	II
DEDICATORIA	III
RESUMEN	VI
ABSTRACT	VII
ÍNDICE GENERAL	VIII
ABREVIATURAS	XI
SIMBOLOGÍA	XII
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	XIV
ÍNDICE DE TABLAS	XVI
ÍNDICE DE GRÁFICOS	XVII
INTRODUCCIÓN	XVIII
CAPÍTULO 1	1
GENERALIDADES	1
1.1. Planteamiento del problema	2
1.2. Justificación	4
1.3. Hipótesis	5
1.4. Objetivos	5
1.4.1. Objetivo General.	5
1.4.2. Objetivos Específicos.	5
CAPÍTULO 2	7
MARCO TEÓRICO	7
2.1. Reactor Químico	8
2.2. Tipos de Reactores	8
2.2.1. Por su modo de Operación.	9
2.2.2. Por el tipo de reacciones que manejan.	12
2.2.3. Por el régimen térmico.	13
2.2.4. Según el tipo de flujo Interno.	14
2.3. Ecuación general de balance de materia en moles	15
2.3.1. Ecuación de balance de materia para Reactores Batch	17
2.4. Ecuación general de balance de energía	17
2.4.1. Ecuación de balance de energía para Reactores Batch	18

2.5.	Indicadores de Operación.....	19
2.5.1.	Velocidad de reacción ($-r$).....	19
2.5.2.	Constante de velocidad y coeficientes de velocidad.	21
2.5.3.	Constante de equilibrio <i>keq</i>	22
2.5.4.	Conversión o rendimiento (x_A).....	23
2.5.5.	Tiempo de residencia.	24
2.6.	Reacción de Compuestos Orgánicos.	25
2.6.1.	Éster.	25
2.6.2.	Reacción de esterificación de Fisher.	25
2.6.3.	Mecanismo de Esterificación de Fisher.	26
2.6.4.	Esterificación del Etanoato de Etilo.	26
CAPÍTULO 3		35
MANUAL TÉCNICO DEL REACTOR BATCH ACE GLASS.....		35
3.1.	ACE GLASS INCORPORATED	37
3.2.	Sistema de Reactor encamisado de 20 L	38
3.3.	Componentes del sistema de reactor encamisado.....	39
3.3.1.	Soporte estándar de acero inoxidable.	39
3.3.2.	Frasco de vidrio encamisado de 20 L.	40
3.3.3.	HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port.	41
3.3.4.	Abrazadera de Liberación rápida 200 mm (8 in.).	42
3.3.5.	Conjunto de drenaje sellado Flush.	43
3.3.6.	Adaptador en ángulo de desplazamiento Outer Top Joint & Inner Bottom Joint	
24/40.	44	
3.3.7.	Condensador Allihn 24/40.....	46
3.3.8.	Agitador PTFE Turbine & Multi-Blade.	46
3.3.9.	Agitador eléctrico – modelo 1750.	48
3.3.10.	Eje de agitación PASS-THROUGH ASSEMBLY.....	49
3.3.11.	F ACE-THRED ADAPTER.....	50
3.3.12.	Sistema de indicador Temperatura Tipo J-Kem.	51
3.3.13.	Pantalla termómetro digital, Electrónica, con grabadora de salida.	53
3.4.	Procedimiento de Operación.....	54
3.4.1.	Para reacciones endotérmicas.....	54
3.4.2.	Para reacciones exotérmicas	56

3.5.	Lavado del reactor	57
3.6.	Precauciones	58
3.7.	Diseño del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Autocad.	59
3.8.	Simulación del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Lookout.....	60
CAPÍTULO 4		61
METODOLOGÍA EXPERIMENTAL		61
4.1.	Determinación de las concentraciones iniciales de los reactivos para la reacción de Esterificación del Etanoato de Etilo	62
4.2.	Materiales y reactivos utilizados en la reacción de Esterificación	62
4.3.	Procedimiento para la reacción de esterificación.	63
4.4.	Experimentación relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético a nivel de laboratorio a 30°C.....	64
4.5.	Velocidad de reacción	64
4.6.	Constante de equilibrio y tiempo de reacción.....	65
4.7.	Balance de Energía del Reactor Batch de 20 L	65
CAPÍTULO 5		67
ANÁLISIS DE RESULTADOS		67
5.1.	Concentraciones iniciales de cada reactivo.....	68
5.1.1.	Ácido Acético	68
5.1.2.	Etanol	68
5.1.3.	Ácido sulfúrico.....	68
5.2.	Experimentación relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para obtener 1.1 Litro de solución dentro del reactor de 2L a nivel de laboratorio a 30°C.....	69
5.2.1.	Velocidad de reacción ($-r$)	71
5.2.2.	Constante de equilibrio y tiempo de reacción.....	76
5.3.	Experimentación relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para obtener 0.75 Litro de solución dentro del reactor de 2L a nivel de laboratorio a 30°C.	78
5.3.1.	Velocidad de reacción ($-r$)	80
5.3.2.	Constante de equilibrio y tiempo de reacción.....	86
5.4.	Experimentación relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para obtener 11 Litros de solución dentro del reactor de 20 L a nivel piloto a 43°C.	87
5.4.1.	Velocidad de reacción ($-r$)	89
5.4.2.	Constante de equilibrio y tiempo de reacción.....	96
5.5.	Balance de Energía del Reactor Batch de 20 L	97
CAPÍTULO 6		101

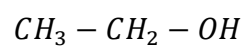
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	101
6.1. Conclusiones	102
6.2. Recomendaciones	103
BIBLIOGRAFÍA	105
ANEXOS	109

ABREVIATURAS

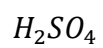
LOPU	Laboratorio de Operaciones Unitarias
CSTR	Continuous stirred-tank reactor (Reactor de tanque constantemente agitado)
PFR	Plug flow reactor (reactor de flujo pistón)
PBR	Packed Bed Reactors (reactores de lecho compactado)
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
PTFE	Politetrafluoroetileno

SIMBOLOGÍA

V	Volumen
P	Presión
T	Temperatura
t	Tiempo
$-r$	Velocidad de Reacción
k	Constante de velocidad
$[A]$	Concentración de un compuesto A
x_A	Conversión del reactivo A
n_A^0	Moles inicial del reactivo A
n_A	Moles final del reactivo A
k_{eq}	Constante de equilibrio
ΔH	Entalpía
$^{\circ}\text{C}$	Grados centígrados de temperatura
uma	Unidad de masa atómica
g	Gramos
cc	Centímetros cúbicos
atm	Atmósfera (unidad de presión)
$\text{CH}_3 - \text{COOH}$	Ácido Acético



Etanol



Ácido sulfúrico



Etanoato de etilo



Agua

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Figura 1. Reactor Batch marca ACE GLASS (68617) en LOPU	3
Figura 2. Modelo de reactor discontinuo o Batch.....	9
Figura 3. Modelo de reactor continuo o CSTR.....	10
Figura 4. Modelo de reactor Semicontinuo o semi – Batch.....	11
Figura 5. Modelo de reactor tubular o PFR.....	12
Figura 6. Modelo de Reactor Isotérmico.	13
Figura 7. Modelo de Reactor adiabático.....	14
Figura 8. Balance en un volumen de control.	16
Figura 9. Valores de k para ecuaciones de velocidad.....	22
Figura 10. Mecanismo de Esterificación de Fisher.....	26
Figura 11. Protonación del ácido acético.	27
Figura 12. Adición del alcohol al ácido acético.....	27
Figura 13. Rompimiento del enlace hidrógeno – oxígeno del grupo OH.	28
Figura 14. Desprotonación del éster y la recuperación del protón (H ⁺) proveniente del catalizador.....	28
Figura 15. Sistema de Reactor encamisado de 20L.....	38
Figura 16. Soporte estándar de acero inoxidable	39
Figura 17. Frasco de vidrio encamisado.....	41

Figura 18. Cuellos del HEAD Schott-Duran Flange.....	42
Figura 19. HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port.	42
Figura 20. Abrazadera de Liberación rápida 200 mm (8 in.).....	43
Figura 21. Conjunto de drenaje sellado Flush.....	44
Figura 22. Adaptador de ángulo de desplazamiento Outer Top Joint & Inner Bottom Joint 24/40.	44
Figura 23. Adaptador Cónico esmerilado	45
Figura 24. Condensador Allihn 24/40.....	46
Figura 25. Agitador PTFE Turbine.....	46
Figura 26. Agitador PTFE Multi-Blade – Paddle Blades.	47
Figura 27. Connector & Chuck.....	48
Figura 28. Agitador eléctrico – Modelo 1750.....	49
Figura 29. Eje de agitación PASS-THROUGH ASSEMBLY	50
Figura 30. ACE-THRED ADAPTER #25.....	51
Figura 31. ACE-THRED ADAPTER 45/50	51
Figura 32. Sensor de Temperatura J – Type.....	52
Figura 33. Ace Rosca Adaptador – Para sensor de temperatura.	52
Figura 34. Cable sensor ITC Coiles 15` Lead.	53
Figura 35. Pantalla termómetro digital.....	54
Figura 36. Diseño del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Autocad.	59

Figura 37. Simulación del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Lookout.	60
---	----

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla I. <i>Composición del material de Vidrio del equipo</i>	37
Tabla II. <i>Componentes del sistema de reactor encamisado</i>	38
Tabla III. <i>Especificaciones generales del frasco de vidrio (Reactor)</i>	41
Tabla IV. <i>Conicidad estándar para adaptadores y tapones esmerilados</i>	45
Tabla V. <i>Características del Agitador eléctrico – modelo 1750</i>	48
Tabla VI. <i>Revoluciones por niveles del Agitador eléctrico – modelo 1750</i>	48
Tabla VII. <i>Concentraciones iniciales de cada reactivo</i>	68
Tabla VIII. <i>Tabla de resultados de la reacción con relación 1:1 molar Etanol/Ác. Acético a 30°C.</i>	72
Tabla IX. <i>Tabla de resultados de la reacción con relación 4:1 molar Etanol/Ác. Acético a 30°C.</i>	81
Tabla X. <i>Tabla de resultados de la reacción con relación 4:1 molar Etanol/Ác. Acético a 43°C.</i>	91
Tabla XI. <i>Entalpías de formación a 25 °C.</i>	98
Tabla XII. <i>Calor específico de 0 – 80 °C.</i>	98

ÍNDICE DE GRÁFICOS

<i>Gráfico 1. Determinación de la constante de velocidad k para reacción con relación 1:1 molar a 30°C.</i>	<i>74</i>
<i>Gráfico 2. Variación de las concentraciones de los reactivos y productos con respecto al tiempo con relación 1:1 molar a 30°C.</i>	<i>75</i>
<i>Gráfico 3. Determinación de la constante de velocidad k para reacción con relación 4:1 molar a 30°C.</i>	<i>84</i>
<i>Gráfico 4. Variación de las concentraciones de los reactivos y productos con respecto al tiempo con relación 4:1 molar a 30°C.</i>	<i>85</i>
<i>Gráfico 5. Determinación de la constante de velocidad k para reacción con relación 4:1 molar a 43°C.</i>	<i>94</i>
<i>Gráfico 6. Variación de las concentraciones de los reactivos y productos con respecto al tiempo con relación 4:1 molar a 43°C.</i>	<i>95</i>

INTRODUCCIÓN

Los reactores químicos son equipos en la cual se dan lugar numerosas reacciones químicas, y se encuentran diseñados para lograr la máxima eficiencia de las reacciones que son llevadas a cabo en su interior, logrando de esta manera el menor coste posible. Estos equipos han sido utilizados desde la antigüedad a menor escala hasta la aplicación a nivel industrial para la obtención o síntesis de una gran variedad de productos.

El reactor batch, marca ACE GLASS, que se encuentra en el laboratorio de operaciones unitaria, se encuentra diseñado para llevar a cabo reacciones químicas, en las cuales los estudiantes que se encuentran cursando la carrera de ingeniería química podrían llevar a cabo **prácticas** de laboratorios de las materias dictadas por la carrera. Para que de esta manera los estudiantes logren un mayor conocimiento acerca del modo de operación de los reactores químicos y del control de las reacciones que se lleven a cabo en el interior de un reactor.

CAPÍTULO 1

GENERALIDADES

1.1. Planteamiento del problema

La unidad académica a la que pertenece la carrera de Ingeniería Química proporciona la formación profesional de los estudiantes que se encuentren cursando la carrera. Como resultado los estudiantes obtienen una buena formación en la parte teórica en las diferentes materias dictadas por la carrera, pero no todas son complementadas con el aprendizaje práctico que se requiere, como lo son las **materias** de Cinética Química e Ingeniería de las Reacciones Químicas.

En el Laboratorio de Operaciones Unitarias – ESPOL, se encuentran a disposición de los estudiantes y Docentes 3 reactores tipo BATCH en las cuales se puede complementar el aprendizaje de los estudiantes en las materias mencionadas anteriormente. Los reactores encontrados en el laboratorio son los siguientes:

Reactor batch digestor (codificación 54721), **reactor batch de vidrio marca ACE GLASS (codificación 68617)** y reactor batch de acero inoxidable (sin codificación de inventario).

El reactor batch de vidrio marca ACE GLASS 68617 (codificación 68617) se encuentra de forma aislada sin que se le dé un aprovechamiento adecuado a la vida útil desde su adquisición en el 2007 por parte del Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales (ICQA) lo que hoy es el Departamento de Ciencias

Químicas y Ambientales (DCQA), el equipo se encuentra en condiciones adecuadas para el desarrollo de las diferentes **prácticas** que se podrían realizar por partes de los estudiantes en las materias requeridas para poder **complementar** los conocimientos adquiridos de manera teórica. Pero por el momento no cuenta con manual de especificaciones técnicas ni manual de operación del reactor. En consecuencia, el reactor se encuentra actualmente de manera inactiva, lo que impide un aprendizaje de manera completa hacia los estudiantes de la carrera de ingeniería química.



Figura 1. Reactor Batch marca ACE GLASS (68617) en LOPU

1.2. Justificación

La finalidad de este proyecto integrador es contribuir con la carrera de Ingeniería Química para que logre brindar un aprendizaje más completo en la formación profesional de los estudiantes que se encuentran cursando la carrera, para ello es importante complementar los conocimientos teóricos adquiridos, por medio de prácticas experimentales en los diferentes laboratorios de las materias mencionadas anteriormente.

Al lograr darle un correcto procedimiento a la vida útil del Reactor Batch marca ACE GLASS (68617) que se encuentra en el laboratorio de operaciones unitarias; lo que busca este proyecto es el darle un uso adecuado al equipo 68617, preparando su respectivo manual de operación en conjunto con el uso de otros equipos como lo es el Caldero y el Intercambiador de calor de ser necesario para la correcta operación del reactor.

De esta manera la institución logre dar una mayor formación a los estudiantes y en el futuro logre alcanzar una nueva acreditación de la carrera al tener equipos que se encuentren operando de manera adecuada y tomando todas las normas de seguridad respectivas en los laboratorios.

1.3. Hipótesis

Al proponer y llevar a cabo prácticas de reacciones químicas para el reactor batch (68617) localizado en el laboratorio de operaciones unitarias, permitirá un mejor aprovechamiento del mismo evitando de este modo la pérdida de la vida útil del equipo.

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo General.

Elaborar el respectivo manual de operación del reactor batch marca ACE GLASS (68617), para la puesta en marcha del equipo para su uso con fines didácticos.

1.4.2. Objetivos Específicos.

- Identificar los respectivos componentes del reactor batch marca ACE GLASS (68617).
- Identificar los tipos de reacciones químicas que se pueden llevar a cabo en el reactor.
- Seleccionar una de las reacciones identificadas para la puesta en marcha del reactor.
- Monitorear la reacción que se lleva a cabo en el reactor batch.

- Tabular los resultados obtenidos de la reacción empleada en el reactor para futuras pruebas o prácticas de laboratorio de los estudiantes de la carrera de Ingeniería Química.

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1. Reactor Químico

Un reactor químico es un recipiente cerrado que se encuentra diseñado para que en su interior se lleven a cabo una serie de reacciones químicas. Teniendo como funciones principales:

- Asegurar el tipo y tiempo de contacto adecuado entre los reactantes en el interior del recipiente para obtener una mejor eficiencia en la reacción.
- Proporcionar las condiciones adecuadas como lo son la presión, temperatura de manera que la reacción que se da en el interior del recipiente logre la velocidad de reacción deseada.
- Llevar a cabo la reacción logrando el grado de conversión deseada teniendo el menor coste de producción posible. (Mendiburu, 2015)

2.2. Tipos de Reactores

Los diferentes tipos de reactores se pueden clasificar en base a:

- Por su modo de Operación.
- Por el tipo de reacciones que manejan.
- Por el régimen térmico.
- Según el tipo de flujo interno.

2.2.1. Por su modo de Operación.

2.2.1.1. Reactor discontinuo.

Es aquel en donde una vez cargado los reactivos en el reactor no existe flujo de entrada ni de salida de material. Luego se lleva la reacción a las condiciones adecuadas de temperatura y presión, y se deja reaccionar por un tiempo de acuerdo al grado de conversión de la reacción deseada.

Una vez obtenida el grado de conversión deseado se lleva a cabo la descarga del producto, para de esta manera empezar nuevamente con la carga de reactivo en el reactor para la producción de más productos.

Este tipo de reactor se lo denomina también como reactor tipo Batch.

Su modo de operación es conocido como reactor por lotes: carga, reacciona y descarga.

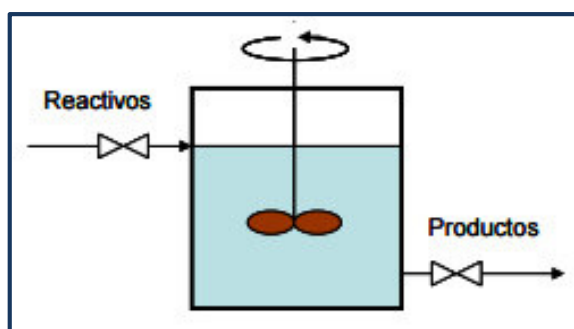


Figura 2. Modelo de reactor discontinuo o Batch.

Fuente: (Camarillo, 2015)

2.2.1.2. Reactor continuo CSTR.

Este tipo de reactor es aquel en donde una vez empezada la reacción química en su interior, se alimenta de manera constante de los diferentes tipos de reactivos necesarios para llevar a cabo la reacción, consecutivamente se retira de manera continua los productos que son generados por el avance de la reacción.

