



DISEÑO DE UN REACTOR DISCONTÍNUO

comp^{AS}

DISEÑO DE UN REACTOR DISCONTÍNUO

Autores

MSc. Stefanie Bonilla Bermeo,
MSc. Carlos Valdiviezo Rogel
MSc. Luis Bonilla Abarca,
Ing. Anahí Mosquera Solís



DISEÑO DE UN REACTOR DISCONTÍNUO

Autores

MSc. Stefanie Bonilla Bermeo,
MSc. Carlos Valdiviezo Rogel
MSc. Luis Bonilla Abarca,
Ing. Anahí Mosquera Solís

Primera edición: Junio 2018
Libro revisado por pares
Diseño de portada y diagramación:
Grupo Compás
Equipo Editorial
ISBN: 978-9942-33-006-2

Quedan rigurosamente prohibidas, bajo las sanciones en las leyes, la producción o almacenamiento total o parcial de la presente publicación, incluyendo el diseño de la portada, así como la transmisión de la misma por cualquiera de sus medios, tanto si es electrónico, como químico, mecánico, óptico, de grabación o bien de fotocopia, sin la autorización de los titulares del copyright.

CONTENIDO

1. FUNDAMENTOS	9
1.1. Termodinámica	9
1.2. Cinética química	9
1.2.1. Tipos de reacciones químicas	9
1.2.2. Velocidad de reacción	10
1.2.3. Variables que afectan la velocidad de reacción	10
1.2.4. Coeficiente cinético.	11
1.2.5. Orden de reacción.	11
1.2.6. Porcentaje de conversión	11
1.3. Reactores Químicos	11
1.3.1. Tipos de reactores químicos	11
1.3.2. Según su tipo de operación	12
1.3.2.1. Reactor continuo	13
1.3.2.2. Reactor discontinuo	13
1.3.2.3. Reactor semicontinuo	14
1.3.3. Características de un reactor discontinuo	14
1.3.4. Ventajas y desventajas de un reactor discontinuo	15
1.3.5. Aplicaciones	15
1.4. Agitación	15
1.4.1. Fenómenos de transporte que rigen la agitación	16
1.4.1.1. Potencia de Agitación	16
1.4.1.2. Transferencia de calor.	16
1.4.1.3. Transferencia de Masa	17
1.4.2. Tipos de agitadores	17
1.4.2.1. Agitadores de hélice.	17
1.4.2.2. Agitadores de turbina.	17
1.4.2.3. Agitadores de paleta.	18
2. CRISTALIZACIÓN	21
2.1. Cristalización	21
2.1.1. Tipos de cristalización	21
2.1.2. Forma de los cristales	21
2.1.2.1. Sistema Cúbico	21
2.1.2.2. Sistema Tetragonal	22
2.1.2.3. Sistema Ortorrómbico	22
2.1.2.4. Sistema Monoclínico	23
2.1.2.5. Sistema Triclínico	23

2.1.2.6. Sistema Hexagonal	24
2.1.2.7. Sistema Romboédrico	24
2.2. Conductimetría	25
2.2.1. Definición	25
2.2.2. Conductividad eléctrica	25
2.2.3. Conductividad molar (Λ)	25
2.2.4. Titulaciones conductimétricas	26
2.2.5. Curva de titulación	26
2.2.6. Relación entre conductividad y concentración	26
2.3. Espectrofotometría	27
2.3.1. Definición	27
2.3.2. Transmitancia	27
2.3.3. Absorbancia	28
2.3.4. Ley de Lambert - Beer.	28
2.4. Titulación	28
2.4.1. Punto de Equivalencia y Punto Final	29
2.4.2. Error de Titulación	29
2.4.3. Indicador	29
2.5. Hidróxido de Sodio	29
2.6. Ácido Fosfórico	30
2.7. Fosfato Trisódico	30
3. DISEÑO	33
3.1. Materiales, reactivos y equipos	33
3.1.1. Material de construcción	33
3.1.2. Selección de los reactivos	33
3.2. Métodos a utilizar	34
3.3. Ecuaciones de diseño	34
3.4. Variables de operación	36
3.5. Cálculo de reactivos	36
3.6. Cálculos de coeficiente cinético K	36
3.7. Cálculo de la velocidad de reacción	37
3.8. Cálculo del porcentaje de rendimiento experimental en el reactor discontinuo	37
3.9. Cálculo del porcentaje de rendimiento obtenido en el laboratorio a escala	38

3.10. Cálculo del porcentaje de error entre experimentación a escala y experimentación	38
3.11. Cálculo de las concentraciones finales de hidróxido de sodio obtenidas por conductimetría.	38
3.12. Cálculo del porcentaje de conversión de Hidróxido de Sodio.	39
4. INSTALACIÓN Y OPERATIVIDAD	43
4.1. Volumen del reactor	43
4.2. Rediseño de la tapa.	44
4.3. Materiales y costos.	45
4.4. Instalación del reactor y equipos auxiliares	45
4.4.1. Línea de vapor	45
4.4.2. Línea de agua de enfriamiento	46
4.4.3. Condensado	46
4.5. Pruebas de operación	46
4.6. Manual de operación del equipo	47
4.6.1. Parte del Reactor	47
4.6.2. Componentes del control de temperatura	48
4.6.3. Datos técnicos	49
4.6.4. Puesta en marcha	49
4.6.5. Paso de vapor	49
4.6.6. Toma de muestra	49
4.6.7. Enfriamiento	49
4.6.8. Limitaciones	50
5. PRUEBAS EXPERIMENTALES	53
5.1. Datos experimentales.	53
5.2. Resultados y análisis.	53
5.2.1. Formación del cristal	59
6. BIBLIOGRAFÍA	62

FUNDAMENTOS



1. FUNDAMENTOS

1.1. Termodinámica

La termodinámica, desde sus inicios forma parte de la física y está estrechamente relacionada con el diseño de un reactor, ya que nos permite recopilar información acerca de la cantidad de calor que se va desencadenar o absorber durante una reacción química. Siendo posible el cálculo de los efectos caloríficos presentes en cada reacción.

Además, a partir de la energía libre de Gibbs de las sustancias reaccionantes se puede realizar el cálculo de la constante de equilibrio K , la misma que nos permite estimar el máximo rendimiento de los productos en reacción. (Levenspiel, Octave, 2004)

1.2. Cinética química

Bajo ciertas condiciones una sustancia puede experimentar cambios en su estructura y dar origen a un sinnúmero de especies químicas, este mecanismo de reestructuración o redistribución de átomos se denomina reacción química.

La cinética química tiene como objetivo el estudio de los mecanismos y velocidad con que reacciona o se forma un nuevo producto (Levenspiel, Octave, 2004).

1.2.1. Tipos de reacciones químicas

Las reacciones químicas pueden ser clasificada dependiendo de varios factores como: El mecanismo de reacción (número de etapas), el número de fases que presenta, los efectos térmicos, el equilibrio.

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

Tabla 1. Criterios a considerar en cuanto a las reacciones químicas.

CRITERIOS	TIPOS DE REACCIÓN	DIFICULTADES
Número de fases presentes	Homogéneo (una fase)	
	Heterogéneo (dos o más fases)	El contacto de fases asegura la transferencia entre fases
Estequiometría (nº de ecuaciones químicas para describir la transformación)	Reacción simple	Tiene un porcentaje de conversión elevada.
	Reacciones múltiples (existencia de reacciones secundarias)	Obtener un rendimiento elevado del producto deseado y desfavorecer las reacciones secundarias
Equilibrio (limitación eventual por un equilibrio termodinámico)	Equilibrio (limitación eventual por un equilibrio termodinámico)	El producto no puede volver a ser reactivo
	Reversible (en las condiciones en las que se opera)	Regular las condiciones físicas y operatorias
Termicidad	Atérmica	No genera ni requiere calor.
	Exotérmica (desprende calor)	Libera calor la reacción.
	Endotérmica (absorbe calor)	Absorbe calor la reacción

Fuente: Mosquera A; Muñoz R.