Este tipo de reactores producen un mejor rendimiento de conversión de la reacción y es denominado también como Reactor CSTR.

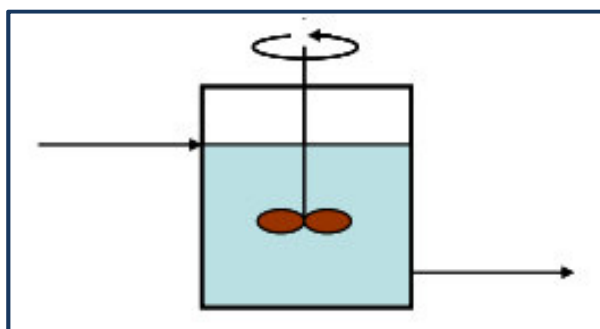


Figura 3. Modelo de reactor continuo o CSTR.

Fuente: (Camarillo, 2015)

2.2.1.3. Reactor Semicontinuo.

Es aquel en el cual una vez cargado los reactivos en el interior de reactor, se añade poco a poco uno de los reactivos con la finalidad de evitar la formación de productos no deseados, consecutivamente se va retirando

de manera casi continua los productos que se van generando a medida que avanza la reacción.

Este tipo de reactor es llamado también semi – Batch

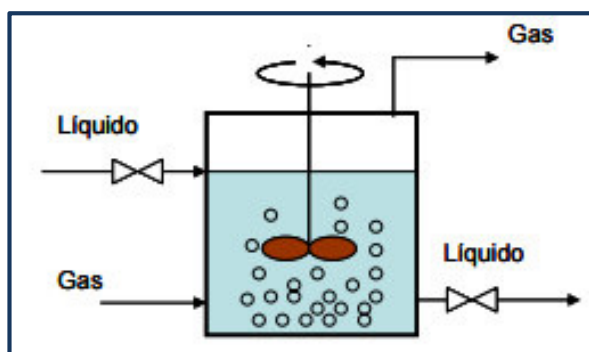


Figura 4. Modelo de reactor Semicontinuo o semi – Batch.

Fuente: (Camarillo, 2015)

2.2.1.4. Reactor tubular PFR.

Es un tipo de reactor de operación continua, tienen forma de tubos en la cual todos los reactivos entran desde un extremo en una dirección espacial previamente seleccionada sin hacer ningún intento para producir el mezclado entre los reactivos, para finalmente los productos generados salir desde el otro extremo del reactor.

Este tipo de reactor también es llamado como reactor de flujo pistón.

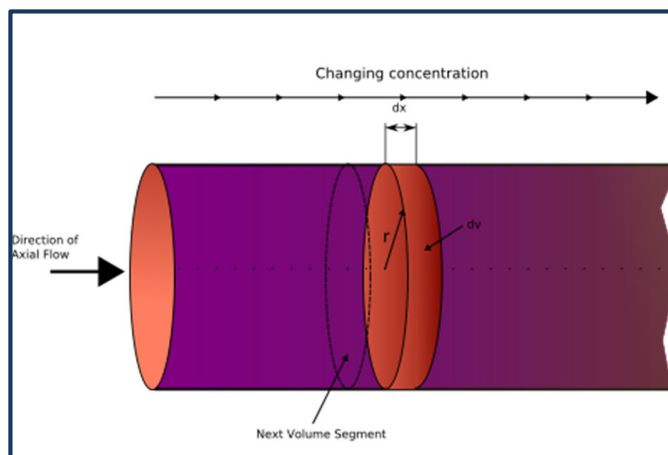


Figura 5. Modelo de reactor tubular o PFR

Fuente: (Camarillo, 2015)

2.2.2. Por el tipo de reacciones que manejan.

2.2.2.1. Reactores para reacciones Homogéneas.

Es cuando en el interior del reactor se efectúan reacciones en la que sus componentes intervienen una sola fase, ya sea esta sólida, líquida o gaseosa.

2.2.2.2. Reactores para reacciones Heterogéneas.

Cuando en el interior del reactor se efectúan reacciones en la que sus componentes intervienen dos o más fases, la cual es requerida para que la reacción tenga lugar a una velocidad deseada.

2.2.3. Por el régimen térmico.

2.2.3.1. Reactores Isotérmicos.

Son reactores encamisados (chaqueta) en la cual la temperatura del sistema permanece constante a lo largo de la reacción, es decir el calor generado por la reacción que se lleva a cabo en el interior del reactor, es la misma la cuál es retirada por el sistema de enfriamiento que posee el reactor (chaqueta).

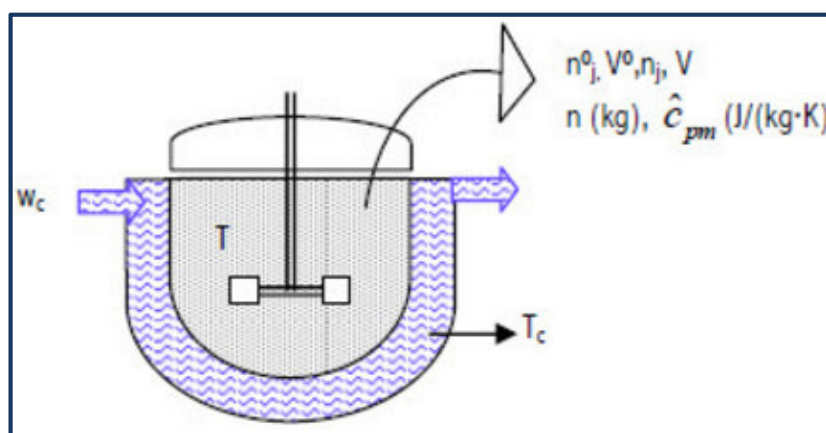


Figura 6. Modelo de Reactor Isotérmico.

Fuente: (Avibert.blogspot, 2015)

2.2.3.2. Reactores Adiabáticos.

En este tipo de reactores no existe una transmisión de calor con los exteriores (entorno) debido a que poseen una chaqueta de aislamiento térmico. Es llamado también Reactor aislado.

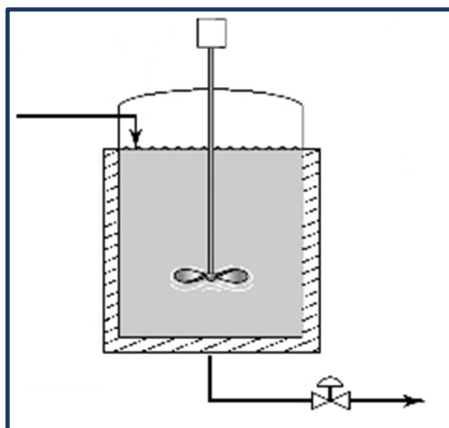


Figura 7. Modelo de Reactor adiabático.

Fuente: (Avibert.blogspot, 2015)

2.2.3.3. Reactores No Isotérmicos.

El perfil general de los reactores es que no operan en condiciones isotérmicas, por lo que presentan variación de temperatura del fluido de alimentación del reactor y de los alrededores a lo largo del tiempo, debido al calor liberado o absorbido por la reacción que se lleva a cabo en el interior del reactor. (Borzacconi, 2003)

2.2.4. Según el tipo de flujo Interno.

2.2.4.1. Reactores ideales.

Este tipo de reactores parte el supuesto de que se lleva a cabo una mezcla perfecta entre todos sus componentes en el interior del reactor. Asegurando de esta manera de que la concentración y temperatura son

totalmente homogéneas, evitando de esta manera los tiempos muertos en el interior del reactor. Por lo que sus ecuaciones de reacción suelen ser descritos con ecuaciones ideales y sencillas. (Picó, 2015)

2.2.4.2. Reactores no ideales.

Este tipo de reactores consideran el patrón de flujo y la presencia de zonas muertas en el interior del reactor, por lo que consideran una dinámica de fluido más compleja y sus ecuaciones de reacción son descritas por ecuaciones de igual complejidad (Picó, 2015).

2.3. Ecuación general de balance de materia en moles

Para llevar a cabo un balance de materia en moles, es necesario identificar las fronteras de sistema de operación, para ello se debe de tomar un volumen cerrado de operación, dicho volumen se lo denomina *Volumen del Sistema*, en el cuál se llevará a cabo el balance de materia en moles.

Tomando por ejemplo al siguiente sistema en la cual se realizará un balance de moles de la especie j en un volumen de sistema determinado.

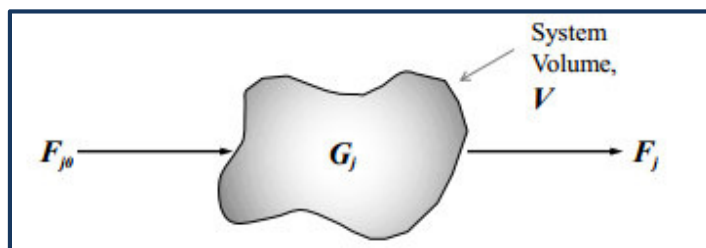


Figura 8. Balance en un volumen de control.

Fuente: (Fogler, 2001)

El balance de moles para la especie j para un volumen determinado y cualquier instante de tiempo (t) es la siguiente:

Entrada + generación – salida = Acumulación

$$F_j^0 + \int^V r_j dV - F_j = \frac{dn_j}{dt} \quad \text{Ec. 1}$$

En donde:

F_j^0 = Flujo molar de entrada.

F_j = Flujo molar de salida.

r_j = velocidad de reacción de j .

dV = Variación de volumen de reacción.

$\frac{dn_j}{dt}$ = Cambio de número de moles de j con respecto al tiempo.

2.3.1. Ecuación de balance de materia para Reactores Batch

Para operación de reactores Batch, no existe flujo constante de entrada de reactivos ni flujo de salida de productos, por lo que la ecuación de balance de materia quedaría de la siguiente manera:

$$F_j^0 = 0 \qquad F_j = 0$$

$$\int^V r_j dV = \frac{dn_j}{dt}$$

De modo que la velocidad de reacción no varía espacialmente en el interior del reactor batch, la ecuación de balance de materia queda de la siguiente manera:

$$\frac{dn_j}{dt} = r_j V \qquad \text{Ec. 2}$$

2.4. Ecuación general de balance de energía

Esta ecuación se basa en el primer principio de la termodinámica que indica que: *“La energía no se crea ni se destruye, sólo se transforma”*.

Que indica que la energía puede convertirse en una forma de energía a otra, pero la cantidad total de energía permanece constante (Gonzalez, 2009); es decir que la energía se conserva.

La ecuación general de balance de energía para cualquier tipo de reactor para la especie j para un volumen determinado y cualquier instante de tiempo (t) es la siguiente:

$$\sum E_j^0 - \sum E_j + \sum Q + \sum W = \frac{dE}{dt} \quad \text{Ec. 3}$$

Dónde:

$$\sum E_j^0 = \text{Energía totales de entrada (Entalpías)}$$

$$\sum E_j = \text{Energía totales de Salida (Entalpías)}$$

$$\sum Q = \text{Calor total aportado al sistema.}$$

$$\sum W = \text{Trabajo total aportado por el sistema.}$$

$$\frac{dE}{dt} = \text{Cambio de energía interna del sistema (Acumulación).}$$

2.4.1. Ecuación de balance de energía para Reactores Batch

Para operación de reactores Batch, no existe flujo constante de entrada de reactivos ni flujo de salida de productos, además los reactores batch no realizan trabajo, por lo que la ecuación de balance de energía quedaría de la siguiente manera:

$$\sum E_j^0 = 0 \qquad \sum E_j = 0$$

$$\sum W = 0$$

$$\sum Q = \frac{dE}{dt}$$

$$Q = \Delta U$$

$$\Delta U = \Delta H + P(\Delta V); V = \text{Constante en un reactor Batch}$$

$$U = \Delta H$$

Por lo que el Balance de Energía para un reactor Batch quedaría de la siguiente manera:

$$Q = \Delta H \quad \text{Ec. 4}$$

Dónde:

$$\Delta H = \text{Calor de la reacción en el interior del reactor}$$

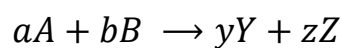
2.5. Indicadores de Operación

Indica que es lo que va ocurriendo con la reacción que se lleva a cabo en el interior del reactor.

2.5.1. Velocidad de reacción $(-r)$.

Es la velocidad en la cual los reactivos se van convirtiendo en producto con a medida que transcurre el tiempo de reacción.

Para una reacción de estequiometria:



La velocidad de consumo del reactivo A se la puede definir como $-d[A]/dt$, y la velocidad de formación del producto Y se la define como $d[Y]/dt$. Dichas velocidades no son las mismas para cada reactivo o productos, por lo que es necesario contar con una velocidad que sea represente la misma para todos los reactivos y productos que intervienen en la reacción, esta velocidad empleada se la denomina como *Velocidad de Reacción*. (Laidler, 1997)

Para la mayoría de las reacciones la ecuación de velocidad se encuentra relacionada con las concentraciones de los reactivos que participan en la reacción, como se representa a continuación:

$$-r = k[A]^{\alpha}[B]^{\beta} \quad \text{Ec. 5}$$

En donde k se denomina constante de velocidad y α y β se denominan órdenes parciales de reacción, siendo α el orden de reacción con respecto al reactivo A y β el orden de reacción con respecto al reactivo B. Y la suma en entre todos los órdenes parciales de reacción se la conoce como *Orden global de reacción*.

2.5.2. Constante de velocidad y coeficientes de velocidad.

La constante de velocidad (k) es una constante de proporcionalidad que relaciona la concentración entre los reactivos que participan en una reacción química y la velocidad de la reacción.

La unidad de la constante de velocidad va a variar de acuerdo al orden de reacción que se esté efectuando la reacción. A continuación se mostrará el valor de k con su respectiva unidad de acuerdo al orden de reacción.

Ecuaciones de velocidad para reacciones de:

- orden 0

$$-r = k$$

- Orden 1

$$-r = k[a]$$

- Orden 2

$$-r = k[a]^2 \quad o \quad -r = k[a][b]$$

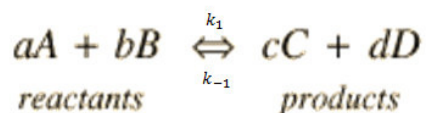
Orden	Ecuación de velocidad		Unidades de velocidad constante	Vida media $t_{1/2}$
	Forma diferencial	Forma integrada		
0	$\frac{dx}{dt} = k$	$k = \frac{x}{t}$	$\text{mol dm}^{-3} \text{s}^{-1}$	$\frac{a_0}{2k}$
1	$\frac{dx}{dt} = k(a_0 - x)$	$k = \frac{1}{t} \ln \frac{a_0}{a_0 - x}$	s^{-1}	$\frac{\ln 2}{k}$
2	$\frac{dx}{dt} = k(a_0 - x)^2$	$k = \frac{1}{t} \frac{x}{a_0(a_0 - x)}$	$\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{s}^{-1}$	$\frac{1}{ka_0}$
2	$\frac{dx}{dt} = k(a_0 - x)(b_0 - x)$ (reactivos a diferentes concentraciones)	$k = \frac{1}{t(a_0 - b_0)} \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)}$	$\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{s}^{-1}$	—
n	$\frac{dx}{dt} = k(a_0 - x)^n$	$k = \frac{1}{t(n-1)} \left[\frac{1}{(a_0 - x)^{n-1}} - \frac{1}{a_0^{n-1}} \right]$	$\text{mol}^{1-n} \text{dm}^{3n-3} \text{s}^{-1}$	$\frac{2^{n-1} - 1}{k(n-1)a_0^{n-1}}$

Figura 9. Valores de k para ecuaciones de velocidad

Fuente: (Laidler, 1997)

2.5.3. Constante de equilibrio k_{eq}

Para reacciones elementales es fácil demostrar que la constante de equilibrio está en función entre la proporción de las constantes de velocidad de la reacción hacia los productos (derecha) y hacia los reactivos (izquierda). Por lo tanto si consideramos el siguiente proceso:



Las ecuaciones de velocidad de la reacción tanto para la derecha hacia los productos e izquierda hacia los reactivos quedarían de la siguiente manera:

$$-r_1 = k_1[A][B]$$

$$-r_{-1} = k_{-1}[C][D]$$

Para cuando el sistema alcanza el equilibrio se cumple que $-r_1 = -r_{-1}$ por lo que al igual las ecuaciones se obtiene que:

$$k_1[A][B] = k_{-1}[C][D]$$

$$\frac{k_1}{k_{-1}} = \left[\frac{[C][D]}{[A][B]} \right]_{eq} = k_{eq}$$

En donde:

$$k_{eq} = \text{Constante de equilibrio.}$$

2.5.4. Conversión o rendimiento (x_A)

Se define la conversión como la cantidad en moles del reactivo limitante de la reacción que han reaccionado a lo largo del tiempo en relación a la cantidad inicial en moles del reactivo limitante.

$$x_A = \frac{n_A^0 - n_A}{n_A^0} \quad \text{Ec. 6}$$

En donde:

$$x_A = \text{Conversion del reactivo limitante.}$$

$$n_A^0 = \text{Moles del reactivo limitante inicial.}$$

$$n_A = \text{Moles del reactivo limitante final.}$$

2.5.5. Tiempo de residencia.

Se define como tiempo de residencia al tiempo necesario en la que la reacción debe darse dentro del reactor batch hasta alcanzar la conversión del reactivo limitante deseado.

Se la puede determinar a partir de la ecuación de balance de materia obtenida en la ecuación 2.

$$\frac{dn_j}{dt} = v_j V$$

$$\int_{t_0}^t dt = \frac{1}{V} \cdot \int_{n_j^0}^{n_j} \frac{dn_j}{r_j}$$

$$t = \frac{1}{V} \cdot \int_{n_j^0}^{n_j} \frac{dn_j}{r_j}$$

Por lo tanto el tiempo de residencia para obtener una determinada concentración de un reactivo limitante A se la puede determinar de la siguiente ecuación:

$$t = \frac{1}{V} \cdot \int_{n_A^0}^{n_A} \frac{dn_A}{r_A} \quad \text{Ec. 7}$$

2.6. Reacción de Compuestos Orgánicos.

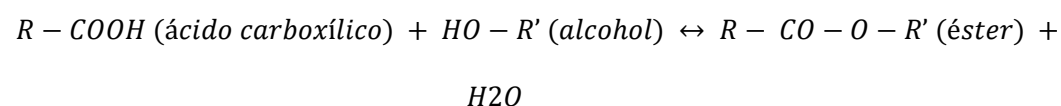
2.6.1. Éster.

Un éster carboxílico se encuentra conformado por dos cadenas de carbono: un grupo carboxilo ($R - COOH$) y un grupo hidroxilo ($R' - OH$). Y el nombre de un éster, según IUPAC, es determinado por el nombre del ácido seguido del sufijo -oato, terminando con el nombre del grupo alquilo que se encuentra unido al oxígeno. Ejemplo:

El ácido etanoico al reaccionar con el etanol forma el éster llamado etanoato de etilo y agua.

2.6.2. Reacción de esterificación de Fisher.

Es una reacción de esterificación de Fisher, se sintetiza un éster por medio de la reacción entre un ácido carboxílico con un alcohol para la formación del éster y agua.



2.6.3. Mecanismo de Esterificación de Fisher.

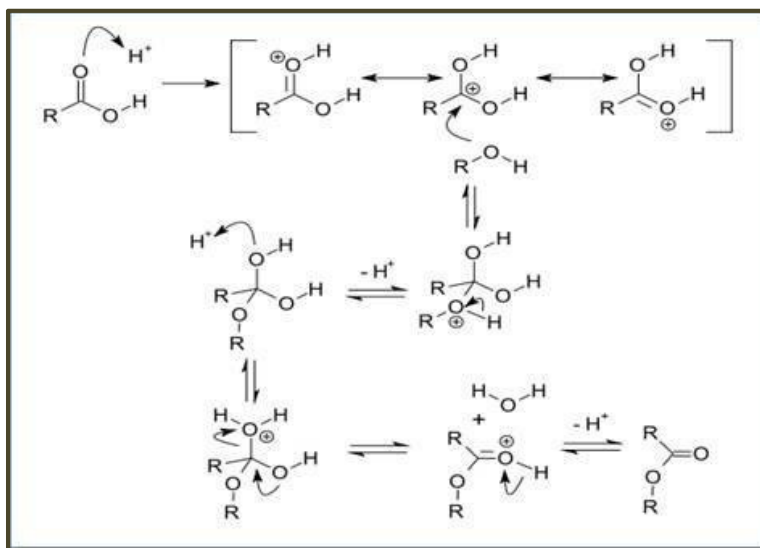
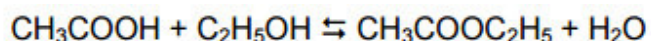


Figura 10. Mecanismo de Esterificación de Fisher.

Fuente: (Aldabe, 2004)

2.6.4. Esterificación del Etanoato de Etilo.

Para lograr la síntesis de Etanoato de Etilo, se necesita reaccionar en medio ácido (catalizador), ácido acético más alcohol etílico para obtener como producto el etanoato de etilo más agua.



2.6.4.1. Mecanismo de esterificación del Etanoato de Etilo.

Como primer paso se debe de dar la transferencia del protón (H^+) desde un catalizador ácido fuerte, al ácido acético. Este protón es ubicado en el oxígeno del carbonilo como se indica a continuación.

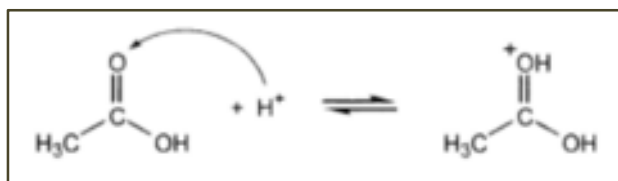


Figura 11. Protonación del ácido acético.

Fuente: (Aldabe, 2004)

Luego el alcohol se adiciona al carbono del grupo carbonilo formando un enlace carbono – oxígeno.

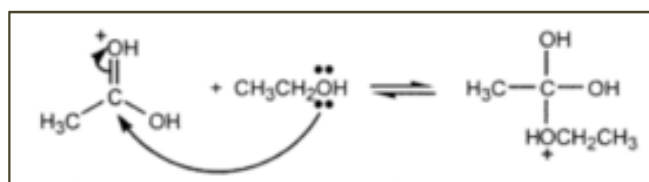


Figura 12. Adición del alcohol al ácido acético.

Fuente: (Aldabe, 2004)

Luego se da la transferencia del protón, la cual se rompe el enlace hidrógeno – oxígeno que pertenecía al alcohol, para ligarse a los otros dos átomos de oxígeno de los grupos oxidrilos (-OH) para darse la eliminación de una molécula de agua.

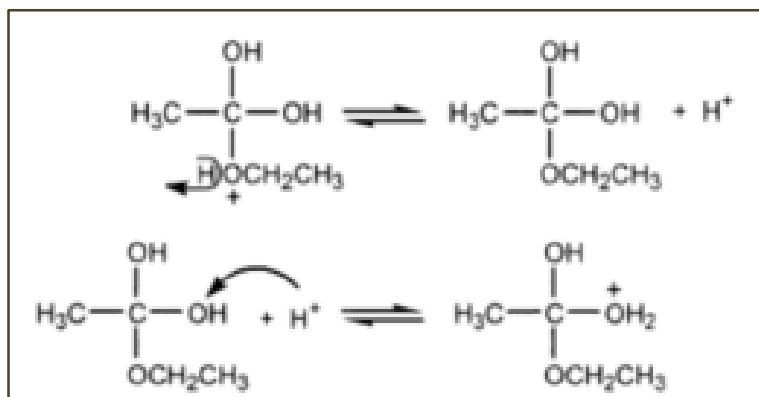


Figura 13. Rompimiento del enlace hidrógeno – oxígeno del grupo OH.

Fuente: (Aldabe, 2004)

Al darse la eliminación de la molécula de agua, el éster queda protonado, por lo que se da el desprendimiento de un átomo de hidrógeno para de esta manera lograr la desprotonación del éster y la recuperación del protón (H^+) proveniente del catalizador.

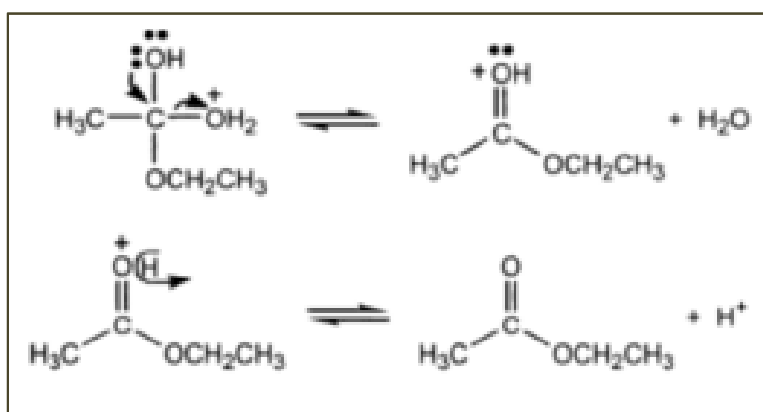
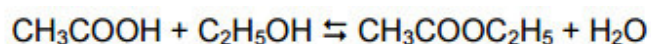


Figura 14. Desprotonación del éster y la recuperación del protón (H^+) proveniente del catalizador.

Fuente: (Aldabe, 2004)

2.6.4.2. Velocidad de la reacción de esterificación del etanoato de etilo.

La reacción de esterificación del etanoato de etilo está dada por una reacción de segundo orden, por lo que la ecuación de velocidad de la reacción de esterificación se encuentra determinada de la siguiente manera:



$$-r = k[\text{CH}_3\text{COOH}][\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}] \quad \text{Ec. 8}$$

En donde:

$-r$ = velocidad de reacción con respecto al tiempo.

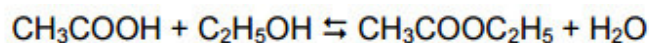
$[\text{CH}_3\text{COOH}]$
= Concentración del ácido acético en cualquier momento t de reacción

$[\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}]$
= Concentración del etanol en cualquier momento t de reacción

k = Constante de velocidad para la reacción.

2.6.4.3. Constante de equilibrio de la reacción de esterificación del etanoato de etilo.

Al alcanzar el equilibrio la reacción de esterificación la constante de equilibrio se la logra obtener de la siguiente manera:



$$K = \frac{[\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3] \cdot [\text{H}_2\text{O}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}] \cdot [\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}]}$$

Para condiciones de reacción de: $T = 25^\circ\text{C}$, la constante de equilibrio es:

$$K = \frac{[\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3] \cdot [\text{H}_2\text{O}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}] \cdot [\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}]} = 3.77$$

Fuente: (Laidler, 1997)

2.6.4.4. Reactivos de reacción de esterificación del etanoato de etilo.

2.6.4.4.1. Ácido acético glacial.

El ácido acético glacial corresponde al ácido acético anhidro, es decir, sin presencia de agua o de alta concentración, esta puede presentarse a una concentración entre el 80% hasta un 99,5% dependiendo del proceso de obtención y de su posterior aplicación.

Se encuentra dentro de la clasificación de los ácidos carboxílicos orgánicos y es conocido como ácido etanoico, metilencarboxílico, ácido etílico, pero comúnmente conocida como ácido acético (CH_3COOH), es un líquido incoloro o sustancia cristalina con olor penetrante que puede ser obtenida mediante la destilación destructiva de la madera pero

generalmente de la oxidación del alcohol etílico o fermentación oxidativa. De acuerdo a la sustancia de la que proviene se puede decir que es un ácido de origen natural y que se logra encontrar en la mayoría de las frutas, además se encuentra en el vinagre la cual le proporciona características de olor y sabor agrios (QuimiNet.com, 2015).

El ácido acético glacial consta de las siguientes propiedades físicas:

- Es líquido
- No tiene color
- No posee mayor contenido de agua en su estructura
- Densidad 1.049 g/cc
- Posee un punto de ebullición de 118°C
- Punto de fusión de 16.7°C
- Densidad en estado líquido 1.049 g/cc

Identificación de Riesgos del ácido acético glacial:

- La mezcla vapor de ácido acético con aire puede formar mezcla explosivas. Al aumento de calentamiento de la mezcla (mayor a 39°C) puede producir riesgo de estallido.
- Al contacto con la piel puede producir enrojecimiento, dolor y quemaduras graves.

- La inhalación de los vapores pueden provocar irritación a la garganta, tos y dificultad respiratoria.
- La inhalación del ácido puede producir sensación de escozor del sistema digestivo, vómitos y diarrea.

2.6.4.4.2. Alcohol Etílico.

El alcohol etílico llamado comúnmente etanol, su fórmula química es $CH_3 - CH_2 - OH$, se presenta como un líquido incoloro e inflamable, y de agradable olor. Forma mezclas azeotrópica al mezclarse con el agua en cualquier proporción. Debido a esto sólo se puede lograr mediante destilación en la industria, una obtención del 95% de pureza de alcohol y el 5% de agua.

El etanol también es llamado alcohol potable y es el alcohol que se encuentra en todas las bebidas alcohólicas, además es usado como fluido en termómetro para medir temperaturas inferiores al punto del mercurio ($-40\text{ }^{\circ}\text{C}$), y como anticongelante en radiadores en automotores, debido a su bajo de congelación ($-114\text{ }^{\circ}\text{C}$). El Etanol se lo puede obtener a partir de la hidratación de etileno en presencia de una ácido fuerte como el ácido sulfúrico (H_2SO_4); también se puede mediante la fermentación anaeróbica de azúcares y almidón en presencia de levadura

(Etanolbiocombustible.blogspot.com, 2015). El etanol es muy utilizado en la industria, y como fuente alternativa de energía (biocombustible).

El etanol tiene las siguientes propiedades físicas:

- Incoloro
- Forma mezclas azeotrópica con el agua.
- Masa molecular 46,07 uma
- Densidad 0.810 g/cc
- Posee un punto de ebullición de 78.6°C
- Punto de fusión de -114,1 °C
- Temperatura crítica 241 °C
- Presión crítica 63 atm.

Identificación de Riesgos del etanol:

- Produce pérdida temporal de la visión.
- Puede afectar al sistema nervioso central provocando mareos, somnolencia y confusión.
- A exposiciones consecutivas podría ocasionar un incremento en la irritabilidad del sujeto intoxicado como también en la agresividad.

2.6.4.4.3. Ácido sulfúrico.

El ácido sulfúrico es un ácido fuerte cuya fórmula química es H_2SO_4 , se presenta como un líquido viscoso e incoloro cuando se encuentra en estado puro, y en presencia de impurezas se presenta de color marrón.

Al calentarse a temperatura mayores de 30°C desprende vapores y por encima de 200°C emite gases de trióxido de azufre; tiene gran afinidad por el agua y por esta razón es utilizado como agente desecante al estar en contacto con compuestos orgánicos hidratados.

CAPÍTULO 3

MANUAL TÉCNICO DEL REACTOR

BATCH ACE GLASS



ACE GLASS INCORPORATED

MANUAL TÉCNICO DEL

REACTOR DE VÍDRIO PILOTO 20 LITROS



3.1. ACE GLASS INCORPORATED

AceGlassIncorporated fundada 1936 en Vineland, NJ., Es un líder e innovador de la cristalería científica, equipo de laboratorio y aparatos de vidrio. ACE VIDRIO marca cristalería está fabricado a partir de Corning 7740, Kimble KG-33, Kavalier / Simax, vs Schott-Duran vidrio ® y se ajusta a especificaciones federales DD-LG-541B y ASTM E-438. También se reúnen las especificaciones de la Farmacopea de Estados Unidos para el tipo I de borosilicato (ACEGLASS, 2015).

Propiedades del vidrio representados por la empresa:

Tabla I. *Composición del material de Vidrio del equipo.*

Composición	Corning 7740	Schott-Duran	Kavalier/Simax
SiO₂	80.6%	81%	80.4%
B₂O₃	13.0%	13%	13.0%
Na₂O/K₂O	4.1%	4%	4.2%
Al₂O₃	2.3%	2%	2.4%

Fuente: (ACEGLASS, 2015)

3.2. Sistema de Reactor encamisado de 20 L

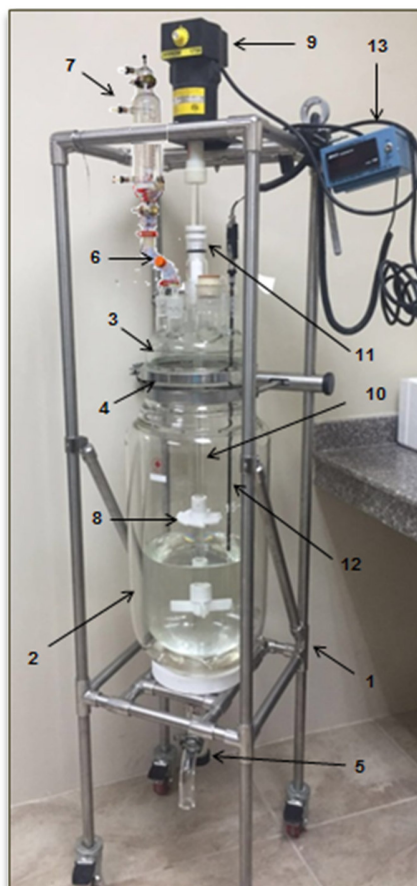


Figura 15. Sistema de Reactor encamisado de 20L

Tabla II. Componentes del sistema de reactor encamisado

Componente	Descripción
1	Soporte estándar de acero inoxidable para reactor de 20 L
2	Frasco de vidrio encamisado de 20 L
3	HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port
4	Abrazadera de Liberación rápida 200 mm (8 in.)
5	Conjunto de drenaje sellado Flush
6	Adaptador en ángulo de desplazamiento 24/40
7	Condensador Allihn 24/40
8	Agitador PTFE Turbine&Multi-Blade.

9	Agitador eléctrico – modelo 1750
10	Eje rotatorio PASS-THROUGH ASSEMBLY
11	ACE-THRED ADAPTER
12	Sensor de Temperatura (Termocupla) Tipo J-Kem
13	Pantalla termómetro digital, Electrónica, con grabadora de salida

Fuente: (ACEGLASS, 2015)

3.3. Componentes del sistema de reactor encamisado

3.3.1. Soporte estándar de acero inoxidable.

Soporte de acero inoxidable, soporte / montaje para reactores de 20L de la planta piloto, con ruedas para la movilidad.



Figura 16. Soporte estándar de acero inoxidable

3.3.2. Frasco de vidrio encamisado de 20 L.

- **Limitaciones y precauciones**

La resistencia del vidrio está determinada principalmente por su condición de la superficie, el grosor y la uniformidad. El estrés mecánico aplicado al vidrio contribuye a la tensión, lo que resulta rotura cuando la deformación total excede su límite admisible (es decir, resistencia a la tracción). Así, el manejo cuidadoso y el uso de material de vidrio son importantes para evitar arañazos y golpes mecánicos a las superficies exteriores e interiores.

La tensión térmica puede producir el mismo resultado - la rotura catastrófica. Es importante evitar la rápida variación de temperatura o cambios a través de cualquier pared de cristal (contacto). Esto se refiere a aumentos de la temperatura de aplicación externa de calor (mantos) o internamente al presentarse generación de calor (reacciones exotérmicas), así como, la introducción rápida de grandes cantidades de líquidos que se encuentren fríos a reactivos calientes, etc (ACEGLASS, 2015).

Tabla III. Especificaciones generales del frasco de vidrio (Reactor)

Especificaciones generales del Frasco de Vidrio (Reactor)	
Rango máximo de temperatura Permitida	-60 a 200 ° C
Máximo diferencial de temperatura admisible (ΔT)	80°C
Presión máxima de chaqueta (reactor encamisado)	8 psig (0,34 bar)
Rango de presión máxima de trabajo	5 PSIG a 0 Torr
Material de reactor	BorosilicateGlass& PTFE

Fuente: (ACEGLASS, 2015)

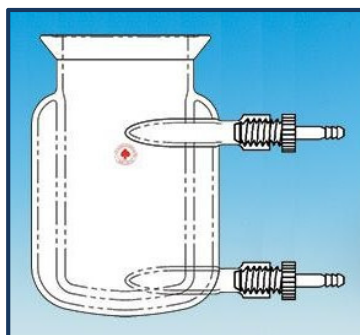


Figura 17. Frasco de vidrio encamisado

3.3.3. HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port.

Cabeza de cristal de estilo abombado con 200 mm de estilo Schott-Duran (8 pulgadas) de brida para su uso. Cuenta con una brida de 60 mm Schott-Duran flnge (2,4 pulgadas) de diámetro interno puerto lateral con la ranura de la junta tórica, en ángulo de 45 grados, para la facilidad en la adición de materiales al reactor. Además del puerto de 60mm, HEAD tiene un cuello de 45/50 en el centro, (1) 45/50, (2) 29/42, y (2) 24/40 cuellos secundarios.