1.2.2. Velocidad de reacción

La velocidad de reacción se define como la rapidez con que se agota una sustancia o elemento químico en un intervalo de tiempo o de volumen. (Levenspiel, Octave, 2004)

$$\gamma = \frac{\text{concentración}}{(\text{tiempo})}$$

La velocidad de reacción depende del coeficiente cinético, la misma que varía de acuerdo a la temperatura a la cual se efectúe la reacción (Levenspiel, Octave, 2004).

1.2.3. Variables que afectan la velocidad de reacción

Dentro de la cinética química hay muchos factores o variables que afectan la velocidad de una reacción, los mismos que pueden ocasionar que la reacción no se lleve a cabo de la manera más favorable posible, dentro de éstas tenemos:

- Temperatura
- Presión
- Concentración de los reactivos
- Presencia de un catalizador
- Facilidad de los reactivos para entrar en contacto. (Sepulveda, 2013)

1.2.4. Coeficiente cinético.

El coeficiente cinético o constante de velocidad representada por la letra K, es la constante de proporcionalidad que existe entre la concentración del reactivo y la velocidad de reacción. (Levenspiel, Octave, 2004)

1.2.5. Orden de reacción.

Cuando se habla de orden de reacción, se refiere a la potencia a la cual está elevada cada concentración según la ley de velocidad de reacción, por ejemplo en una reacción donde participan las sustancias A+B.....N el orden de reacción puede darse de la siguiente forma:

$$-\gamma_A = k[A]^\alpha[B]^\beta \dots [N]$$

$$\alpha + \beta \dots = n$$

Donde α es el orden de reacción con respecto a A, β es el orden de reacción con respecto a B y n es el orden global de la reacción.

Dicho orden puede tener valores fraccionarios y no necesariamente números enteros, ya que se determina experimentalmente (Levenspiel, 1975).

1.2.6. Porcentaje de conversión

El porcentaje de conversión puede definirse como la relación que existe entre la fracción molar de alimentación de un reactivo que se convierte en producto.

1.3. Reactores Químicos

Un reactor químico no es nada más que un dispositivo que está diseñado para que dentro de él se produzca una reacción química debido al cambio en la composición de los reactivos haciendo que se conviertan en productos.

El tipo de reactor químico va a depender de las condiciones que necesite la reacción con que se esté trabajando para llevarse a cabo (Levenspiel, Octave, 2004).

1.3.1. Tipos de reactores químicos

Dependiendo el producto y la aplicación necesarios de los reactores, existen en resumen tres tipos de reactores, reactor CSTR (perfectamente agitado) y reactor tipo PFR (flujo pistón), reactor tipo batch (discontinuo) (Levenspiel, Octave, 2004).

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

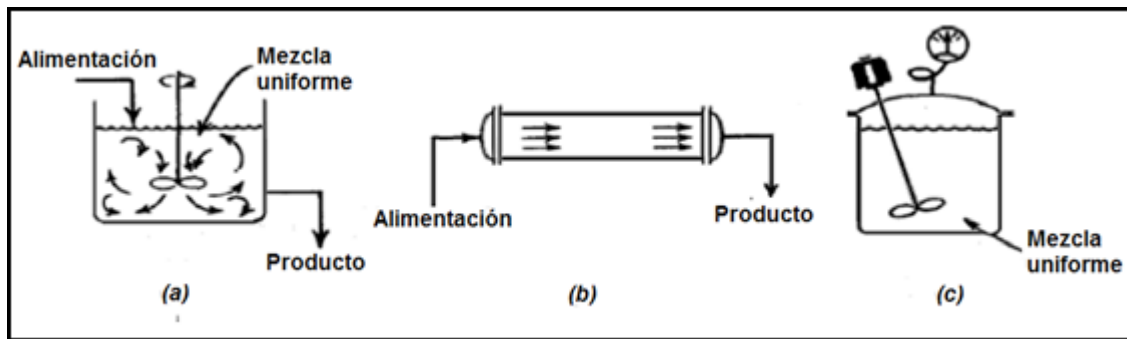


Figura 1: Tipos de reactores químicos.
Fuente: (Levenspiel, Octave, 2004)

- a) Los reactores CSTR efectúan con flujos continuos, la mezcla del sistema es perfecta por ende las propiedades (concentración y temperatura) de cualquier punto del sistema son similares, y son utilizados cuando se tiene un consumo de producto constante y a grandes cantidades. Estos reactores son diseñados para operar en grandes períodos de tiempo sin tener que parar su operación.
- b) Los reactores tipo PFR (flujo en pistón) son usados comúnmente en gases y cuando se requiera de un flujo ordenado, es necesario que el tiempo de residencia del reactor sea el mismo para todos los componentes del fluido. (Levenspiel, Octave, 2004)
- c) Los reactores Batch, en este reactor se introducen los reactivos, reaccionan uniformemente manteniendo su composición en todo su volumen, pero varía con respecto al tiempo, reaccionan los reactantes, dado que es una operación no estacionaria en la que la reacción se dará a cabo del transcurso del tiempo y por último se descarga el producto resultante. (Levenspiel, Octave, 2004)

1.3.2. Según su tipo de operación

Los reactores según su proceso pueden ser catalogados como:

- Continuos
- Discontinuos
- Semicontinuos

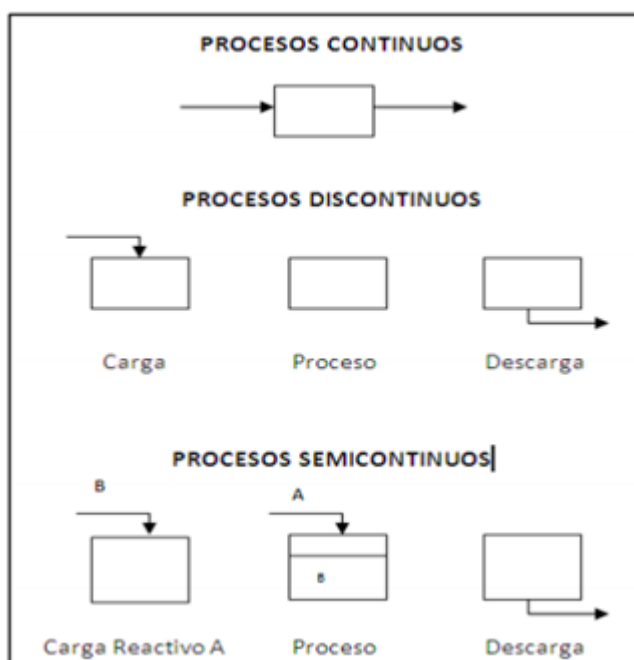


Figura 2: Tipos de procesos.
Fuente: (Nuñez J; Udeos T, 2015)

1.3.2.1. Reactor continuo

Los procesos continuos se los realiza generalmente en recipientes con agitadores, con tuberías de flujo de descarga. En estos reactores todos los reactantes son continuamente agregados al tanque y los productos son continuamente descargados. Los procesos continuos trabajan en condiciones estacionarias, donde el calor generado y la composición permanecen constantes durante la marcha. Los procesos continuos tienen de ventaja, que puede ser utilizada para grandes volúmenes, permitiendo recuperar rápido la inversión, dado que los requerimientos de productos no varían el proceso necesitará mínimas modificaciones durante su vida útil para mantenerse operativo. (Nuñez J; Udeos T, 2015)

1.3.2.2. Reactor discontinuo

Por lo general se utiliza para reactantes en fase líquida o diluida. Donde el reactor posee un agitador que permitirá una mezcla perfecta, por ende, se mantendrá uniforme la concentración y temperatura en todo el reactor.

El proceso discontinuo consiste en introducir los reactantes en el interior del tanque y ajustar los parámetros necesarios para que ocurra la reacción aumentando la temperatura por la camisa del reactor o el serpentín. Si se trata de una reacción que libera calor cuando ésta empieza, se deberá bajar la temperatura el recipiente haciendo circular por la camisa un fluido de enfriamiento. En general se establece una temperatura que nos permita controlar

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

la masa reaccionante. (Grau M, 1999).