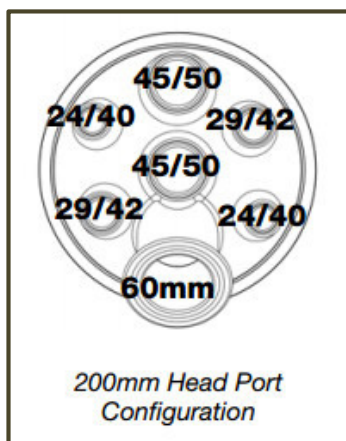


Figura 18. Cuellos del HEAD Schott-Duran Flange.



Figura 19. HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port.

3.3.4. Abrazadera de Liberación rápida 200 mm (8 in.).

Abrazadera de liberación rápida de acero inoxidable para uso con matraces de reacción y cabezas con Schott Duran ® bridas. Disponible con o sin varilla de extensión, de 5/8 de pulgada OD x 12 pulgadas de largo para sujetar un bastidor de soporte.

Nota: Los reactores deben ser apoyadas desde abajo de la forma habitual
- mantos, anillos, gatos, etc.



Figura 20. Abrazadera de Liberación rápida 200 mm (8 in.)

3.3.5. Conjunto de drenaje sellado Flush.

Conjunto de drenaje sellado Flush. El tapón con una junta tórica CAPFE se inserta en el asiento de la válvula y asegura dentro de un acoplamiento. Al girar el mango, el enchufe se levanta en el matraz y sellos de pagar cero espacios muertos. Volver enhebrar para drenar a través de un tubo de 1 pulgada de cuentas puerto lateral en ángulo.

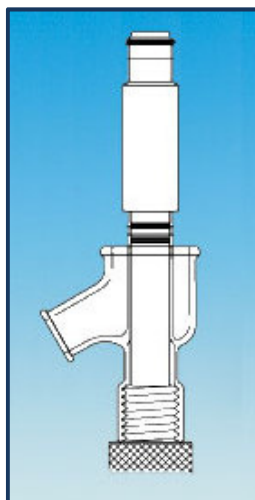


Figura 21. Conjunto de drenaje sellado Flush.

3.3.6. Adaptador en ángulo de desplazamiento Outer Top Joint & Inner Bottom Joint 24/40.

Offset adapters, se utilizan para obtener una mejor altura libre al usar embudos de adición, condensadores u otros aparatos.



Figura 22. Adaptador de ángulo de desplazamiento Outer Top Joint & Inner Bottom Joint 24/40.

Símbolo utilizado para designar juntas intercambiables, tapones y llaves de paso que cumplan con los requisitos de: Comercial Standard CS-21 publicadas por el NIST (NIST, 1961).

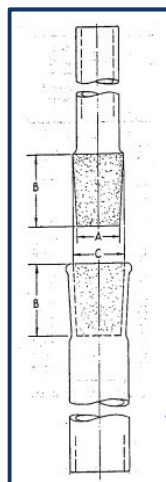


Figura 23. Adaptador Cónico esmerilado

Fuente: (NIST, 1961)

Tabla IV. Conicidad estándar para adaptadores y tapones esmerilados

Tamaño de la Pieza	Diámetro aproximado inferior (A) (mm)	Longitud aproximada zona esmerilada (B) (mm)	Diámetro aproximado Superior (C) (mm)
7/25	5.0	25	7.5
10/30	7.0	30	10.0
12/30	9.5	30	12.5
14/35	11.0	35	14.5
19/38	15.0	38	18.8
24/40	20.0	40	24.0
29/42	25.0	42	29.2
34/45	30.0	45	34.5
40/50	35.0	50	40.0
45/50	40.0	50	45.0
50/50	45.0	50	50.0
55/50	50.0	50	55.0
60/50	55.0	50	60.0
71/60	65.0	60	71.0
103/60	97.0	60	103.0

Fuente: (NIST, 1961)

3.3.7. Condensador Allihn 24/40.

Tipo bombilla, aproximadamente una bombilla por cada 50 mm, con o conjunta en la parte inferior y superior.



Figura 24. Condensador Allihn 24/40.

3.3.8. Agitador PTFE Turbine & Multi-Blade.

3.3.8.1. Agitador PTFE Turbine.

Agitador de estilo cuchilla inclinada para su uso en la perilla o ejes de estilo de pozos perforados.



Figura 25. Agitador PTFE Turbine.

3.3.8.2. Agitador PTFE Multi-Blade - Paddle Blades.

PTFE Multi-Blade - Paddle Blades, agitador de pilas perforadas o de tipo perilla. Longitud de la hoja 64 mm, Las paletas son reemplazables.



Figura 26. Agitador PTFE Multi-Blade – Paddle Blades.

3.3.8.3. CONNECTOR Flexible Beam w/Pin & CHUCK for 28mm Stir Shaft.

CONNECTOR Beam flexible w/Pin (A), conector revestido flex-viga de acero, para fijar directamente al agitar eje de transmisión del motor. Se adapta a tres tamaños de eje de motor estándar diferentes (arriba). Viene con ½ pulgadas de acero inoxidable, (abajo) que se conecta a la parte superior del CHUCK (B) de nylon de 28 mm.

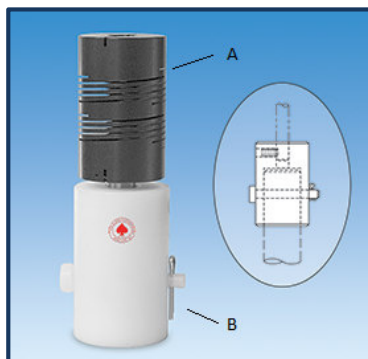


Figura 27. Connector & Chuck.

3.3.9. Agitador eléctrico – modelo 1750.

Tabla V. Características del Agitador eléctrico – modelo 1750

Caballos de Potencia	1.15
Tamaño de lote de mezcla	20 Litros
Relación de Transmisión	Directo
Max. rpm	2000
Torque	2.43 pulg-lbs.
Potencia	120 VAC 60 HZ
Consumo de amplificador	1.1 (110 vatios)
Diámetro del eje del motor	3/8 in.
Peso	8 Libras (3.6 Kg)

Fuente: (ARROWENGINEERING, 1945)

Tabla VI. Revoluciones por niveles del Agitador eléctrico – modelo 1750

Nivel	RPM
0	0
1	120
2	300
3	450
4	525
5	600

6	850
7	1225
8	1550
9	1850
10	2000

Fuente: (ARROWENGINEERING, 1945)



Figura 28. Agitador eléctrico – Modelo 1750.

3.3.10. Eje de agitación PASS-THROUGH ASSEMBLY

El artículo incluye el acoplamiento del eje de agitación con el pin que se adjunta a 7 mm de diámetro exterior inoxidable eje motor de acero. Eje es de 305 mm de largo.



Figura 29. Eje de agitación PASS-THROUGH ASSEMBLY

3.3.11. F ACE-THRED ADAPTER

Adaptadores para conectar el eje de agitación con reactor y motor de agitador eléctrico. Adaptador #25 posee 26 mm de diámetro interno.



Figura 30. ACE-THRED ADAPTER #25



Figura 31. ACE-THRED ADAPTER 45/50

3.3.12. Sistema de indicador Temperatura Tipo J-Kem.

3.3.12.1. JTC Probe (Sonda).

Sensor de temperatura termocupla J – Type, para su uso con todos los controladores de temperatura modelo J-Kem tipo "J". Consta de $\frac{1}{4}$ in de diámetro externo y 24 in de longitud.



Figura 32. Sensor de Temperatura J – Type.



Figura 33. Ace Rosca Adaptador – Para sensor de temperatura.

3.3.12.2. Cable sensor ITC Coiles 15` Lead.

Cable de extensión del sensor para su uso con todas las sondas de temperatura J-Kem. Cordones coinciden con el color del tipo de sonda: azul, negro, amarillo o blanco. Disponible en 10 ó 20 pies enrollados o rectas estilos.



Figura 34. Cable sensor ITC Coiles 15` Lead.

3.3.13. Pantalla termómetro digital, Electrónica, con grabadora de salida.

Termómetro digital Elec J TC. W/Recorder Output. Input: 120V 50/60 Hz, permite al usuario monitorear la temperatura dentro del cilindro encamisado (reactor).



Figura 35. Pantalla termómetro digital.

3.4. Procedimiento de Operación

3.4.1. Para reacciones endotérmicas

1. Encender y poner en marcha la caldera y el equipo de intercambiador de calor para la obtención de agua caliente que servirá como medio de calentamiento.
2. Colocar el reactor en el sitio de operación asignado y llevar acabo las respectivas conexiones a la fuente de energía eléctrica.
3. Montar al reactor todos los accesorios a utilizar (refrigerante para compuestos volátiles, sondas, embudos, etc.) Sobre el HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port. (Ver Pág. 41).
4. Cargar los respectivos reactivos al reactor.
5. Encender la pantalla de termómetro digital y el agitador eléctrico a velocidad requerida.

6. Conectar sistema de calentamiento del reactor (chaqueta) a toma de agua caliente proveniente del intercambiador de calor.
7. Conectar sistema de refrigeración (refrigerante) a toma de agua fría (grifo), para compuestos volátiles.
8. Controlar la temperatura de calentamiento requerido de la chaqueta del reactor, regulando el flujo de entrada de vapor de agua proveniente de la caldera al intercambiador de calor.
9. Llevar a cabo la toma de muestra mediante el conjunto de drenaje sellado Flush, en intervalos de tiempo requerido. (Ver Pág. 43).
10. Una vez cumplido el tiempo requerido de reacción, se procede a cerrar la llave de paso de vapor de agua al intercambiador de calor, para empezar el enfriamiento del reactor.
11. Llevar a cabo el vaciado del reactor mediante el conjunto de drenaje sellado Flush, colocando los productos obtenidos en respectivos contenedores.
12. Cerrar todos los sistemas de alimentación de agua tanto en la chaqueta del reactor como el del refrigerante.
13. Realizar el respectivo lavado del reactor para ser devuelto al lugar de almacenamiento.

3.4.2. Para reacciones exotérmicas

1. Colocar el reactor en el sitio de operación asignado y llevar acabo las respectivas conexiones a la fuente de energía eléctrica.
2. Montar al reactor todos los accesorios a utilizar (refrigerante para compuestos volátiles, sondas, embudos, etc.) Sobre el HEAD Schott-Duran Flange, 6 Necks, 60mm Side Port. (Ver Pág. 41).
3. Cargar los respectivos reactivos al reactor.
4. Encender la pantalla de termómetro digital y el agitador eléctrico a velocidad requerida.
5. Conectar sistema de enfriamiento del reactor (chaqueta) a toma de agua fría (grifo).
6. Conectar sistema de refrigeración (refrigerante) a toma de agua fría (grifo) para compuestos volátiles.
7. Llevar a cabo la toma de muestra mediante el conjunto de drenaje sellado Flush, en intervalos de tiempo requerido. (Ver Pág. 43).
8. Una vez cumplido el tiempo requerido de reacción, llevar acabo el drenado de los productos obtenido en la reacción colocándolos en los respectivos contenedores.
9. Cerrar todos los sistemas de alimentación de agua tanto en la chaqueta del reactor como el del refrigerante.

10. Realizar el respectivo lavado del reactor para ser devuelto al lugar de almacenamiento.

3.5. Lavado del reactor

El método utilizado para llevar a cabo la limpieza del reactor será el método de limpieza manual.

- Limpieza: Consiste en frotar con una esponja humedecida con una solución limpiadora que desprende la suciedad de la superficie del reactor.
- Enjuagado: Consiste en colocar agua dentro del reactor y encender el agitador eléctrico para poder remover restos de suciedad o de solución limpiadora, para finalmente ser drenada. Repetir estos pasos hasta asegurarse de que el reactor haya quedado completamente limpio sin resto de suciedad o solución limpiadora.

Nota: El calor puede mejorar la acción de la limpieza de muchos detergentes con base agua.

- Acabado: Consiste en llenar el reactor con 10 L de agua limpia para finalmente llevarla a almacenamiento.

3.6. Precauciones

- Utilizar los equipos de protección personal al momento de operar el reactor, esto incluye el uso obligatorio mandil, gafas protectoras, guantes, zapatos cerrados.
- No exceder las condiciones de operación del reactor, véase: Tabla III. Especificaciones generales del frasco de vidrio (Reactor).
- Tener un área despejada alrededor del reactor al momento de su operación, para evitar daños del mismo.
- En caso de daño físico en el reactor, parar inmediatamente las reacciones que se encuentren en proceso.

3.7. Diseño del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Autocad.

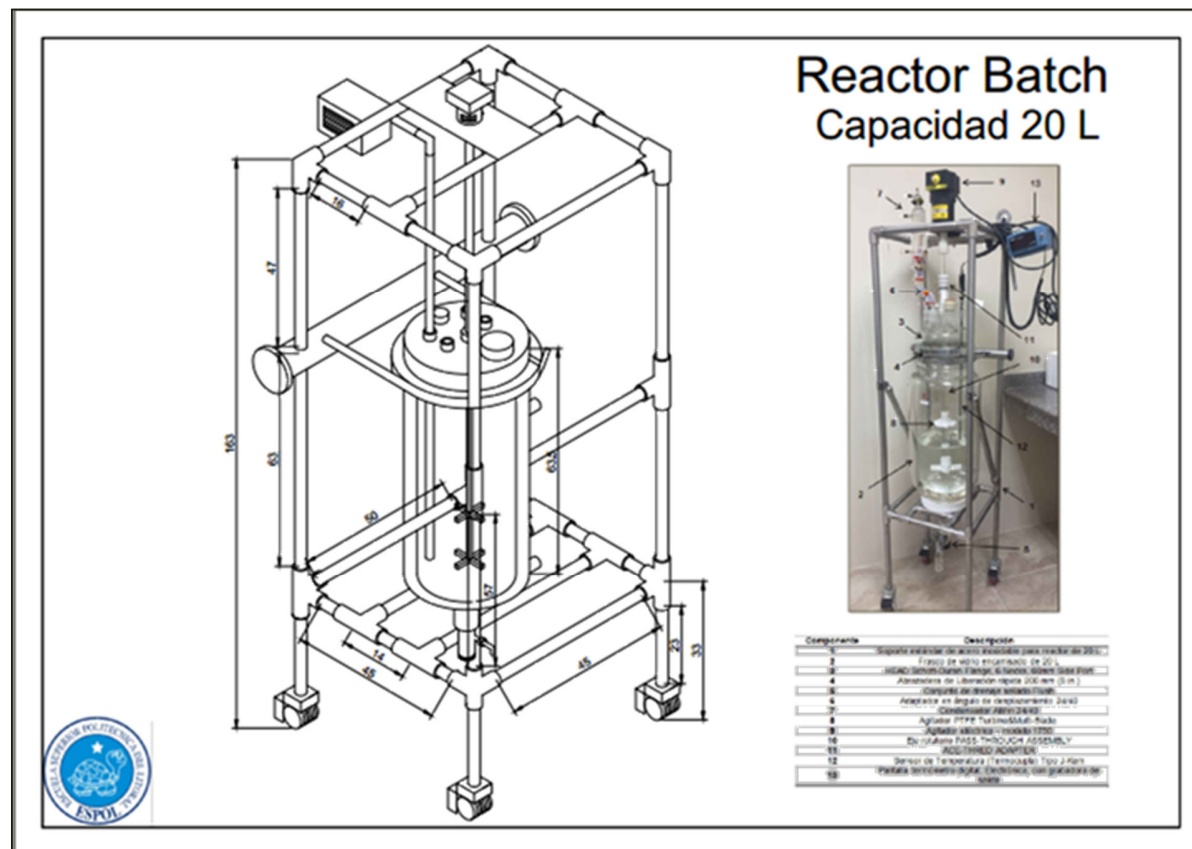


Figura 36. Diseño del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Autocad.

3.8. Simulación del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Lookout.

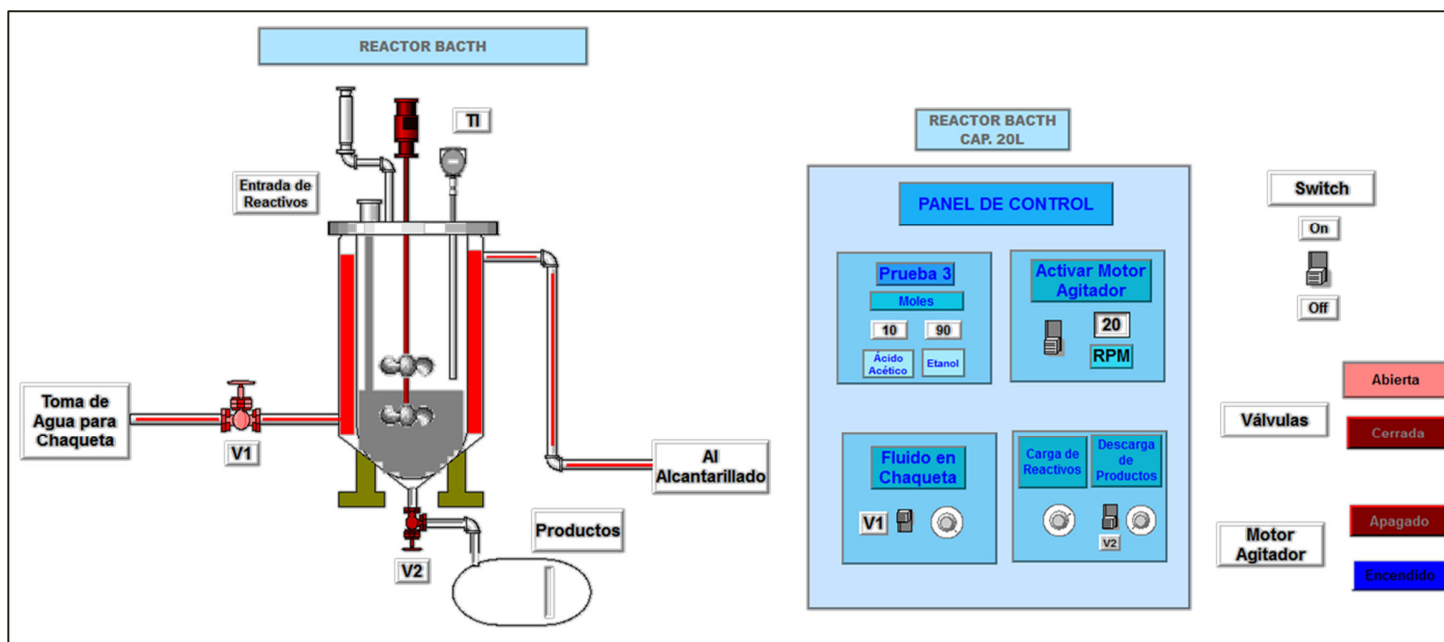


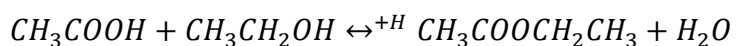
Figura 37. Simulación del Reactor de vidrio piloto de 20 L. En Lookout.