1.3.2.3. Reactor semicontinuo

El funcionamiento en semicontinuo, consiste en ingresar un reactante de manera discontinua (todo a la vez), y agregar el segundo reactante de forma continua durante el período de reacción. En este caso la masa total de la mezcla de reacción no se mantiene constante. Este proceso es más seguro que el discontinuo, dado que en el reactor únicamente se encuentra una ligera cantidad de reactante que no reacciona en cada instante.

A diferencia de los procesos discontinuos, es menos probable que ocurran consecuencias de una reacción fuera de control provocada por una mala agitación o pérdida de control de la temperatura.

Este reactor permite operar con capacidades de enfriamiento y calentamiento máximas, por tanto, mejorar la eficiencia de manera significativa (Grau M, 1999).

1.3.3. Características de un reactor discontinuo

Las características principales de estos reactores son las siguientes:

- La reacción se lleva a cabo en un sistema cerrado.
- Todos los reactantes son cargados al inicio.
- Al final de la operación, la mezcla reactiva se descarga a un mismo tiempo.
- Operan en régimen inestable.
- Se considera que los gradientes de concentración, temperatura y presión son despreciables.
- Estas consideraciones permiten que el diseño se plantee en un plano ideal (Luis M. Idarraga, 2010).

1.3.4. Ventajas y desventajas de un reactor discontinuo

Tabla 2. Ventajas y desventajas de los reactores discontinuos

Ventajas	Conversiones altas	Se puede alcanzar porcentajes altos de conversión por unidad de volumen.
	Operan Reacciones Difíciles	Con la agitación y los parámetros ideales, este reactor puede ser utilizado para reacciones complicadas.
	Flexible (versátil)	Pueden ser usados para varios tipos de reacciones consecutivamente.
Desventajas	Fiabilidad	La calidad del producto es más variable que con los reactores de operación continua
	Costo de Operación	Dado que no es continuo posee tiempos muertos entre carga y descarga.

Fuente: Mosquera A; Muñoz R.

1.3.5. Aplicaciones

Este tipo de reactor se utiliza en los siguientes casos:

- Es utilizado en reacciones entre reactivos líquidos o diluidos.
- Cuando se requiere una velocidad de producción de cantidades bajas.
- Para estudios cinéticos a escala de laboratorio.
- Cuando el tiempo de residencia para lograr una determinada calidad es muy grande.
- Cuando se desea obtener un producto muy puro y eficiente (Luis M. Idarraga, 2010).

1.4. Agitación

La agitación es una operación unitaria y se refiere al movimiento inducido de un material (por lo general un eje) en una forma específica, dentro de algún tipo de reactor o contenedor, el mismo que puede ser cerrado o abierto. (McGraw-Hill, 2002)

Los líquidos se agitan con diversos fines, dependiendo de los objetivos de la etapa del proceso. Dichos fines comprenden:

- Dilución de partículas sólidas.
- Homogenización de líquidos miscibles, por ejemplo, alcohol metílico y agua.

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

- Distribución de un gas en un líquido.
- Formación de emulsiones con un segundo fluido no miscible, por ejemplo, agua y aceite.
- Distribuir el calor brindado por algún serpentín o chaqueta (McGraw-Hill, 2002).

1.4.1. Fenómenos de transporte que rigen la agitación

1.4.1.1. Potencia de Agitación

Un factor indispensable en el diseño de un reactor con agitación, es la potencia que se requiere para mover el eje; la potencia necesaria no es obtenida desde la teoría al contrario se designa por las relaciones empíricas. Para determinar la potencia nos basamos en la definición del número de Reynolds y su aplicación en gráficas de método experimental.

La potencia del agitador depende de ciertas variables como:

- Dimensiones principales del tanque, rodete y dimensiones de las paletas.
- Propiedades Físicas del fluido: viscosidad y densidad del fluido.
- RPM del agitador (Nuñez J; Udeos T, 2015).

1.4.1.2. Transferencia de calor.

En reactores batch, se pueden suministrar calor al sistema por medio de una chaqueta que recubra al reactor o un serpentín, el cuál proporciona un área de transferencia grande debido a sus vueltas y a un bajo costo. (Nuñez J; Udeos T, 2015)

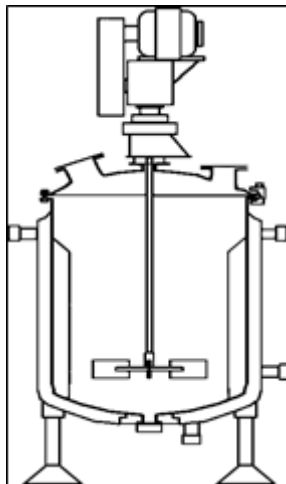


Figura 3: Reactor Batch con agitador y chaqueta como suministrador de calor
Fuente: (Nuñez J; Udeos T, 2015)

1.4.1.3. Transferencia de Masa

Tanto la potencia del agitador como el tiempo de reacción dependerán también de la cantidad de materia que ingresa al reactor, dado que se puede considerar como reactor de mezcla perfecta, el balance de ingreso de reactantes como la salida del producto y subproductos debe ser monitoreada. (Nuñez J; Udeos T, 2015)

1.4.2. Tipos de agitadores

Para el estudio de los agitadores se han dividido en dos: Los agitadores de flujo axial y los agitadores de flujo radial.

A su vez existen tres tipos principales de agitadores, de hélice, de paletas, y de turbina, en las que existen múltiples variaciones con respecto a sus modelos. (McCabe; Smith, 2003)

1.4.2.1. Agitadores de hélice.

Un agitador de hélice, es un agitador de flujo axial, que opera con velocidad elevada y se emplea para líquidos pocos viscosos. Los agitadores de hélice más pequeños, giran a toda la velocidad del motor, unas 1.150 ó 1.750 rpm; los mayores giran de 400 a 800 rpm. Las corrientes de flujo, que parten del agitador, se mueven a través del líquido en una dirección determinada hasta que son desviadas por el fondo o las paredes del tanque (McCabe; Smith, 2003).

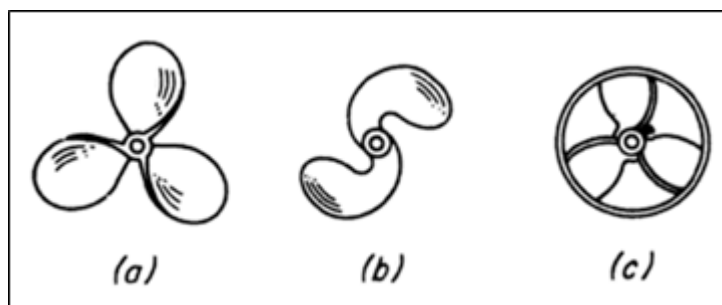


Figura 4: Hélices de mezcla
(a) Normal de 3 palas, (b) De cuchilla, (c) Protegida.
Fuente: (Nuñez J; Udeos T, 2015)

1.4.2.2. Agitadores de turbina.

La mayor parte de ellos se asemejan a agitadores de múltiples y cortas paletas, que giran con velocidades elevadas sobre un eje que va montado centralmente dentro del tanque. Las paletas pueden ser rectas o curvas, inclinadas o verticales. El rodete puede ser abierto, semicerrado o cerrado. El diámetro del rodete es menor que en el caso de agitadores de paletas, siendo del orden del 30 al 50% del diámetro del tanque. Los agitadores de turbina son eficaces para un amplio intervalo de viscosidades; en líquidos poco viscosos, producen corrientes intensas, que se extienden por todo el tanque y destruyen las masas de líquido

estancado (McCabe; Smith, 2003).

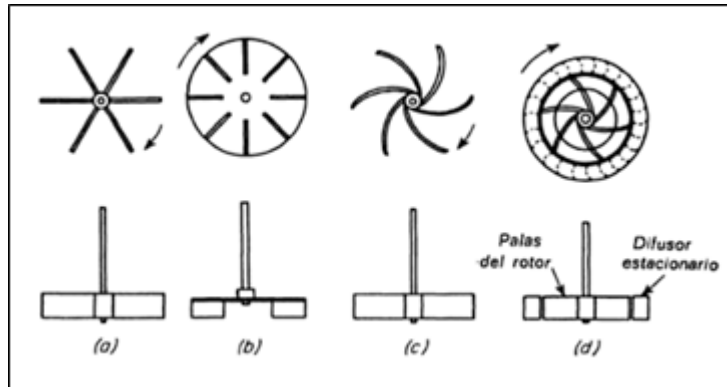


Figura 5: Rodetes de agitadores de turbina
 (a) Abierto de palas verticales, (b) De disco con álabes, (c) De paletas verticales curvas,
 (d) Cerrado de paletas curvas con un anillo difusor.
 Fuente: (Nuñez J; Udeos T, 2015)

1.4.2.3. Agitadores de paleta.

Para problemas sencillos, un agitador eficaz está formado por una paleta plana, que gira sobre un eje vertical. Son corrientes los agitadores formados por dos y 3 paletas. Las paletas giran a velocidades bajas o moderadas en el centro del tanque, impulsando al líquido radial y tangencialmente, sin que exista movimiento vertical respecto del agitador, a menos que las paletas estén inclinadas. Las corrientes de líquido que se originan se dirigen hacia la pared del tanque y después siguen hacia arriba o hacia abajo (McCabe; Smith, 2003).

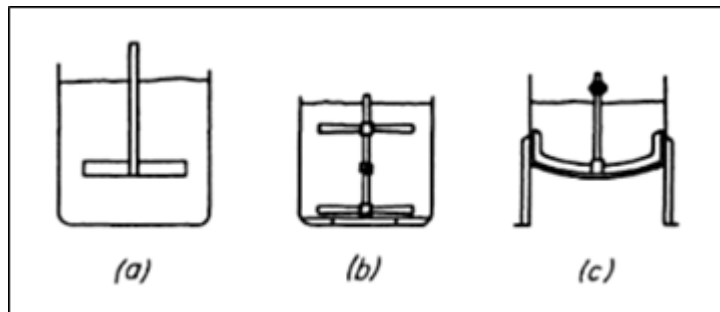


Figura 6: Agitadores de paletas
 (a) Paletas planas, (b) Paletas inclinadas, (c) Agitador de ancla.
 Fuente: (Nuñez J; Udeos T, 2015)

CRISTALIZACIÓN



2. CRISTALIZACIÓN

2.1. Cristalización

La cristalización es una operación unitaria de transferencia de masa en la que se obtiene como resultado la formación de partículas sólidas (cristales o precipitado) desde una disolución. Es comúnmente utilizado por su capacidad de formar productos concentrados al punto de darnos un alto grado de pureza (Smith J; McCabe W, 2014).

La cristalización de disoluciones a nivel industrial es importante dada la gran variedad de productos que se comercializan en forma de cristal (sólida). El gran uso de esta operación se debe a dos razones: la cristalización proporciona un material con una pureza superior a las que pueden formar otros procesos y la cristalización proporciona un método eficaz para la formación de sustancias puras en una condición óptimas para su almacenamiento (Smith J; McCabe W, 2014).

2.1.1. Tipos de cristalización

La cristalización se puede obtener a partir de vapor, fusión o disolución. Pero en aplicaciones industriales es mayormente obtenida a partir de disoluciones (Roberth H. Perry, 2001).

2.1.2. Forma de los cristales

Antes de describir los tipos de cristales debemos definir ¿Qué es un cristal?

Un cristal es un sólido, el cual está formado por átomos ordenados de forma repetida. Los espacios interatómicos, formas y características son propios de cada material.

Los tipos de cristales se han dividido en siete grandes grupos, basados en los ángulos interfaciales y la longitud de los ejes de los cristales (Roberth H. Perry, 2001).

2.1.2.1. Sistema Cúbico

Este sistema se manifiesta en tres ejes de ángulo recto de igual magnitud que forma seis caras del cubo. Algunos ejemplos de tipos de cristales que pertenecen a esta familia son oro, plata, diamante, cloruro de sodio, entre otros (Garcia P., 2010).

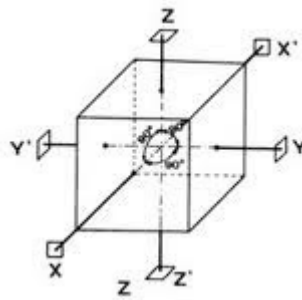


Figura 7: cristal cúbico
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.1.2.2. Sistema Tetragonal

Es un sistema hexaedro con cuatro caras iguales que forman cuerpos con tres ejes en el espacio en ángulo recto y dos de sus segmentos de igual magnitud, un claro ejemplo es el óxido de estaño (Garcia P., 2010).

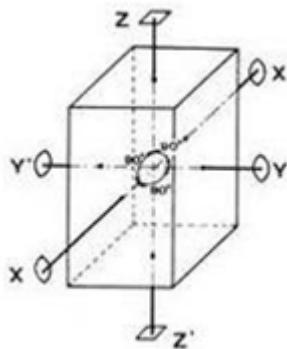


Figura 8: Cristal tetragonal
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.1.2.3. Sistema Ortorrómico

Este sistema presenta todos sus segmentos desiguales, con tres ejes en ángulo recto, formando hexaedros con caras iguales pero diferentes entre par y par. Representados por nitrato de potasio, azufre, sulfato de bario, entre otros (Garcia P., 2010).

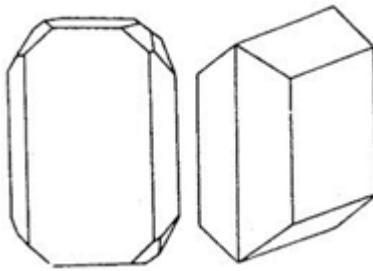


Figura 9: Cristal ortorrómbico
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.1.2.4. Sistema Monoclínico

Al igual que los casos anteriores presenta tres ejes en el espacio, pero sólo dos en ángulo recto, con ningún segmento igual, como es el caso del bórax y de la sacarosa (García P., 2010).

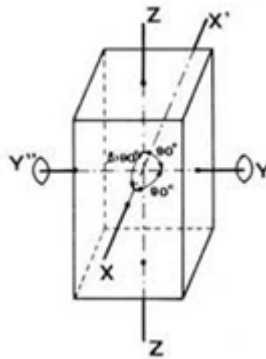


Figura 10: Cristal monoclínico
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.1.2.5. Sistema Triclínico

Presentan tres segmentos desiguales, con ningún ángulo recto formando cristales ahusados como agujas, como es el caso de la cafeína (García P., 2010).

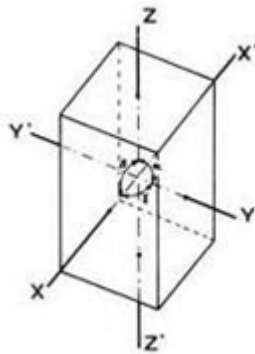


Figura 11: Cristal triclinico
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.1.2.6. Sistema Hexagonal

Presentan tres ejes en el espacio formando un ángulo de 60° , y un cuarto ángulo recto que no necesariamente deben tener la misma longitud, como son los cristales de zinc, cuarzo, magnesio (Garcia P., 2010).

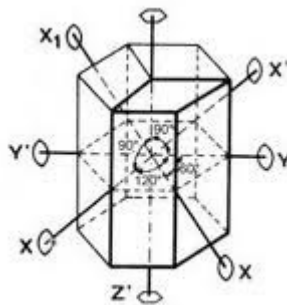


Figura 12: Cristal hexagonal
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.1.2.7. Sistema Romboédrico

Presentan tres ejes similares, pero ninguno es recto, y segmentos iguales, como son los cristales de arsénico, bismuto y carbonato de calcio y mármol (Garcia P., 2010).