CAPÍTULO 4

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

4.1. Determinación de las concentraciones iniciales de los reactivos para la reacción de Esterificación del Etanoato de Etilo

Se desea poner marcha el reactor batch Ace Glass por medio de la obtención de las variables de reacción de la de esterificación del etanoato de etilo, la cual es la siguiente.



Para ello se necesita de conocer las especificaciones técnicas de cada reactivo que se utilizará para la reacción para poder determinar las concentraciones que tiene cada reactivo al momento de iniciar la reacción. La cual se la puede determinar de la siguiente manera:

$$\rho * \% (m/m) * \frac{1 \text{ mol compuesto}}{\text{masa molar del compuesto}} = \frac{\text{mol compuesto}}{L}$$

Dónde:

ρ = Densidad del compuesto.

4.2. Materiales y reactivos utilizados en la reacción de Esterificación

Materiales:

- Reactor piloto batch de 20 L.
- Reactor de laboratorio de 2 L.
- 1 Agitador magnético.
- 2 Soportes universal.
- 3 matraces ErlenMeyer de 100 mL.

- 1 Bureta de 50 mL.
- 2 probetas de 250 mL.
- 1 Termómetro.
- 2 pipetas de 5 mL.
- 1 pera.
- Fenolftaleína.
- Refrigerante de bolas.

Reactivos

- Ácido acético glacial.
- Alcohol etílico (Etanol) 95% v/v
- Ácido sulfúrico concentrado
- Hidróxido de Sodio 0.75M (titulante).

Nota: Las cantidades en mL total de hidróxido va a variar dependiendo la relación molar entre los reactivos a reaccionar.

4.3. Procedimiento para la reacción de esterificación.

- Preparar dentro del reactor la solución de reactivos (relaciones molares y volumen total) requerida para la reacción.
- Llevar la reacción a la temperatura de operación del reactor.
- Una vez llegada la temperatura de operación, tomar la 1ra. Muestra y analizarla titulándola con NaOH 0.75M, para determinar el nivel de acidez de la solución.

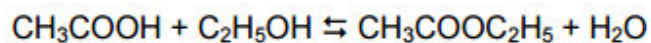
- Colocar 1 mL de ácido sulfúrico concentrado a la solución de la reacción, por cada Litro de solución dentro del reactor.
- Repetir la toma y el análisis de muestras cada 20 minutos durante 6 horas.
- Realizar los cálculos necesarios para determinar la constante de velocidad.

4.4. Experimentación relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético a nivel de laboratorio a 30°C.

Se debe de realizar una experimentación a nivel de laboratorio dentro de un reactor de 2 litros, de la reacción de esterificación a relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para poder validar el procedimiento que se llevará a cabo dentro del reactor batch de 20 Litros y de esta manera asegurar como válidos todos los resultados que fueren obtenidos dentro del reactor.

4.5. Velocidad de reacción

La velocidad de la reacción de esterificación es de 2do. Orden y se la puede determinar como:



$$-r = k[\text{CH}_3\text{COOH}][\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}]$$

Para ello es necesario determinar la constante de velocidad, la cual se la puede obtener en base a la **Figura 9**. Valores de k para ecuaciones de velocidad.

4.6. Constante de equilibrio y tiempo de reacción.

Finalmente para poder validar nuestro procedimiento de la reacción dentro del reactor, se debe de comparar el valor obtenido experimentalmente de la constante de equilibrio de la reacción con el valor teórico de la constante de equilibrio de la reacción de esterificación del Etanoato de Etilo.

Para determinar la constante de equilibrio de forma experimental, se la puede realizar de la siguiente manera:

$$k_{Experimental} = \frac{[CH_3COOC_2H_5][H_2O]}{[CH_3COOH][C_2H_5OH]}$$

Las cuales relaciona las concentraciones tanto de los productos obtenidos como la de los reactivos, cuando la reacción haya alcanzado su estado de equilibrio.

4.7. Balance de Energía del Reactor Batch de 20 L

Se puede determinar el balance de energía del Reactor Batch, a partir de la ecuación $Q=\Delta H$ Ec. 4. La cual indica que:

$$Q = \Delta H_{reacción}$$

Para calcular la entalpía de reacción (ΔH) a cualquier temperatura, se la puede realizar a partir de la ecuación de Kirchoff.

$$\Delta H_2 = \Delta H_1 + \int_{T_1}^{T_2} \Delta C_p * dT$$

Dónde:

ΔH_1 = Entalpía de reacción a 25°C.

ΔH_2 = Entalpía de reacción a la temperatura de operación del reactor.

C_p = Calor específico para cada componente de la reacción.

T = Temperatura de operación del reactor / Temperatura de reacción.

Para valores de calores específicos (C_p) constantes a un determinado rango de temperatura, la ecuación de Kirchoff queda de la siguiente manera:

$$\Delta H_2 = \Delta H_1 + \Delta C_p * \Delta T$$

Por lo tanto el balance de energía para el reactor batch se la puede calcular de la siguiente manera:

$$Q = \Delta H_{reacción}$$

$$Q = \Delta H_1 + \Delta C_p * \Delta T$$

Conservación del calor: Se la define como la cantidad de calor administrado al sistema es igual a la cantidad de calor absorbida por la reacción.

$$Q_{cedido} = Q_{ganado}$$

Al circular agua como fluido de calentamiento/enfriamiento el calor administrado al sistema se lo puede definir como:

$$Q_{cedido} = m_{agua} * C_p * \Delta T$$

CAPÍTULO 5

ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1. Concentraciones iniciales de cada reactivo

Tabla VII. Concentraciones iniciales de cada reactivo

	Ácido acético	Etanol	Ácido sulfúrico (catalizador)
Densidad (g/cc)	1.05	0.789	1.84
Peso molecular (g/mol)	60.05	46	98
Concentración (%)	99.9 (v/v)	95 (v/v)	98.5 en peso

5.1.1. Ácido Acético

$$1.05 \frac{g}{cc} * \frac{1000 cc}{1 L} * 0.999 * \frac{1 mol CH_3COOH}{60.05g} = 17.47 \frac{mol CH_3COOH}{L}$$

$$1.05 \frac{g}{cc} * \frac{1000 cc}{1 L} * 0.001 * \frac{1 mol H_2O}{18g} = 0.0583 \frac{mol H_2O}{L}$$

5.1.2. Etanol

$$0.789 \frac{g}{cc} * \frac{1000 cc}{1 L} * 0.95 * \frac{1 mol CH_3CH_2OH}{46g} = 16.29 \frac{mol CH_3CH_2OH}{L}$$

$$0.789 \frac{g}{cc} * \frac{1000 cc}{1 L} * 0.05 * \frac{1 mol H_2O}{18g} = 2.1917 \frac{mol H_2O}{L}$$

5.1.3. Ácido sulfúrico

$$1.84 \frac{g}{cc} * \frac{1000 cc}{1 L} * 0.985 * \frac{1 mol H_2SO_4}{98g} = 18.49 \frac{mol H_2SO_4}{L}$$

$$1.84 \frac{g}{cc} * \frac{1000 cc}{1 L} * 0.015 * \frac{1 mol H_2O}{18g} = 1.5333 \frac{mol H_2O}{L}$$

5.2. Experimentación relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para obtener 1.1 Litro de solución dentro del reactor de 2L a nivel de laboratorio a 30°C.

Se realizó una experimentación a nivel de laboratorio dentro de un reactor de 2 litros, de la reacción de esterificación a relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para poder validar el procedimiento que se llevará a cabo dentro del reactor batch de 20 Litros y de esta manera asegurar como válidos todos los resultados que fueren obtenidos dentro del reactor.

A continuación se presentará los datos y resultados de la reacción de esterificación a relación 1:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético.

$$17.47 \frac{\text{mol } CH_3COOH}{L} * a = 17.47a \text{ mol } CH_3COOH$$

$$16.29 \frac{\text{mol } CH_3CH_2OH}{L} * b = 16.29b \text{ mol } CH_3CH_2OH$$

$$\frac{16.29b \text{ mol } CH_3CH_2OH}{17.47a \text{ mol } CH_3COOH} = 1$$

$$16.29b = 17.47a$$

$$16.29 * b = 17.47 * a$$

$$b = \frac{17.47}{16.29} * a$$

$$\mathbf{b = 1.0724 * a}$$

$$a + b = 1.1 \text{ Litro.}$$

Por lo tanto los volúmenes recogidos para cada reactivo y moles iniciales entre el ácido acético y el alcohol etílico son los siguientes:

$$a = 0.531 \text{ L } CH_3COOH$$

$$b = 0.569 \text{ L } CH_3CH_2OH$$

$$17.47 \frac{\text{mol } CH_3COOH}{L} * 0.531 \text{ L} = 9.2766 \text{ mol } CH_3COOH$$

$$\frac{9.2766 \text{ mol } CH_3COOH}{1.1 \text{ L}} = 8.43 \text{ M } CH_3COOH$$

$$0.0583 \frac{\text{mol } H_2O}{L} * 0.531 \text{ L} = 0.0309 \text{ mol } H_2O$$

$$16.29 \frac{\text{mol } CH_3CH_2OH}{L} * 0.569 \text{ L} = 9.269 \text{ mol } CH_3CH_2OH$$

$$\frac{9.269 \text{ mol } CH_3CH_2OH}{1.1 \text{ L}} = 8.43 \text{ M } CH_3CH_2OH$$

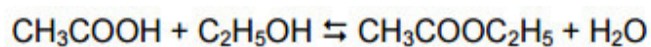
$$2.1917 \frac{\text{mol } H_2O}{L} * 0.531 \text{ L} = 1.1638 \text{ mol } H_2O$$

Los reactivos al contener una pequeña cantidad de impureza, la cual es considerada como cantidad de agua, al iniciar la reacción, esta va a contener una concentración inicial de agua, la cual es determinada de la siguiente manera:

$$\frac{(0.0309 + 1.1638) \text{ mol } H_2O}{11 \text{ L}} = 1.0861 \text{ M } H_2O$$

5.2.1. Velocidad de reacción ($-r$)

Al ser una reacción de 2do orden, la velocidad de reacción de la reacción de esterificación del etanoato de etilo se la representa como:



$$-r = k[CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

Al tener relación molar 1:1 entre el ácido acético con el etanol, la ecuación de velocidad se puede simplificar a:

$$-r = k[CH_3COOH]^2 \quad \text{Ec. 9}$$

Según: **Figura 9**. Valores de k para ecuaciones de velocidad, el valor de k se la puede determinar de la siguiente forma:

$$k = \frac{1}{t} * \frac{x}{a_0(a_0-x)} \quad \text{Ec. 10}$$

Una vez dada lugar la reacción los valores obtenidos en el proceso de la reacción son presentados en la siguiente tabla:

Dónde:

k = Constante de velocidad de la reacción.

t = Tiempo de reacción.

a_0 = $[CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

Tabla VIII. Tabla de resultados de la reacción con relación 1:1 molar Etanol/Ác. Acético a 30°C.

N°	$T (^{\circ}C)$	$t (min.)$	$V_{muestra}$ (mL)	V_{NaOH} (mL)	$[NaOH]$ (M)	$[CH_3COOH]$ (M)	$[C_2H_5OH]$ (M)	$[CH_3COOC_2H_5]$ (M)	$[H_2O]$ (M)
1	30	0	2	22,6	0,75	8,475	8,475	0	1,0861
2	30	30	2	21,8	0,75	8,175	8,175	0,3	1,3861
3	30	45	2	21,3	0,75	7,9875	7,9875	0,4875	1,5736
4	30	60	2	20,8	0,75	7,8	7,8	0,675	1,7611
5	30	75	2	20,4	0,75	7,65	7,65	0,825	1,9111
6	31	90	2	20,2	0,75	7,575	7,575	0,9	1,9861
7	31	105	2	19,5	0,75	7,3125	7,3125	1,1625	2,2486
8	31	120	2	19,3	0,75	7,2375	7,2375	1,2375	2,3236
9	31	135	2	19,2	0,75	7,2	7,2	1,275	2,3611
10	31	150	2	18,9	0,75	7,0875	7,0875	1,3875	2,4736
11	30	165	2	18,6	0,75	6,975	6,975	1,5	2,5861
12	30	180	2	18,5	0,75	6,9375	6,9375	1,5375	2,6236
13	30	195	2	18,3	0,75	6,8625	6,8625	1,6125	2,6986
14	30	210	2	18,1	0,75	6,7875	6,7875	1,6875	2,7736
15	30		2	8.45	0.75	3,1682	3,1682	5,31	6,39

Nº.	x (Conversión) (M)	Fracción de conversión	$A_0 * (A_0 - x)$	$x/[A_0 * (A_0 - x)]$	k	$-r$
1	0	0	71,825625	0	0	0,010447923
2	0,3	0,0354	69,283125	0,004330059	0,000144335	0,009721338
3	0,4875	0,0575	67,6940625	0,007201518	0,000160034	0,009280519
4	0,675	0,0796	66,105	0,010211028	0,000170184	0,008849928
5	0,825	0,0973	64,83375	0,012724854	0,000169665	0,008512819
6	0,9	0,1062	64,198125	0,014019101	0,000155768	0,008346719
7	1,1625	0,1372	61,9734375	0,018758036	0,000178648	0,007778257
8	1,2375	0,1460	61,3378125	0,020175157	0,000168126	0,007619521
9	1,275	0,1504	61,02	0,020894789	0,000154776	0,007540767
10	1,3875	0,1637	60,0665625	0,023099374	0,000153996	0,007306959
11	1,5	0,1770	59,113125	0,025375075	0,000153788	0,007076833
12	1,5375	0,1814	58,7953125	0,026150044	0,000145278	0,007000943
13	1,6125	0,1903	58,1596875	0,02772539	0,000142181	0,006850389
14	1,6875	0,1991	57,5240625	0,02933555	0,000139693	0,006701472
				$k_{Promedio} =$	0,000145462	
15	5,3068	0,6262	26,850495	0,197642539		

Dónde:

$A_0 = [CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

k = Constante de velocidad. $\left[\frac{dm^3}{mol * min} \right]$

$-r$ = velocidad de reacción

En el siguiente gráfico se logra ilustrar los valores de k obtenidos a lo largo de la reacción con respecto al tiempo. Y se logra determinar una constante de velocidad promedio.

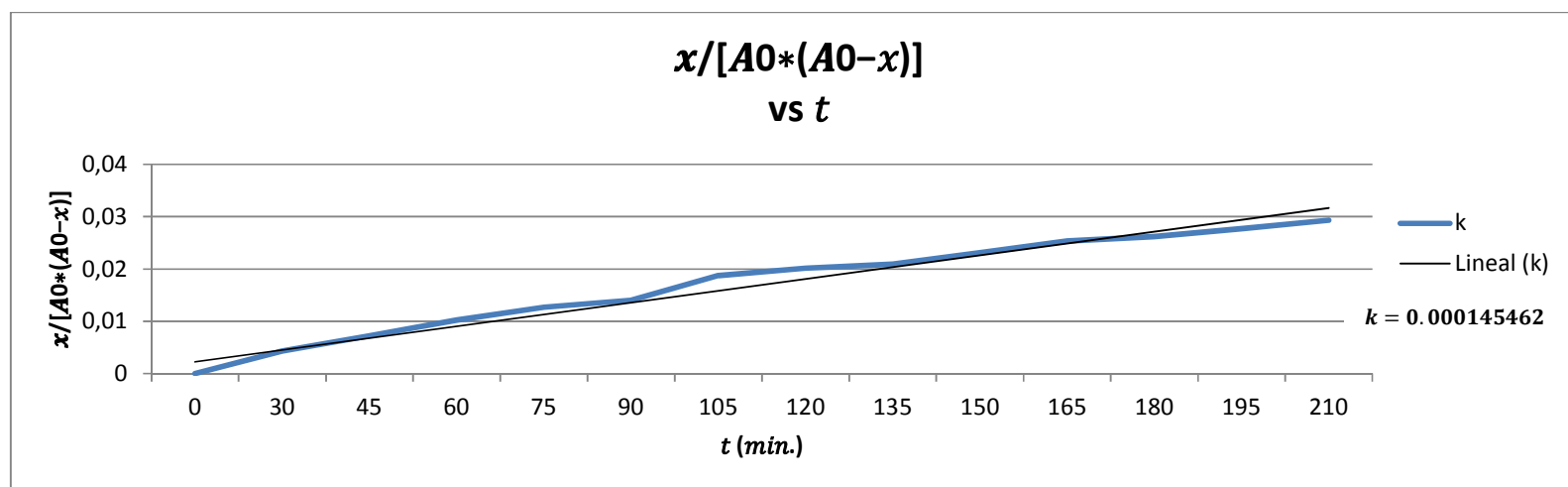


Gráfico 1. Determinación de la constante de velocidad k para reacción con relación 1:1 molar a 30°C.

De igual manera se logra ilustrar la variación de concentración con respecto al tiempo de cada uno de los componentes que participan en la reacción.