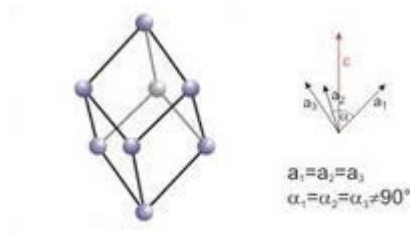


Figura 13: Cristal romboédrico
Fuente: Patricia C, Blogspot 2010

2.2. Conductimetría

2.2.1. Definición

Es un método empleado para hallar la conductividad de una solución, por medio de su carga iónica, observando la movilidad de la carga en dos puntos de diferente potencial. La conductividad eléctrica es el medio por el que se transporta la carga eléctrica (como electrones o iones) dentro del sistema (Lainfiesta López D., 2009).

2.2.2. Conductividad eléctrica

Según la ley de Ohm “la resistencia eléctrica de un material es igual a la diferencia de potencial dividida entre la corriente eléctrica” y se refiere a la resistencia que opone el material al flujo de electrones a través de sí. El inverso de la resistencia es la conductancia, cuya unidad es el siemens (S) en el sistema internacional. Teniendo cuenta que esta variable está sujeta en función del área transversal que da el flujo de electrones, el espacio que atraviesa y la constante de conductividad (Lainfiesta López D., 2009).

Expresado de la siguiente manera:

$$\text{Conductancia} = k * \frac{A}{L}$$

Dónde:

K: Es la conductividad

A: Es el área transversal de paso

L: Es la longitud que atraviesa (Lainfiesta López D., 2009)

2.2.3. Conductividad molar (Λ)

En una mezcla donde existe reacción química la conductividad específica k medida, varía a medida que cambia su iónica y es definitiva, la conductancia de 1cm³ de disolución y por tanto dependerá del número de iones (cationes y aniones), es decir, de la concentración.

Por otro lado, a su vez es dependiente del soluto. Para normalizar la medida de la conductividad, se introduce la magnitud conductividad molar, definida como:

$$\Lambda = \frac{k}{c}$$

Donde c es la concentración molar (mol L^{-1}) del electrolito añadido (Brunatti Carlos, 2009).

2.2.4. Titulaciones conductimétricas

El agregado de un electrolito a una solución, bajo condiciones que no producen un cambio significativo al volumen, afectará la conductancia de la disolución dependiendo de si existe o no una reacción química. Cuando no existe una reacción iónica, tal como en el agregado de una sal simple a otra, la conductancia simplemente aumentará. Si en caso existe una reacción iónica, la conductancia puede subir o bajar; en efecto, con el agregado de una base a un ácido fuerte, la conductancia disminuye debido al reemplazo del ion hidrógeno de alta conductividad por otro catión de conductividad más baja. Este es el principio oculto en las titulaciones conductimétricas (Brunatti Carlos, 2009).

Una titulación conductimétrica abarca la medición de la conductancia de la una fracción del sistema luego de agregar constantemente el reactivo titulante. Se determina el punto final en un gráfico de conductancia o conductancia específica en función del volumen de titulante agregado. La curva de titulación varía de forma, dependiendo del sistema químico a analizar (Brunatti Carlos, 2009).

2.2.5. Curva de titulación

Las mediciones conductimétricas nos permite determinar los puntos finales en titulaciones. Para establecer un punto final conductimétrico, se requieren suficientes muestras experimentales para definir la curva de titulación. Luego de corregir la variación de volumen, se grafican los puntos con cada dato de conductancia con relación al volumen de reactivo titulante. Luego se extrapolan las dos porciones lineales y se obtendremos el punto de equivalencia en la intersección de ambas. Dado que las reacciones no son completas experimentalmente, las curvas de titulación conductimétrica muestran desviaciones irregulares con relación a la línea base en la región del punto de equivalencia (Brunatti Carlos, 2009).

2.2.6. Relación entre conductividad y concentración

La conductividad de una solución en la que existe una reacción química dentro de un sistema varía con el grado de conversión, la cual nos permite monitorear los cambios en el proceso y la cinética de la reacción química. Lo cual es conveniente para el estudio de la reacción en el que intervienen iones que dan como resultado conductividades iónicas relativamente altas (ion H^+ y OH^-). En una disolución, el intercambio de un ion por otro de di-

versa conductividad iónica será proporcional a la velocidad de variación de concentración del ion activo (Cáñez Maria; Garcia Alejandro, 2011).

2.3. Espectrofotometría

2.3.1. Definición

Se define como espectrofotometría al valor de la energía radiante que absorbe un sistema químico en función de la longitud de onda de la radiación, y a las mediciones a una longitud de onda establecida. (Carlos Brunatti, 2010)

2.3.2. Transmitancia

Es la relación entre el haz de luz que se transmite a una muestra y la energía o haz de luz después de atravesarla, recordando que ambas deben estar medidas con la misma longitud de ondas (Carlos Brunatti, 2010).

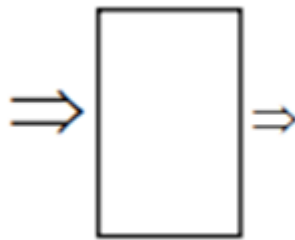


Figura 14: Transmitancia; haz de luz
Fuente: (Carlos Brunatti, 2010)

La figura muestra el destello de luz que pasa a través de la solución que tiene un determinado espesor y una concentración x de una especie absorbente. Como consecuencia de interacciones entre los fotones y las partículas absorbentes, la potencia del haz es atenuada (Carlos Brunatti, 2010).

$$T = \frac{P}{P_0} = 10^{-abc} \quad \text{ó} \quad \%T = 100 * \frac{P}{P_0}$$

Donde:

T: Transmitancia.

Po: Intensidad de la luz incidente.

P: Intensidad de la luz transmitida.

a: Absortividad

b: Longitud o espesor del medio

c: Concentración

2.3.3. Absorbancia

Es la cantidad de energía que absorbe una sustancia pura o en disolución, teóricamente la absorbancia corresponde al logaritmo negativo de la transmitancia. (Carlos Brunatti, 2010)

$$A = -\log T = 2 - \log \%T$$

Pero sustituyendo la transmitancia.

$$A = -\log \frac{P}{P_0} = -\log 10^{abc}$$

Donde:

A: Absorbancia

P/P₀ = T: Transmitancia

2.3.4. Ley de Lambert - Beer.

La luminosidad monocromática disminuye exponencialmente al incrementar la concentración de la sustancia absorbente, cuando el haz de luz pasa a través de un medio homogéneo (Carlos Brunatti, 2010).

2.4. Titulación

La titulación es un método de análisis cuantitativo que se utiliza a nivel de laboratorio, sirve para determinar las concentraciones desconocidas de un analito en una disolución. Se requiere de un reactivo valorante, con una concentración conocida, la cual debemos reaccionar poco a poco con el analito de la disolución para hallar la concentración desconocida (Harris Daniel C, 2001).

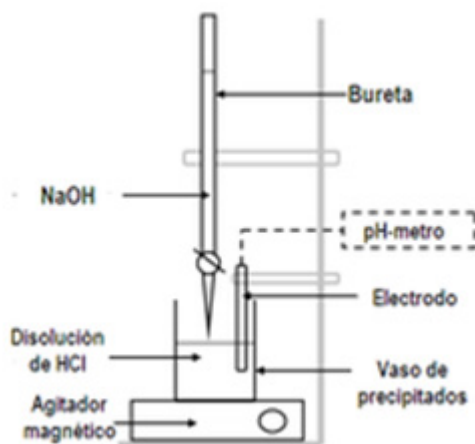


Figura 15: Estructura general de equipo de titulación

Fuente:

Para calcular la concentración de la solución analizada debe tenerse en cuenta la igualdad:

$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$$

En donde:

N_1 : normalidad del ácido (peqg/L)

V_1 : volumen del ácido (L)

N_2 : normalidad de la base (peqg/L)

V_2 : volumen de la base (L)

2.4.1. Punto de Equivalencia y Punto Final

- Punto de Equivalencia: momento de la titulación en que cantidades exactamente equivalentes o iguales de los reactivos principales se han combinado por completo (no hay exceso de ninguno de ellos). En este punto se cumple: $NxV=N'xV'$
- Punto Final: punto en el cual se aprecia el cambio físico a simple vista (Colloca Cristina, 2010).