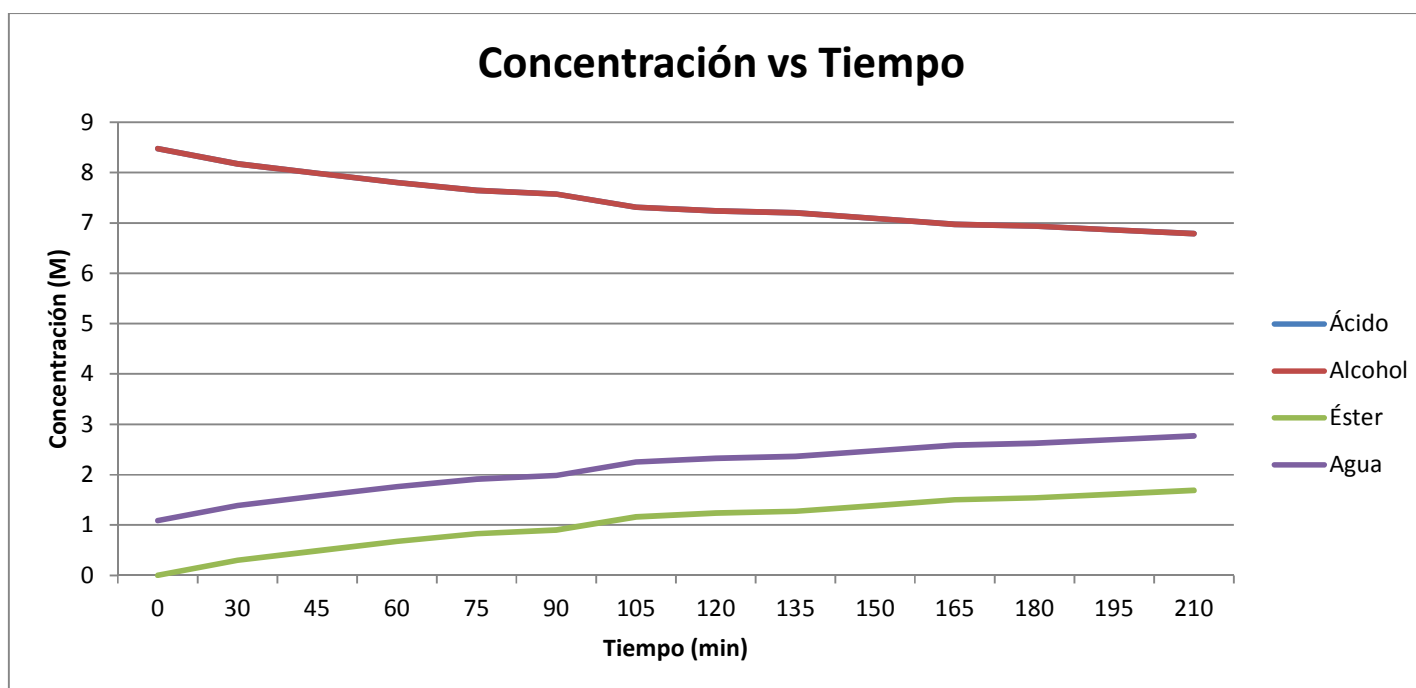


Gráfico 2. Variación de las concentraciones de los reactivos y productos con respecto al tiempo con relación 1:1 molar a 30°C.

Por lo tanto según la $-r=k[CH_3COOH]^2$ Ec. 9, la ecuación de velocidad queda de la siguiente forma:

$$-r = k[CH_3COOH]^2$$

$$-r_{Experimental \text{ a } 30^\circ C} = 0,000145462[CH_3COOH]^2$$

5.2.2. Constante de equilibrio y tiempo de reacción.

Para determinar la constante de equilibrio se la puede realizar de la siguiente manera:

$$k_{Experimental \text{ a } 30^\circ C} = \frac{[CH_3COOC_2H_5][H_2O]}{[CH_3COOH][C_2H_5OH]}$$

La cuál relaciona las concentraciones finales, tanto de los reactivos como la de los productos.

$$k_{Experimental \text{ a } 30^\circ C} = \frac{(5.31)(6.39)}{(3.1682)(3.1682)}$$

$$k_{Experimental \text{ a } 30^\circ C} = 3.38$$

El valor de teórico de la constante de equilibrio a temperatura ambiente es:

$$K = \frac{[CH_3COOCH_2CH_3] \cdot [H_2O]}{[CH_3COOH] \cdot [CH_3CH_2OH]} = 3.77$$

Por lo que el porcentaje de desviación estándar o Error estándar para la reacción es:

$$\%Error = \frac{k_{teórico} - k_{experimental}}{k_{teórico}} * 100$$

$$\%Error = \frac{3.77 - 3.38}{3.77} * 100$$

$$\%Error = 10.34\%$$

Lo cual es un resultado aceptable para poder aceptar el procedimiento que se ha llevado a cabo para la reacción.

$$1t * xa0(a0-x)$$

Ec. 10 se puede determinar el tiempo en

el que la reacción alcanza el equilibrio.

$$k = \frac{1}{t} * \frac{x}{a_0(a_0 - x)}$$

$$t = \frac{1}{k} * \frac{x}{a_0(a_0 - x)}$$

Dónde:

k = Constante de velocidad de la reacción.

t = Tiempo de reacción.

a_0 = $[CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

$$t = \frac{1}{0,000145462} * \frac{5.30638}{8.475(8.475 - 5.3068)}$$

$$t = 1358.72 \text{ min} * \frac{1 \text{ hora}}{60 \text{ min}} = 22.64 \text{ horas.}$$

$$t = 22.64 \text{ horas.}$$

5.3. Experimentación relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para obtener 0.75 Litro de solución dentro del reactor de 2L a nivel de laboratorio a 30°C.

Se realizó una experimentación a nivel de laboratorio dentro de un reactor de 2 litros, de la reacción de esterificación a relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para poder obtener información de la reacción a estas condiciones.

A continuación se presentará los datos y resultados de la reacción de esterificación a relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético.

$$17.47 \frac{\text{mol } CH_3COOH}{L} * a = 17.47a \text{ mol } CH_3COOH$$

$$16.29 \frac{\text{mol } CH_3CH_2OH}{L} * b = 16.29b \text{ mol } CH_3CH_2OH$$

$$\frac{16.29b \text{ mol } CH_3CH_2OH}{17.47a \text{ mol } CH_3COOH} = 4$$

$$\frac{16.29b}{17.47a} = 4$$

$$0.9324 * \frac{b}{a} = 4$$

$$\frac{b}{a} = 4.2897$$

$$b = 4.2897 * a$$

$$a + b = 0.75 \text{ Litro.}$$

Por lo tanto los volúmenes recogidos para cada reactivo y moles iniciales entre el ácido acético y el alcohol etílico son los siguientes:

$$a = 0.142 \text{ L } CH_3COOH$$

$$b = 0.608 \text{ L } CH_3CH_2OH$$

$$17.47 \frac{\text{mol } CH_3COOH}{L} * 0.142 \text{ L} = 2.4807 \text{ mol } CH_3COOH$$

$$\frac{2.4807 \text{ mol } CH_3COOH}{0.75 \text{ L}} = 3.3076 \text{ M } CH_3COOH$$

$$0.0583 \frac{\text{mol } H_2O}{L} * 0.142 \text{ L} = 0.0083 \text{ mol } H_2O$$

$$16.29 \frac{\text{mol } CH_3CH_2OH}{L} * 0.608 \text{ L} = 9.9043 \text{ mol } CH_3CH_2OH$$

$$\frac{9.9043 \text{ mol } CH_3CH_2OH}{1.1 \text{ L}} = 13.2058 \text{ M } CH_3CH_2OH$$

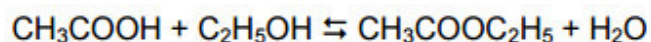
$$2.1917 \frac{\text{mol } H_2O}{L} * 0.608 \text{ L} = 1.3325 \text{ mol } H_2O$$

De igual manera se debe de considerar la concentración de agua al iniciar la concentración, la cual es aportada por el porcentaje de impureza que contienen los reactivos.

$$\frac{(0.0083 + 1.3325) \text{ mol } H_2O}{0.75 \text{ L}} = 1.7877 \text{ M } H_2O$$

5.3.1. Velocidad de reacción ($-r$)

La velocidad de la reacción de esterificación es de 2do. Grado y al tener relación molar 4:1 entre el ácido acético con el etanol, la ecuación de velocidad se la puede representar.



$$-r = k[CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

Según: **Figura 9.** Valores de k para ecuaciones de velocidad, el valor de k se la puede determinar de la siguiente forma:

$$k = \frac{1}{t(a_0 - b_0)} * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)} \quad \text{Ec. 11}$$

Dónde:

k = Constante de velocidad de la reacción.

t = Tiempo de reacción.

a_0 = $[CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

b_0 = $[C_2H_5OH]_0$ – Concentración del alcohol etílico inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

Una vez que ha tenido lugar la reacción los valores obtenidos son presentados en la siguiente tabla:

Tabla IX. Tabla de resultados de la reacción con relación 4:1 molar Etanol/Ác. Acético a 30°C.

N°	$T (^{\circ}C)$	$t (min.)$	$V_{muestra}$ (mL)	V_{NaOH} (mL)	$[NaOH]$ (M)	$[CH_3COOH]$ (M)	$[C_2H_5OH]$ (M)	$[CH_3COOC_2H_5]$ (M)	$[H_2O]$ (M)
1	30	0	4	18	0,75	3,4	13,5	0	1,7877
2	30	15	4	17,8	0,75	3,3375	13,4625	0,0375	1,8252
3	31	30	4	17,4	0,75	3,2625	13,3875	0,1125	1,9002
4	30	35	4	17,1	0,75	3,20625	13,33125	0,16875	1,95645
5	30	40	4	16,7	0,75	3,13125	13,25625	0,24375	2,03145
6	31	50	4	16,5	0,75	3,09375	13,21875	0,28125	2,06895
7	31	60	4	16,3	0,75	3,05625	13,18125	0,31875	2,10645
8	30	75	4	16	0,75	3	13,125	0,375	2,1627
9	30	90	4	15,9	0,75	2,98125	13,10625	0,39375	2,18145
10	30	105	4	15,4	0,75	2,8875	13,0125	0,4875	2,2752
11	31	120	4	15,2	0,75	2,85	12,975	0,525	2,3127
12	30	135	4	14,9	0,75	2,79375	12,91875	0,58125	2,36895
13	30	150	4	14,7	0,75	2,75625	12,88125	0,61875	2,40645
14	30		4	4.1	0.75	0,76875	10,89375	2,60625	4,39395

N°	x (Conversión) (M)	% de conversión	$a_0 * (b_0 - x)$	$b_0 * (a_0 - x)$	$\frac{b_0 * (a_0 - x)}{a_0 * (b_0 - x)}$	$\ln \left[\frac{b_0 * (a_0 - x)}{a_0 * (b_0 - x)} \right]$
1	0,0	0,00%	45,5625	45,5625	1	0
2	0,0375	1,11%	45,4359375	45,05625	0,991643454	-0,008391658
3	0,1125	3,33%	45,1828125	44,04375	0,974789916	-0,025533302
4	0,16875	5,00%	44,99296875	43,284375	0,962025316	-0,038714512
5	0,24375	7,22%	44,73984375	42,271875	0,944837341	-0,056742492
6	0,28125	8,33%	44,61328125	41,765625	0,936170213	-0,065957968
7	0,31875	9,44%	44,48671875	41,259375	0,92745377	-0,07531233
8	0,375	11,11%	44,296875	40,5	0,914285714	-0,089612159
9	0,39375	11,67%	44,23359375	40,246875	0,909871245	-0,094452179
10	0,4875	14,44%	43,9171875	38,98125	0,887608069	-0,119224997
11	0,525	15,56%	43,790625	38,475	0,878612717	-0,129411074
12	0,58125	17,22%	43,60078125	37,715625	0,865021771	-0,145000604
13	0,61875	18,33%	43,47421875	37,209375	0,855895197	-0,155607344
14	2,60625	77,22%	36,76640625	10,378125	0,282271945	-1,264884329
N°	$\ln \left[\frac{b_0 * (a_0 - x)}{a_0 * (b_0 - x)} \right] / (a_0 - b_0)$			k	$-r$	
1	0			0	0	

2	0,000828806	5,52537E-05	0,00248261
3	0,002521808	8,40603E-05	0,003671476
4	0,003823656	0,000109247	0,004669592
5	0,005604197	0,000140105	0,005815564
6	0,006514367	0,000130287	0,005328167
7	0,007438255	0,000123971	0,004994192
8	0,008850584	0,000118008	0,004646556
9	0,00932861	0,000103651	0,004049965
10	0,011775308	0,000112146	0,00421372
11	0,012781341	0,000106511	0,00393865
12	0,014321047	0,000106082	0,00382868
13	0,015368627	0,000102458	0,003637646
	$k_{Promedio} =$	9,93677E-05	
14	0,124926847		

Dónde:

$a_0 = [CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

$b_0 = [C_2H_5OH]_0$ – Concentración del alcohol etílico inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

k = Constante de velocidad. $\left[\frac{dm^3}{mol * min} \right]$

$-r$ = velocidad de reacción

En el siguiente gráfico se logra ilustrar los valores de k obtenidos a lo largo de la reacción con respecto al tiempo. Y se logra determinar una constante de velocidad promedio.

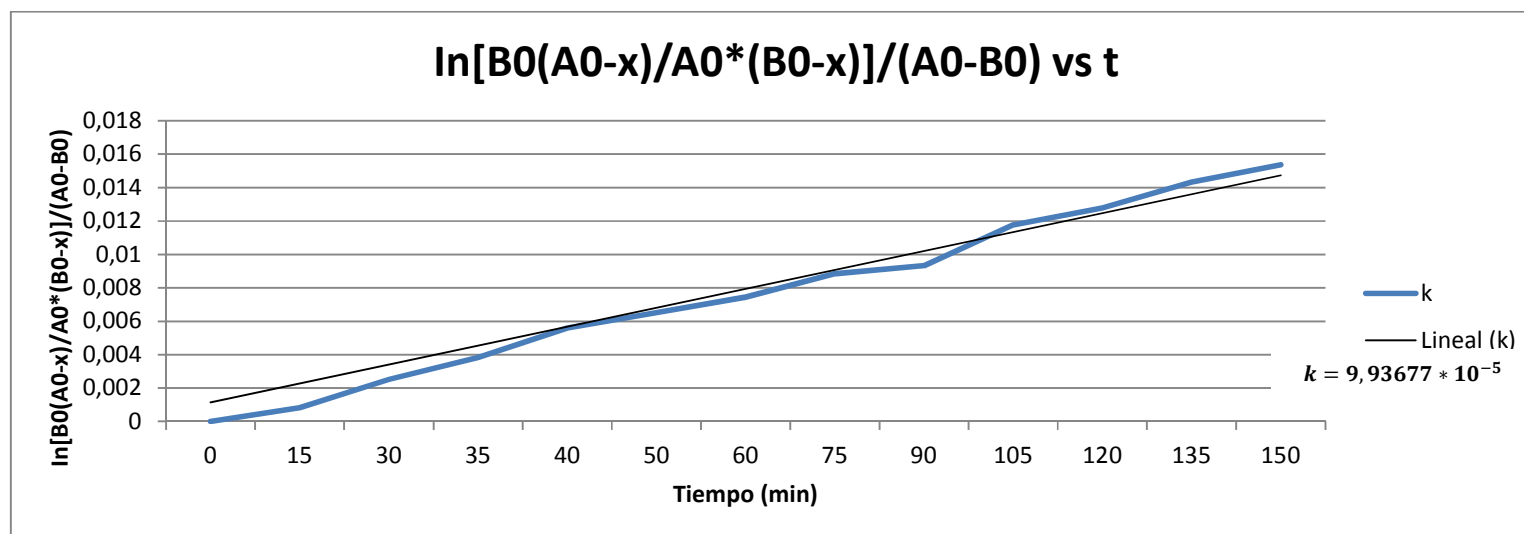


Gráfico 3. Determinación de la constante de velocidad k para reacción con relación 4:1 molar a 30°C.

De igual manera se logra ilustrar la variación de concentración con respecto al tiempo de cada uno de los componentes que participan en la reacción.

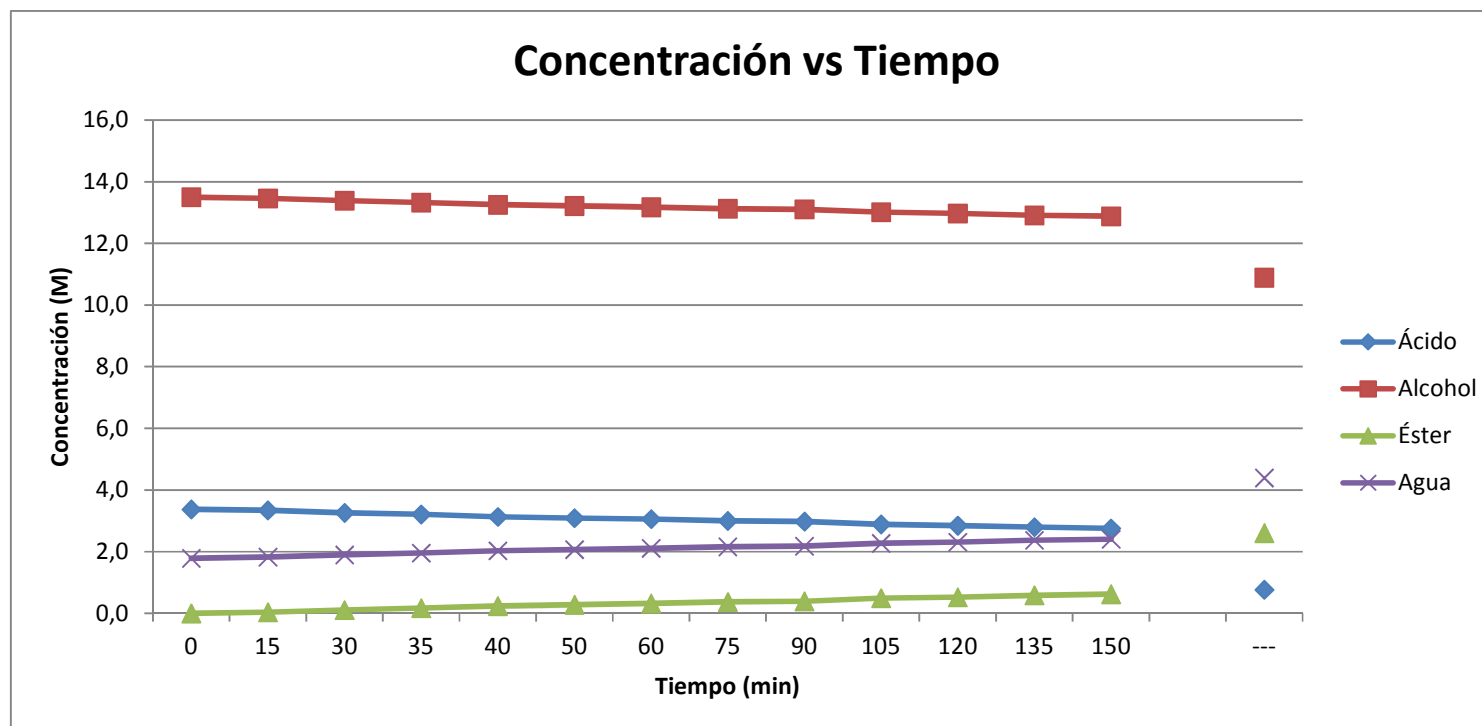


Gráfico 4. Variación de las concentraciones de los reactivos y productos con respecto al tiempo con relación 4:1 molar a 30°C.