2.4.2. Error de Titulación

Es la diferencia entre el punto de estequiométrico y el punto final. Este valor debe ser muy similar, es decir la diferencia debe ser casi despreciable (Colloca Cristina, 2010).

2.4.3. Indicador

El indicador es un compuesto que nos permite “observar” el momento en que se completa la reacción. Es ahí cuando se alcanza el punto final de la titulación y es cuando se tomamos el volumen consumido del valorante para alcanzar ese punto (Colloca Cristina, 2010).

2.5. Hidróxido de Sodio

Tabla 3. Propiedades físicas del hidroxido de sodio

Nombre	Hidróxido de sodio
Fórmula	$Na(OH)$
Peso molecular	40,00 uma
Color, índice de refracción, forma cristalina	Blanco, delieuciente
Densidad relativa	2,130
Punto de ebullición	318,4 °C
Punto de fusión	1,39 °C

Fuente: (Perry Robert, 2001)

2.6. Ácido Fosfórico

Tabla 4. Propiedades físicas del ácido fosfórico

Nombre	Ácido fosfórico
Fórmula	H_3PO_4
Peso molecular	98,00 uma
Color, índice de refracción, forma cristalina	Incoloro, rómbico
Densidad relativa	1,834 @ 18,2°C
Punto de ebullición	158 °C
Punto de fusión	42,35 °C

Fuente: (Perry Robert, 2001)

2.7. Fosfato Trisódico

Tabla 5. Propiedades físicas del fosfato trisódico

Nombre	Fosfato tribásico
Fórmula	Na_3PO_4
Peso molecular	163,97 uma
Color, índice de refracción, forma cristalina	blanco
Densidad relativa	2,537 a 17,5 °C
Punto de ebullición	1,34 °C
Punto de fusión	-

Fuente: (Perry Robert, 2001)

DISEÑO



3. DISEÑO

3.1. Materiales, reactivos y equipos

3.1.1. Material de construcción

A través de la investigación teórica se estableció el nuevo diseño a realizar al reactor, el mismo que tendrá cambios que permitan facilitar su compresión y manejo. Además de que permita la experimentación de diversas reacciones.

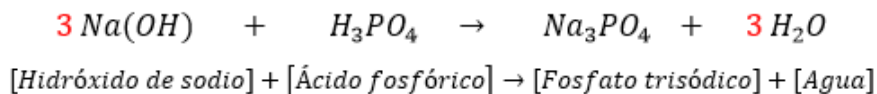
Para la selección de los materiales de construcción se tomó en cuenta parámetros como: calidad, costo y disponibilidad del material.

De esta manera se seleccionó acero inoxidable AISI 304, estos son austeníticos y poseen propiedades de resistencia a la oxidación, fácil soldadura, cruzado, cizallado, buena estética y durabilidad. (Multimet, s.f.)

3.1.2. Selección de los reactivos

En la actualidad existen un sinnúmero de reacciones químicas que se pueden realizar a nivel de laboratorio, sin embargo, no todas son suficientemente sencillas para estudiar su cinética de reacción, por consiguiente, existen dificultades en cuanto a la concentración de los reactivos, parámetros de medición, formación de subproductos, uso de catalizador o velocidad de reacción demasiado rápida.

Tomando en cuenta lo mencionado anteriormente, se optó por la reacción de neutralización de fosfato trisódico, de la que se puede medir concentración a través de técnicas experimentales como conductimetría, espectrofotometría, titulación o método potenciométrico. La reacción de neutralización de fosfato trisódico es la siguiente:



Esta reacción teóricamente se puede definir como orden 3 con respecto al hidróxido de sodio y orden 1 respecto al ácido fosfórico, con un orden global de 4, basándonos en sus coeficientes estequiométricos.

Se escogió esta reacción de entre toda la variedad de reacciones químicas, porque ésta además de permitir el análisis cinético, tiene como producto una sustancia cristalizante lo que permite estudiar la operación unitaria de cristalización.

3.2. Métodos a utilizar

Métodos Empíricos

La sección experimental se orientará al rediseño para la operatividad del reactor discontinuo.

Métodos Estadísticos

Se utilizaron métodos estadísticos descriptivos para tabular los datos obtenidos en la fase experimental, analizarlos y presentarlos en forma de gráficas.

Métodos Analíticos

Para la recopilación de resultados experimentales se emplearán los siguientes métodos analíticos:

- Espectrofotometría
- pH
- Titulación ácido - base
- Técnica Conductimétrica

3.3. Ecuaciones de diseño

Para la elección de la ecuación de diseño, se debe realizar un balance materia y tener en cuenta que se está trabajando con un reactor discontinuo, el mismo que al ser intermitente, no posee entradas ni salidas ya que la cantidad a reaccionar es cargada directamente al reactor y se espera un periodo determinado de tiempo, por ende, el volumen no varía. Tomando esto en cuenta partiremos del balance general de materia.

$$\begin{aligned} \cancel{Entrada} &= \cancel{Salida} + desaparición + acumulación \\ 0 & \quad \quad 0 \\ desaparición &= -acumulación \end{aligned}$$

Esto se refiere a que:

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Velocidad de desaparición de un} \\ \text{reactivo, al reaccionar dentro} \\ \text{del volumen del reactor} \end{array} \right\} = - \left\{ \begin{array}{l} \text{Velocidad de acumulación} \\ \text{del reactivo dentro del reactor} \end{array} \right\}$$

Partiendo de este análisis, se puede definir al primer término como la velocidad de desaparición del reactivo A, en un determinado tiempo y volumen:

$$(-r_A)$$

Siendo la ecuación la velocidad de reacción de A en un determinado volumen. Al segundo término, se lo puede definir como la acumulación molar de A en un determinado tiempo:

$$\frac{dC_A}{dt}$$

Teniendo así la variación de concentración de A en un intervalo de tiempo.

Uniendo las definiciones tenemos:

$$(-r_A) = \frac{dC_A}{dt}$$

$$kC_A^n = -\frac{dC_A}{dt}$$

Reordenando la expresión:

$$kdt = -\frac{dC_A}{C_A^n}$$

Integrando:

$$k \int dt = -\int_{C_{A0}}^{C_A} C_A^{-n}$$

$$k \int dt = -\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{C_A^{-n+1}}{-n+1}$$

$$kt = -\left[\frac{(C_A^{1-n})}{-n+1} - \frac{(C_{A0}^{1-n})}{-n+1} \right]$$

$$kt = -\frac{C_A^{1-n} - C_{A0}^{1-n}}{(-n+1)}$$

$$(-n+1)kt = -(C_A^{1-n} - C_{A0}^{1-n})$$

$$(n-1)kt = C_A^{1-n} - C_{A0}^{1-n}$$

Una vez realizado todos los procesos matemáticos, tenemos la ecuación simplificada y

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

ordenada para efectuar el cálculo de las reacciones empíricas de orden n. (Levenspiel, Octave, 2004)

3.4. Variables de operación

Tabla 6. Variables de operación

Variable	Símbolo	Dimensiones	Instrumento
Tiempo de reacción	t	min	Cronómetro
Concentración de la solución	CAo	mol/ml	Espectrofotómetro
Concentración final de la reacción	CA	mol/ml	Espectrofotómetro
Temperatura de saturación	T	°C	Termómetro
Presión	P	PSI	Manómetro
pH de la reacción	pH		pH metro

Fuente: Mosquera A; Muñoz V.