Por lo tanto la ecuación de velocidad para la reacción a relación molar 4:1 entre el ácido acético con el etanol queda de la siguiente forma:

$$-r = k[CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

$$-r_{Experimental \text{ a } 30^{\circ}C} = 9,93677 * 10^{-5} [CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

5.3.2. Constante de equilibrio y tiempo de reacción.

Para determinar la constante de equilibrio se la puede realizar de la siguiente manera:

$$k_{Experimental \text{ a } 30^{\circ}C} = \frac{[CH_3COOC_2H_5][H_2O]}{[CH_3COOH][C_2H_5OH]}$$

La cuál relaciona las concentraciones finales, tanto de los reactivos como la de los productos.

$$k_{Experimental \text{ a } 30^{\circ}C} = \frac{(2,60625)(4,39395)}{(0,76875)(10,89375)}$$

$$k_{Experimental \text{ a } 30^{\circ}C} = 1,37$$

$$1t(a_0 - b_0) * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)} \quad \text{Ec. 11 se}$$

puede determinar el tiempo en el que la reacción alcanza el equilibrio.

$$k = \frac{1}{t(a_0 - b_0)} * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)}$$

Dónde:

k = Constante de velocidad de la reacción.

t = Tiempo de reacción.

$a_0 = [CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

$b_0 = [C_2H_5OH]_0$ – Concentración del alcohol etílico inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

$$t = \frac{1}{k(a_0 - b_0)} * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)}$$

$$t = \frac{1}{(9,9367 * 10^{-5})(3.4 - 13,5)} * \ln \frac{13.5(3.4 - 2.60625)}{3.4(13.5 - 2.60625)}$$

$$t = 1235.8min * \frac{1 \text{ hora}}{60 \text{ min}} = \mathbf{20.6 \text{ horas.}}$$

$$\mathbf{t = 20.6 \text{ horas.}}$$

5.4. Experimentación relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético para obtener 11 Litros de solución dentro del reactor de 20 L a nivel piloto a 43°C.

Una vez obtenido los datos referenciales de la reacción de esterificación a nivel de laboratorio se procede a realizarse la prueba a nivel piloto dentro del reactor batch de 20 Litros utilizando por seguridad, el 55% de su capacidad. Realizando de igual manera una reacción de esterificación a relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético, para la puesta en marcha del reactor.

A continuación se presentará los datos y resultados de la reacción de esterificación a relación 4:1 molar, moles de Etanol/moles ácido acético.

$$17.47 \frac{\text{mol } CH_3COOH}{L} * a = 17.47a \text{ mol } CH_3COOH$$

$$16.29 \frac{\text{mol } CH_3CH_2OH}{L} * b = 16.29b \text{ mol } CH_3CH_2OH$$

$$\frac{16.29b \text{ mol } CH_3CH_2OH}{17.47a \text{ mol } CH_3COOH} = 4$$

$$\frac{16.29b}{17.47a} = 4$$

$$0.9324 * \frac{b}{a} = 4$$

$$\frac{b}{a} = 4.2897$$

$$b = 4.2897 * a$$

$$a + b = 11 \text{ Litros.}$$

Por lo tanto los volúmenes recogidos para cada reactivo y moles iniciales entre el ácido acético y el alcohol etílico son los siguientes:

$$a = 2.08 \text{ L } CH_3COOH$$

$$b = 8.92 \text{ L } CH_3CH_2OH$$

$$17.47 \frac{\text{mol } CH_3COOH}{L} * 2.08 \text{ L} = 36.3376 \text{ mol } CH_3COOH$$

$$\frac{36.3376 \text{ mol } CH_3COOH}{11 \text{ L}} = 3.3034 \text{ M } CH_3COOH$$

$$0.0583 \frac{\text{mol } H_2O}{L} * 2.08 L = 0.1213 \text{ mol } H_2O$$

$$16.29 \frac{\text{mol } CH_3CH_2OH}{L} * 8.92 L = 145.3068 \text{ mol } CH_3CH_2OH$$

$$\frac{145.3068 \text{ mol } CH_3CH_2OH}{11 L} = \mathbf{13.2097 M CH_3CH_2OH}$$

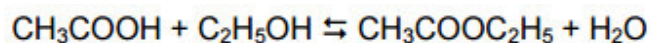
$$2.1917 \frac{\text{mol } H_2O}{L} * 8.92 L = 19.55 \text{ mol } H_2O$$

De igual manera se debe de considerar la concentración de agua al iniciar la concentración, la cual es aportada por el porcentaje de impureza que contienen los reactivos.

$$\frac{(0.1213 + 19.55) \text{ mol } H_2O}{11 L} = 1.7883 M H_2O$$

5.4.1. Velocidad de reacción ($-r$)

De igual manera como lo anterior, la reacción de esterificación es de 2do. Grado y al tener relación molar 4:1 entre el ácido acético con el etanol, la ecuación de velocidad se la representa:



$$-r = k[CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

Y su constante de velocidad según la **Figura 9**. Valores de k para ecuaciones de velocidad. Queda:

$$k = \frac{1}{t(a_0 - b_0)} * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)}$$

Dónde:

k = Constante de velocidad de la reacción.

t = Tiempo de reacción.

a_0 = $[CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

b_0 = $[C_2H_5OH]_0$ – Concentración del alcohol etílico inicial.

Una vez dada lugar la reacción los valores obtenidos son presentados en la siguiente tabla:

Tabla X. Tabla de resultados de la reacción con relación 4:1 molar Etanol/Ác. Acético a 43°C.

<i>N</i> ^o .	<i>T</i> (°C)	<i>t</i> (min.)	<i>V</i> _{muestra} (mL)	<i>V</i> _{NaOH} (mL)	[NaOH] (M)	[CH ₃ COOH] (M)	[C ₂ H ₅ OH] (M)	[CH ₃ COOC ₂ H ₅] (M)	[H ₂ O] (M)
1	42	0	4	17,6	0,75	3,3	13,2304	0	1,7877
2	43	5	4	17	0,75	3,1875	13,1103	0,1201	1,9078
3	43	10	4	16,3	0,75	3,05625	12,97905	0,25135	2,03905
4	43	20	4	15,7	0,75	2,94375	12,86655	0,36385	2,15155
5	43	30	4	15,5	0,75	2,90625	12,82905	0,40135	2,18905
6	42	45	4	14,8	0,75	2,775	12,6978	0,5326	2,3203
7	42	60	4	14,3	0,75	2,68125	12,60405	0,62635	2,41405
8	42	75	4	13,7	0,75	2,56875	12,49155	0,73885	2,52655
9	43	90	4	13,5	0,75	2,53125	12,45405	0,77635	2,56405
10	42	105	4	13,4	0,75	2,5125	12,4353	0,7951	2,5828
11	43	120	4	13,3	0,75	2,49375	12,41655	0,81385	2,60155
12	41	135	4	12,8	0,75	2,4	12,3228	0,9076	2,6953
13	41	150	4	12,5	0,75	2,34375	12,26655	0,96385	2,75155
14	41	185	4	12,3	0,75	2,30625	12,22905	1,00135	2,78905
15	42	210	4	11,9	0,75	2,23125	12,15405	1,07635	2,86405
16	43	230	4	11,5	0,75	2,15625	12,07905	1,15135	2,93905
17	43	250	4	11,4	0,75	2,1375	12,0603	1,1701	2,9578
18	43	270	4	11,3	0,75	2,11875	12,04155	1,18885	2,97655
19	43	290	4	11,1	0,75	2,08125	12,00405	1,22635	3,01405
20	43		4	3,7	0,75	0,69375	10,61655	2,61385	4,40155

N°	x (Conversión) (M)	% de conversión	$a_0 * (b_0 - x)$	$b_0 * (a_0 - x)$	$\frac{b_0 * (a_0 - x)}{a_0 * (b_0 - x)}$	$\ln \left[\frac{b_0 * (a_0 - x)}{a_0 * (b_0 - x)} \right]$
1	0,0	0,00%	43,76087104	43,66032	0,997702261	-0,002300382
2	0,1201	3,63%	43,36362828	42,1719	0,972517791	-0,027866909
3	0,25135	7,60%	42,92950578	40,43541	0,941902528	-0,059853484
4	0,36385	11,00%	42,55740078	38,94699	0,915163739	-0,088652281
5	0,40135	12,13%	42,43336578	38,45085	0,906146597	-0,098554179
6	0,5326	16,10%	41,99924328	36,71436	0,874167179	-0,134483642
7	0,62635	18,94%	41,68915578	35,47401	0,850916967	-0,161440726
8	0,73885	22,34%	41,31705078	33,98559	0,822556048	-0,195338655
9	0,77635	23,47%	41,19301578	33,48945	0,812988546	-0,207038258
10	0,7951	24,04%	41,13099828	33,24138	0,808183156	-0,212966568
11	0,81385	24,61%	41,06898078	32,99331	0,803363253	-0,218948297
12	0,9076	27,44%	40,75889328	31,75296	0,779043724	-0,249688107
13	0,96385	29,14%	40,57284078	31,00875	0,764273573	-0,268829474
14	1,00135	30,27%	40,44880578	30,51261	0,754351319	-0,281897079
15	1,07635	32,54%	40,20073578	29,52033	0,734323127	-0,30880612
16	1,15135	34,81%	39,95266578	28,52805	0,714046221	-0,336807584
17	1,1701	35,38%	39,89064828	28,27998	0,708937589	-0,343987784
18	1,18885	35,94%	39,82863078	28,03191	0,703813047	-0,351242516
19	1,22635	37,08%	39,70459578	27,53577	0,693515938	-0,365981057
20	2,61385	80%	35,11530078	9.17859	0,261384348	-1,341763357

N°	$\ln \left[\frac{b_0 * (a_0 - x)}{a_0 * (b_0 - x)} \right] / (a_0 - b_0)$	k	$-r$
1	0	0	0
2	0,002808372	0,000561674	0,023471853
3	0,006031915	0,000603191	0,02392693
4	0,0089342	0,00044671	0,016919546
5	0,009932094	0,00033107	0,012343747
6	0,013552993	0,000301178	0,010612414
7	0,016269674	0,000271161	0,009163788
8	0,01968584	0,000262478	0,008422303
9	0,020864903	0,000231832	0,007308353
10	0,021462346	0,000204403	0,006386313
11	0,022065173	0,000183876	0,005693508
12	0,02516307	0,000186393	0,005512524
13	0,027092098	0,000180614	0,005192603
14	0,028409026	0,000153562	0,004330955
15	0,031120865	0,000148195	0,004018848
16	0,033942797	0,000147577	0,003843719
17	0,034666403	0,000138666	0,003574646
18	0,03539752	0,000131102	0,003344808
19	0,036882841	0,000127182	0,003177448
	$k_{Promedio} =$	0.000256159	
20	0,135220236		

Dónde:

$a_0 = [CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

$b_0 = [C_2H_5OH]_0$ – Concentración del alcohol etílico inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

k = Constante de velocidad. $\left[\frac{dm^3}{mol * min} \right]$

$-r$ = velocidad de reacción

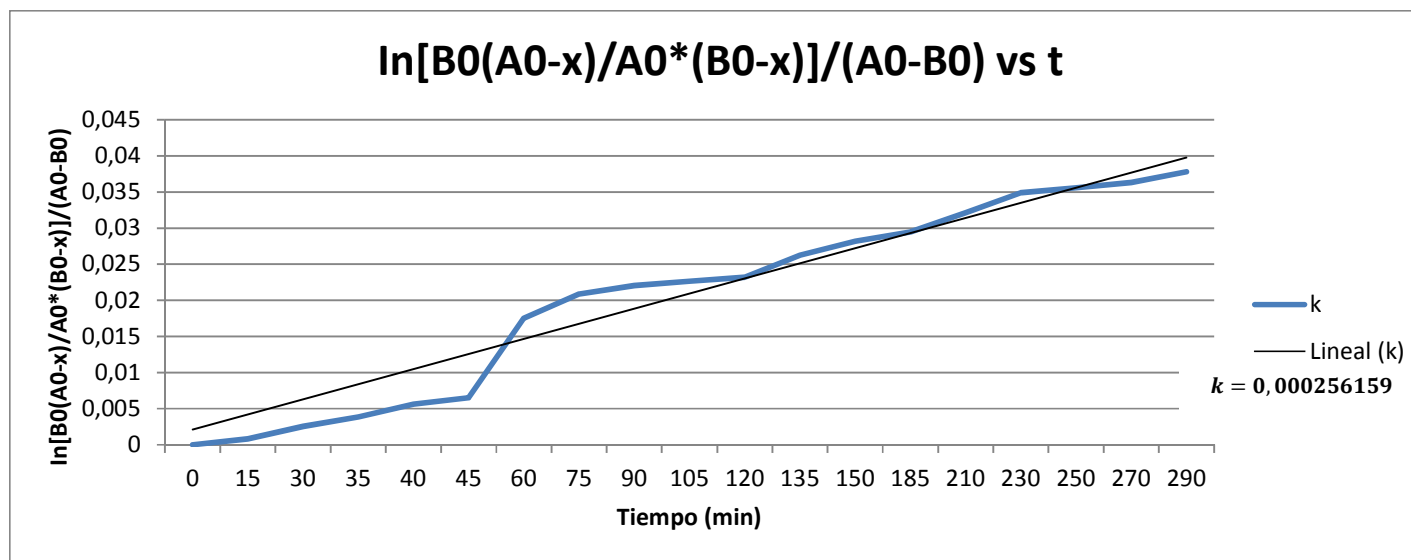


Gráfico 5. Determinación de la constante de velocidad k para reacción con relación 4:1 molar a 43°C.

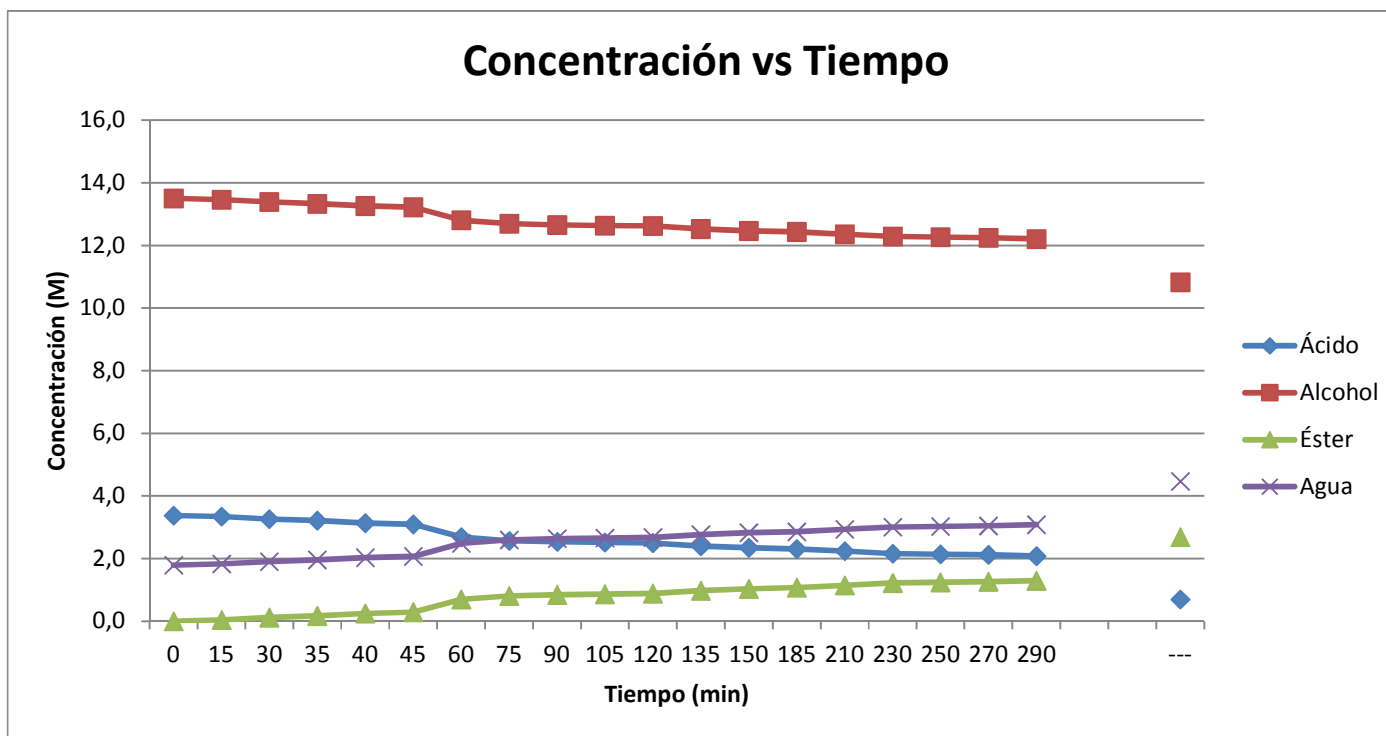


Gráfico 6. Variación de las concentraciones de los reactivos y productos con respecto al tiempo con relación 4:1 molar a 43°C.

Por lo tanto la ecuación de velocidad para la reacción a relación molar 4:1 entre el ácido acético con el etanol queda de la siguiente forma:

$$-r = k[CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

$$-r_{Experimental \text{ a } 43^\circ C} = 0.000256159[CH_3COOH][C_2H_5OH]$$

5.4.2. Constante de equilibrio y tiempo de reacción.

Para determinar la constante de equilibrio se la puede realizar de la siguiente manera:

$$k_{Experimental \text{ a } 43^\circ C} = \frac{[CH_3COOC_2H_5][H_2O]}{[CH_3COOH][C_2H_5OH]}$$

La cuál relaciona las concentraciones finales, tanto de los reactivos como la de los productos.

$$k_{Experimental \text{ a } 43^\circ C} = \frac{(2.68125)(4.46895)}{(0.69375)(10.81875)}$$

$$k_{Experimental \text{ a } 43^\circ C} = 1.60$$

$$1t(a_0 - b_0) * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)} \quad \text{Ec. 11 se}$$

puede determinar el tiempo en el que la reacción alcanza el equilibrio.

$$k = \frac{1}{t(a_0 - b_0)} * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)}$$

Dónde:

k = Constante de velocidad de la reacción.

t = Tiempo de reacción.

$a_0 = [CH_3COOH]_0$ – Concentración de ácido acético inicial.

$b_0 = [C_2H_5OH]_0$ – Concentración del alcohol etílico inicial.

x = Cantidad en moles de ácido acético consumidos (Conversión).

$$t = \frac{1}{k(a_0 - b_0)} * \ln \frac{b_0(a_0 - x)}{a_0(b_0 - x)}$$

$$t = \frac{1}{(0.000256159)(3.3076 - 13.2304)} * \ln \frac{13.2304(3.3076 - 2.61385)}{3.3076(13.2304 - 2.61385)}$$

$$t = 527.88 \text{ min} * \frac{1 \text{ hora}}{60 \text{ min}} = \mathbf{8.8 \text{ horas.}}$$

$$\mathbf{t = 8.8 \text{ horas.}}$$

5.5. Balance de Energía del Reactor Batch de 20 L

De la $Q = \Delta H$

Ec. 4 se realizará el balance de energía del

reactor para la reacción de esterificación llevada a cabo a 43 °C.

$$Q = \Delta H_{\text{reacción a } 43^\circ\text{C}}$$

Dada la reacción de esterificación del Etanoato de etilo, se procede a calcular la entalpía de la reacción a 25°C.

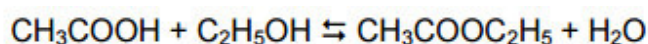


Tabla XI. Entalpías de formación a 25 °C.

	$CH_3COOH_{(l)}$	$C_2H_5OH_{(l)}$	$CH_3COOC_2H_5_{(l)}$	$H_2O_{(l)}$
$\Delta H_{f\ 25^\circ C} \left(\frac{KJ}{mol} \right)$	-486.2	-277.6	-442.92	-285.84

Fuente: (Ávil-Díaz, 2005)

$$\Delta H_{f\ 25^\circ C} = \Delta H_{CH_3COOC_2H_5\ 25^\circ C} + \Delta H_{H_2O\ 25^\circ C} - \Delta H_{CH_3COOH\ 25^\circ C} - \Delta H_{C_2H_5OH\ 25^\circ C}$$

Se debe de calcular el ΔH de la reacción de acuerdo a la cantidad de moles del ácido acético que se han convertido al llevarse a cabo la reacción (Conversión x).

$$x = 2.61385\ M$$

$$\Delta H_{f\ 25^\circ C} = \left(-442.92 \frac{KJ}{mol} \right) + \left(-285.84 \frac{KJ}{mol} \right) - \left(-486.2 \frac{KJ}{mol} \right) - \left(-277.6 \frac{KJ}{mol} \right)$$

$$\Delta H_{f\ 25^\circ C} = 35.04 \frac{KJ}{mol} * \frac{2.61385\ mol}{L}$$

$$\Delta H_{f\ 25^\circ C} = 91.59 \frac{KJ}{L}$$

Tabla XII. Calor específico de 0 – 80 °C.

	$CH_3COOH_{(l)}$	$C_2H_5OH_{(l)}$	$CH_3COOC_2H_5_{(l)}$	$H_2O_{(l)}$
$C_p \left(\frac{KJ}{Kg\ ^\circ C} \right)$	2.08	2.43	1.92	4.18

Fuente: (Ávil-Díaz, 2005)

$$\Delta C_{p\ Reacción} = C_{p\ CH_3COOC_2H_5} + C_{p\ H_2O} - C_{p\ CH_3COOH} - C_{p\ C_2H_5OH}$$

Se debe de calcular el Cp de la reacción de acuerdo a la cantidad de moles del ácido acético que se han convertido al llevarse a cabo la reacción (Conversión x).

$$x = 2.61385 M$$

$$\begin{aligned}\Delta C_{p_{Reacción}} &= \left(1.92 \frac{KJ}{Kg \text{ } ^\circ C} * \frac{88g CH_3COOC_2H_5}{1 mol CH_3COOC_2H_5} * \frac{1 kg}{1000g} \right) \\ &+ \left(4.18 \frac{KJ}{Kg \text{ } ^\circ C} * \frac{18g H_2O}{1 mol H_2O} * \frac{1 kg}{1000g} \right) \\ &- \left(2.08 \frac{KJ}{Kg \text{ } ^\circ C} * \frac{60g CH_3COOH}{1 mol CH_3COOH} * \frac{1 kg}{1000g} \right) \\ &- \left(2.43 \frac{KJ}{Kg \text{ } ^\circ C} * \frac{46g C_2H_5OH}{1 mol C_2H_5OH} * \frac{1 kg}{1000g} \right) \\ C_{p_{Reacción}} &= 0.00762 \frac{KJ}{mol \text{ } ^\circ C} * \frac{2.61385 mol}{L} \\ C_{p_{Reacción}} &= 0.02 \frac{KJ}{L \text{ } ^\circ C}\end{aligned}$$

A través de la ecuación de Kirchoff se logra determinar la entalpía de la reacción a 43°C.

$$\begin{aligned}\Delta H_{f \text{ } 43^\circ C} &= \Delta H_{f \text{ } 25^\circ C} + \Delta C_{p_{Reacción}} * \Delta T \\ \Delta H_{f \text{ } 43^\circ C} &= 91.59 \frac{KJ}{L} + \left(0.02 \frac{KJ}{L \text{ } ^\circ C} \right) * (43 - 25)^\circ C \\ \Delta H_{f \text{ } 43^\circ C} &= 91.95 \frac{KJ}{L}\end{aligned}$$

Para la reacción de 11 L de solución, la entalpía a 43°C queda:

$$\Delta H_{f\ 43^{\circ}C} = 91.95 \frac{KJ}{L} * 11L$$

$$\Delta H_{f\ 43^{\circ}C} = \mathbf{1011.45\ KJ}$$

Y finalmente el calor necesario a administrar al sistema es de:

$$Q = \Delta H_{reacción\ a\ 43^{\circ}C}$$

$$\mathbf{Q = 1011.45\ KJ}$$

Para calcular la cantidad de agua para calentamiento necesario, se lo puede realizar de la siguiente manera: Sabiendo que la temperatura de entrada del fluido es de 49°C y la temperatura de salida es de 47°C

$$Q_{cedido} = Q_{reacción}$$

$$Q_{cedido} = m_{agua} * Cp * \Delta T$$

$$m_{agua} * Cp * \Delta T = 1011.45\ KJ$$

$$m_{agua} = \frac{1011.45\ KJ}{Cp * \Delta T}$$

$$m_{agua} = \frac{1011.45\ KJ}{4.18 \frac{KJ}{Kg^{\circ}C} * (49 - 47)^{\circ}C}$$

$$\mathbf{m_{agua} = 121\ Kg\ agua.}$$

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1. Conclusiones

Se logró identificar cada pieza que conforma el reactor batch ACE – GLASS, por medio de un catálogo proporcionado por la misma empresa distribuidora ACE – GLASS, en la cual indica todos los materiales o productos que tiene a disposición la empresa para la venta.

Una vez identificada cada pieza del reactor se logra determinar los tipos de reacciones en la cual se pueden llevar a cabo dentro del reactor.

Para poder llevar a cabo la puesta en marcha del reactor se seleccionó una de las reacciones que se ha logrado identificar como apta para realizar dentro del reactor.

Por medio de pruebas a nivel de laboratorio, se logró validar el procedimiento que se debe de seguir para llevar a cabo la reacción de esterificación del etanoato de etilo a nivel de laboratorio como a nivel piloto en el reactor batch marca ACE – GLASS, al obtener un 10% de margen de error en los resultados obtenidos frente a valores teóricos de la reacción, para de esta manera poder obtener resultados confiables al realizar pruebas en el reactor.

Una vez lograda la validación del procedimiento se procedió a realizar pruebas para determinar condiciones de operación del reactor en la cual se logre obtener una buena eficiencia, como lo fue en la reacción de esterificación, en la cual se obtuvo una eficiencia del 80% de conversión del ácido acético al etanoato de

etilo en una reacción de relación 4:1 molar alcohol etílico/ácido acético con condiciones de operación de 43 °C y 350 rpm de revoluciones en la agitación.

Al lograr una buena conversión de la reacción, se logró validar el procedimiento de operación del reactor y de los resultados obtenidos.

Se logró realizar el respectivo manual técnico y de operación del reactor batch ACE – GLASS que presenta codificación de inventario N°. 68617, para futuras prácticas que lleguen a realizar en el reactor.

6.2. Recomendaciones

- Antes de operar el motor agitador del reactor batch Ace – Glass, se debe de revisar el manual de operación del reactor para poder seleccionar las revoluciones en rpm, la cual se va a realizar la reacción.
- Para reacciones endotérmicas realizadas en el reactor batch Ace – Glass, la cual necesiten la adición de calor por medio del intercambio de calor con agua caliente que circula en la chaqueta del reactor, proveniente del equipo de intercambiador de calor; la circulación del fluido caliente se la puede controlar o regular mediante la manipulación adecuada de la válvula de salida de agua caliente del intercambiador de calor.
- Para poder controlar la temperatura interna del reactor batch Ace – Glass cuando se encuentre en modo de operación para reacciones

endotérmicas, se debe de manipular de forma adecuada la válvula de entrada de vapor de agua al intercambiador de calor.

- Para la reacción de la esterificación del etanoato de etilo es recomendable el uso de un mayor volumen de catalizador (ácido sulfúrico) para poder alcanzar el equilibrio de la reacción a un menor tiempo posible.
- Utilizar reactivos que se encuentra en su máxima pureza para llevar acabo la reacción de esterificación, debido a que la reacción es reversible, la cual indica que cuando en la reacción se presente un aumento en la concentración de agua va a permitir que el equilibrio de la reacción se desplace hacia la formación de los reactivos (desplazamiento hacia la izquierda).
- Una vez utilizado el reactor batch, dejarlos correctamente lavado para su posterior almacenamiento.

BIBLIOGRAFÍA

(s.f.).

ACEGLASS. (2015). *Process Scale-Up Systems - Featuring Reactors from Micro to Batch Scale*. Recuperado el 09 de 01 de 2016, de <http://www.aceglass.com>

Aldabe, S. (2004). *Química 2: Química en acción*. 1ra. Edición. Buenos Aires, 2004.: Ediciones Colihue S.R.L.

ARROWENGINEERING. (1945). *Electric Stirrers & Mixers*. Recuperado el 13 de 01 de 2016, de <http://www.arroweng.com/electric.htm>

Avibert.blogspot. (2015). *Avibert: Régimen Isotérmico Diseño de Reactores Químicos F.Cunill, M.Iborra, J.Tejero*. Obtenido de Avibert.blogspot.com: <http://avibert.blogspot.com/2011/11/regimen-isotermo-diseno-de-reactores.html>

Ávil-Díaz, S. (17 de 11 de 2005). *Facultad de Ingeniería Química - Universidad Veracruzana (México)*. Recuperado el 19 de 01 de 2016, de <http://www.imiq.org/wp-content/uploads/2012/02/20106.pdf>

Borzacconi, L. (2003). *INGENIERIA DE LAS REACCIONES - FACULTAD DE INGENIERIA UNIVERSIDAD DE LA REPUBLICA URUGUAY*. Recuperado el 09 de 12 de 2015

- Camarillo, R. (2015). *Reactores químicos - Universidad de Castilla-La Mancha (UCLM)*. Obtenido de <http://www.uclm.es/profesorado/rafaelcamarillo/esp/Presentaci%F3n%20tema%2014%20simple.pdf>
- EcuRed. (2015). *Etanol - EcuRed*. Recuperado el 02 de 12 de 2015, de <http://www.ecured.cu/Etanol>
- Etanolbiocombustible.blogspot.com. (2015). *ETANOL: UNA FUENTE DE ENERGÍA ALTERNATIVA: Métodos de obtención*. Recuperado el 11 de 12 de 2015, de <http://etanolbiocombustible.blogspot.com/p/generalidades.html>
- Fogler, H. S. (2001). *Elementos de Ingeniería de Las Reacciones Químicas*. 3ra. Edición. México, 2001: Pearson Educación de México, S.A. de C.V.
- Gonzalez, O. (2009). *Fundamentos de Química*. 1ra. Edición. Guayaquil - Ecuador, 2009: Centro de difusión y Publicaciones - ESPOL.
- Laidler, K. J. (1997). *Físico - Química*. 1ra. Edición. México, 1997: Compañía Editorial Continental, S.A. de D.V. 1997.
- Mendiburu, H. (2015). *Reactores químicos - Ilustrados*. Recuperado el 2016 de 01 de 15, de <http://www.ilustrados.com/tema/5247/Reactores-quimicos.html>

- Monografias.com. (2015). *Estudio dela velocidad de reacción pra la obtención del acetato de etilo - Monografias.com*. Recuperado el 11 de 01 de 2016, de <http://www.monografias.com/trabajos85/estudio-velocidad-reaccion-obtencion-acetato-etilo/estudio-velocidad-reaccion-obtencion-acetato-etilo.shtml>
- NIST. (1961). *Commercial Standard CS21-58*. Recuperado el 09 de 01 de 2015, de http://gsi.nist.gov/global/docs/vps/csfiles/cs_21-58.pdf
- Nptel. (2015). *Nptel.ac.in*. Obtenido de <http://nptel.ac.in/courses/103103029/module1/lec2/1.html>
- Picó, G. (2015). *Reactores Químicos - Universidad Nacional del Rosario*. Obtenido de http://www.fbioyf.unr.edu.ar/evirtual/pluginfile.php/122032/mod_resource/content/0/Clase%204%20Reactores%20qcos.pdf
- QuimiNet.com. (2015). *Ácido acético glacial: usos y aplicaciones* | *QuimiNet.com*. Obtenido de <http://www.quiminet.com/articulos/acido-acetico-glacial-usos-y-aplicaciones-2587611.htm>
- Región de Murcia, D. G. (2015). *RIESGO QUÍMICO - ACCIDENTES GRAVES ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL*. Obtenido de https://www.murciasalud.es/recursos/ficheros/127789-acido_acetico.pdf

Reglamento de Graduación de la ESPOL, A. (s.f.). Reglamento de Graduación de la ESPOL. *Reglamento de Graduación de la ESPOL, Art. 12.*

Velasco, M. A. (2006). *Grupos Funcionales - Nomenclatura y Reacciones Principales*. 1ra. Edición, México. 2006: D.R Facultad de Química, UNAM.

ANEXOS

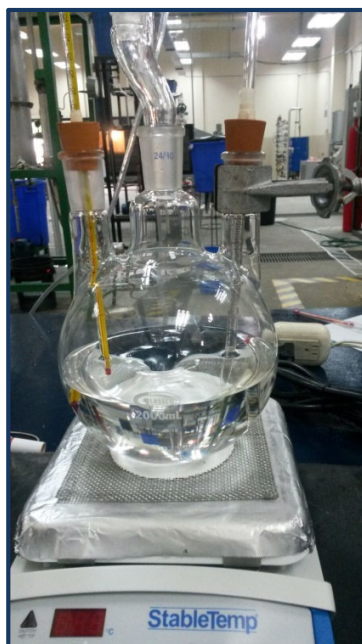


Ilustración 1. Sistema de reactor de laboratorio de 2L.
Elaborado por: Byron Calderón M.

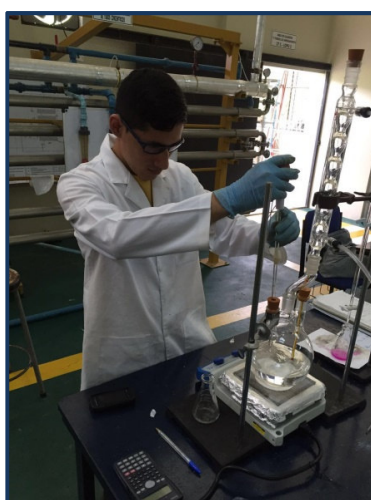


Ilustración 2. Toma de muestra de la reacción de esterificación del reactor de 2L.
Elaborado por: Byron Calderón M.

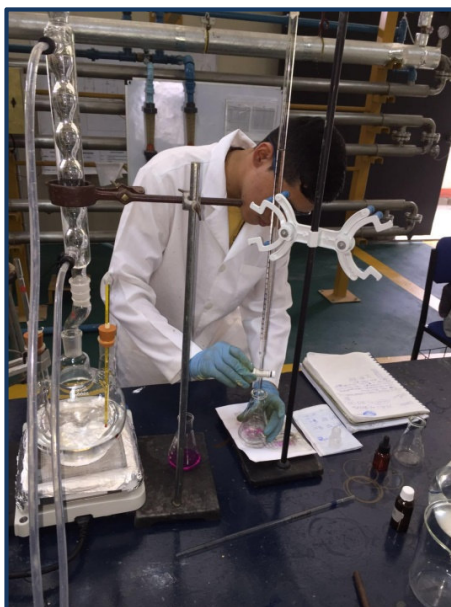


Ilustración 3. Análisis de la muestra tomada del reactor de 2L.
Elaborado por: Byron Calderón M.



Ilustración 4. Reactor Batch en estado de almacenamiento.
Elaborado por: Byron Calderón M.



Ilustración 5. Reactor Batch en operación junto al intercambiador de calor.
Elaborado por: Byron Calderón M.



Ilustración 6. Reactor batch en operación – Esterificación del Etanoato de Etilo.
Elaborado por: Byron Calderón M.

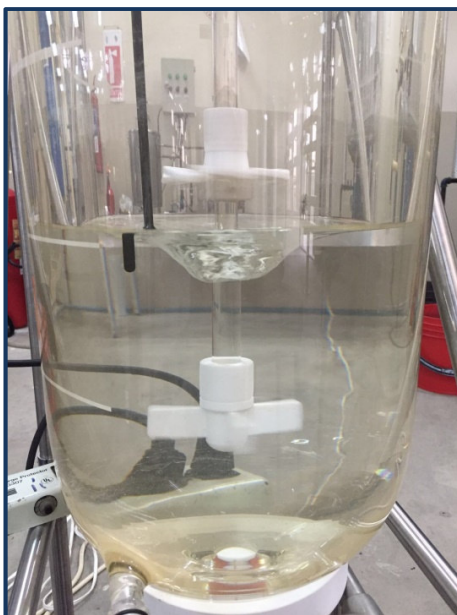


Ilustración 7. Reactor batch agitando mezcla para llevar a cabo la esterificación.
Elaborado por: Byron Calderón M.



Ilustración 8. Exposición de casa abierta de proyectos integradores.
Elaborado por: Byron Calderón M.