3.5. Cálculo de reactivos

Partiendo de un volumen de alimentación de 10L y haciendo uso de la estequiometría de la reacción tenemos:

Volumen y concentración de alimentación de hidróxido de sodio:

$$1000g Na(OH) \frac{1 mol Na(OH)}{40g Na(OH)} = 25 mol Na(OH)$$

$$Concentración = \frac{moles}{volumen} = \frac{25 mol Na(OH)}{7570 ml} = 0,003 mol/ml$$

Volumen y concentración de alimentación de ácido fosfórico:

$$25 mol Na(OH) \times \frac{1 mol H_3PO_4}{3 mol Na(OH)} = 8,33 mol H_3PO_4$$

$$Concentración = \frac{8,33 mol H_3PO_4}{2430 ml} = 0,003 mol/ml$$

3.6. Cálculos de coeficiente cinético K

Una vez realizada la prueba experimental y haciendo uso de la técnica espectrofotométrica obtuvimos la concentración final de fosfato trisódico:

$$C_{ao} = 0$$

$$C_a = 0,0279 mol/ml$$

Y aplicando la ecuación cinética tenemos:

$$(n - 1)kt = C_A^{1-n} - C_{A0}^{1-n}$$

$$(4 - 1)k(30\text{min}) = 0,0279\text{mol/ml}^{1-4} - 0^{1-4}$$

$$k = 4,8353 \times 10^{-7} \text{ ml}^3 / \text{mol}^3 \text{ min}$$

3.7. Cálculo de la velocidad de reacción

$$\gamma_{H_3PO_4} = \frac{\text{moles que reaccionan}}{\text{Volumen} \times \text{tiempo}}$$

$$\gamma_{H_3PO_4} = \frac{0,0279\text{mol/ml}}{30\text{min}}$$

$$\gamma_{H_3PO_4} = 0,00093 \text{ mol/ml min}$$

3.8. Cálculo del porcentaje de rendimiento experimental en el reactor discontinuo

Teórico

$$7,57 \text{ L Na(OH)} \times \frac{3,30 \text{ mol Na(OH)}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ mol Na}_3\text{PO}_4}{3 \text{ mol Na(OH)}} \times \frac{164 \text{ g Na}_3\text{PO}_4}{1 \text{ mol Na}_3\text{PO}_4}$$

$$= 1365 \text{ g Na}_3\text{PO}_4$$

Experimental

902 gramos de Na_3PO_4

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Rendimiento experimental}}{\text{Rendimiento teórico}} \times 100$$

$$\text{Rendimiento} = \frac{902 \text{ g Na}_3\text{PO}_4}{1365 \text{ g Na}_3\text{PO}_4} \times 100$$

$$\text{Rendimiento} = 66,1\%$$

3.9. Cálculo del porcentaje de rendimiento obtenido en el laboratorio a escala

Teórico

$$0,227 \text{ L} \times \frac{6,76 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ mol Na}_3\text{PO}_4}{3 \text{ mol Na(OH)}} \times \frac{164 \text{ kg Na}_3\text{PO}_4}{1 \text{ mol Na}_3\text{PO}_4} = 83,88 \text{ g Na}_3\text{PO}_4$$

Experimental

61,4 gramos de Na_3PO_4

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Rendimiento experimental}}{\text{Rendimiento teórico}} \times 100$$

$$\text{Rendimiento} = \frac{61,4 \text{ g Na}_3\text{PO}_4}{83,88 \text{ g Na}_3\text{PO}_4} \times 100$$

$$\text{Rendimiento} = 73,2\%$$

3.10. Cálculo del porcentaje de error entre experimentación a escala y experimentación

$$Er = \frac{\text{Valor teórico} - \text{Valor experimental}}{\text{Valor teórico}} \times 100$$

$$Er = \frac{73,2 - 66,1}{73,2} \times 100$$

$$Er = 9,69\%$$

3.11. Cálculo de las concentraciones finales de hidróxido de sodio obtenidas por conductimetría.

$$Ca = Ca_0(1-X)$$

$$Ca_1 = 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,0089)$$

$$Ca_1 = 0,0033 \text{ mol/ml}$$

$$Ca_2 = Ca_0(1-X)$$

$$Ca_2 = 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,0635)$$

$$Ca_2 = 0,0031 \text{ mol/ml}$$

$$\begin{aligned}Ca_3 &= C_{ao}(1-X) \\Ca_3 &= 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,1334) \\Ca_3 &= 0,0029 \text{ mol/ml}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}Ca_4 &= C_{ao}(1-X) \\Ca_4 &= 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,3113) \\Ca_4 &= 0,0023 \text{ mol/ml}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}Ca_5 &= C_{ao}(1-X) \\Ca_5 &= 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,4351) \\Ca_5 &= 0,0019 \text{ mol/ml}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}Ca_6 &= C_{ao}(1-X) \\Ca_6 &= 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,6845) \\Ca_6 &= 0,0010 \text{ mol/ml}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}Ca_7 &= C_{ao}(1-X) \\Ca_7 &= 0,0033 \text{ mol/ml}(1-0,8716) \\Ca_7 &= 0,0004 \text{ mol/ml}\end{aligned}$$

3.12. Cálculo del porcentaje de conversión de Hidróxido de Sodio.

$$X_a = 1 - \frac{C_a}{C_{ao}}$$

$$X_a = 1 - \frac{0,0004}{0,0033}$$

$$X_a = 0,87$$

INSTALACIÓN Y OPERATIVIDAD



4. INSTALACIÓN Y OPERATIVIDAD

4.1. Volumen del reactor

En la actualidad, se puede realizar un sinnúmero de estudios cinéticos ya que se dispone de una extensa variedad de reacciones. Una de los parámetros a tomar dentro de nuestro estudio es el volumen de reactivos, puesto que si se selecciona un volumen muy extenso se desperdiciarían reactivos, o por el contrario, si se usara un volumen muy pequeño la cantidad de muestra sería insuficiente.

En vista de que la presente investigación se basa en un modelo de reactor con un tanque ya diseñado, se calculó el volumen con las medidas establecidas:

El volumen del reactor se determinó usando la siguiente fórmula:

$$V = \pi \times r^2 \times h$$

Donde:

V : Volumen del reactor

r : radio del cilindro

h : altura del cilindro

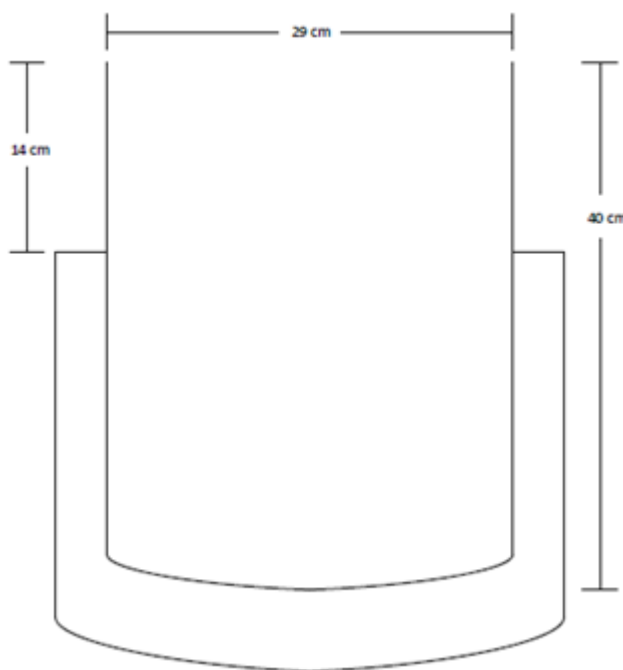


Figura 16: Cuerpo del reactor
Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

$$V = \pi \times (14.5\text{cm})^2 \times 40\text{cm}$$

$$V = 26420.79 \text{ cm}^3$$

4.2. Rediseño de la tapa.

El nuevo diseño de tapa, contiene los siguientes componentes y medidas:

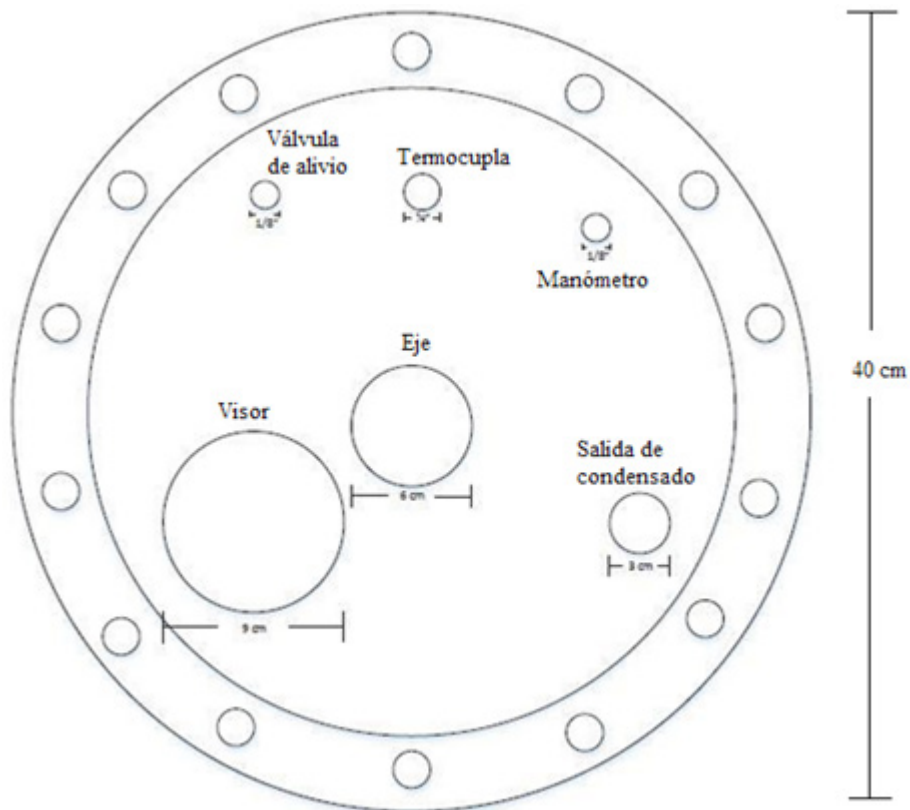


Figura 17: Dimensiones de la tapa del reactor
Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

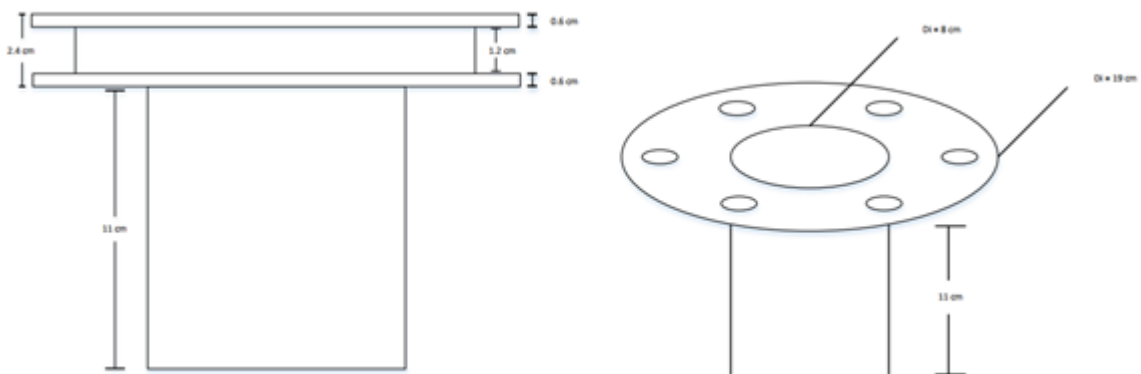


Figura 18: Dimensiones del visor
Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

4.3. Materiales y costos.

Tabla 7. Gastos materiales

MATERIAL	PRECIO \$	CANTIDAD	TOTAL
Control de temperatura digital	85	1	85
Termocupla cabezal tipo J	71	1	71
Breaker (3 polos, 2 polos)	28,25	2	56,5
Contactores	43,40	2	86,8
Pulsadores	7,14	4	28,56
Empaque	25	1	25
Abrazadera metálica	0,24	3	0,72
Caja metálica 30x20x15	19,97	1	19,97
Pintura anticorrosiva industrial	4,60	3	13,80
Tornillos, pernos, abrazaderas	0,44	13	5,72
Brocha sint. Cerda blanca 1/2''	0,93	1	0,93
Brocha sint. Cerda blanca 1.1/2''	1,69	1	1,69
Thinner comercial	4,37	1	4,37
codos, tes, neplo, universales	3,25	20	65
Tapa de acero inox	440	1	440
Tubo s/c ced40 1/2''	14,50	1	14,50
Tubo de nivel y acoples	15	1	15
Manómetro	31,79	1	31,79
Válvula de bola inox 316 3P 1/2''	23,37	2	46,74
Válvula de bola 2p br rosc 1/2''	5,10	2	10,20
Tanques	15	2	30
Bomba	60	1	60
Extras(teflón, silicona, permatex)	20	5	100
		TOTAL	1213,29

Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

4.4. Instalación del reactor y equipos auxiliares

Para el correcto funcionamiento del reactor es necesario realizar la instalación de equipos auxiliares, que serán el complemento para que opere de forma eficiente y segura.

El reactor consta de los siguientes:

4.4.1. Línea de vapor

Para llevar a cabo ciertas reacciones, es necesario el uso de temperatura, por ende, el reactor consta de una serie de tuberías de ½ '' de hierro al carbón, que permiten el paso de vapor desde la caldera hasta la camisa, el mismo que está regulado por una válvula reguladora de

presión, lo que permite un aumento de temperatura dentro del reactor.

4.4.2. Línea de agua de enfriamiento

Así como existen reacciones en caliente, también las hay en frío, por esta razón se instaló un tanque de 200 L, con una tubería $\frac{1}{2}$ " de hierro al carbón conectado a una bomba de agua, que permite la recirculación de agua dentro de la camisa.

Además, esta línea de enfriamiento permite establecer las condiciones necesarias para que se lleve a cabo la operación unitaria de cristalización, que consiste en una concentración y enfriamiento de una solución sobresaturada.

4.4.3. Condensado

Cuando el vapor pasa de estado gaseoso a estado líquido, se denomina condensado. En un proceso de calentamiento, el condensado es el resultado de la energía calorífica que se transfiere al producto, conocida como calor latente.

Según lo descrito, se establece el uso de un condensador o intercambiador de calor en la parte superior de la tapa del reactor, para determinar la cantidad de agua evaporada por unidad de tiempo, y a su vez el uso de una trampa de vapor, para purgar la línea y evitar golpe de ariete.

4.5. Pruebas de operación

Las pruebas experimentales, están compuestas por dos corridas, con una solución de 10 L y un flujo de vapor de 20 PSI, hasta llegar a una temperatura de 105°C aproximadamente durante 1 hora, para concentrar la solución. Una vez terminado este período de tiempo, se deja pasar agua de enfriamiento hasta una temperatura de 35°C y se produzca la cristalización. Estas condiciones de operación son únicamente para la neutralización de hidróxido de sodio y ácido fosfórico, si la reacción a tratar es diferente, debe consultarse sus propiedades físicas y químicas.

4.6. Manual de operación del equipo

Contiene información relevante para el uso del mismo.

4.6.1. Parte del Reactor

Descripción de las partes del reactor (Tabla 9, Figura 9).

Tabla 8. Componentes básicos del reactor.

Panel de control	1	Pantalla de control de temperatura digital
	2	Interruptor para bomba de agua de enfriamiento
	3	Interruptor para motor de agitador
	4	Compuerta de los componentes eléctricos
	5	Cables de los componentes eléctricos de la tapa
	6	Cables de los componentes eléctricos de la bomba
Tapa	7	Termocupla
	8	Válvula de alivio
	9	Manómetro
	10	Motor
	11	Salida de condensado
	12	Eje del motor
Tanque	13	Recipiente interno
	14	Impulsor
	15	Nivel
	16	Camisa de calefacción/enfriamiento
	17	Manómetro
	18	Salida de producto final
	19	Toma de muestra
Otros	20	Trampa de vapor
	21	Llave de paso de vapor
	22	Llave de paso para agua de enfriamiento
	23	Condensador
	24	Válvula reguladora de presión

Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

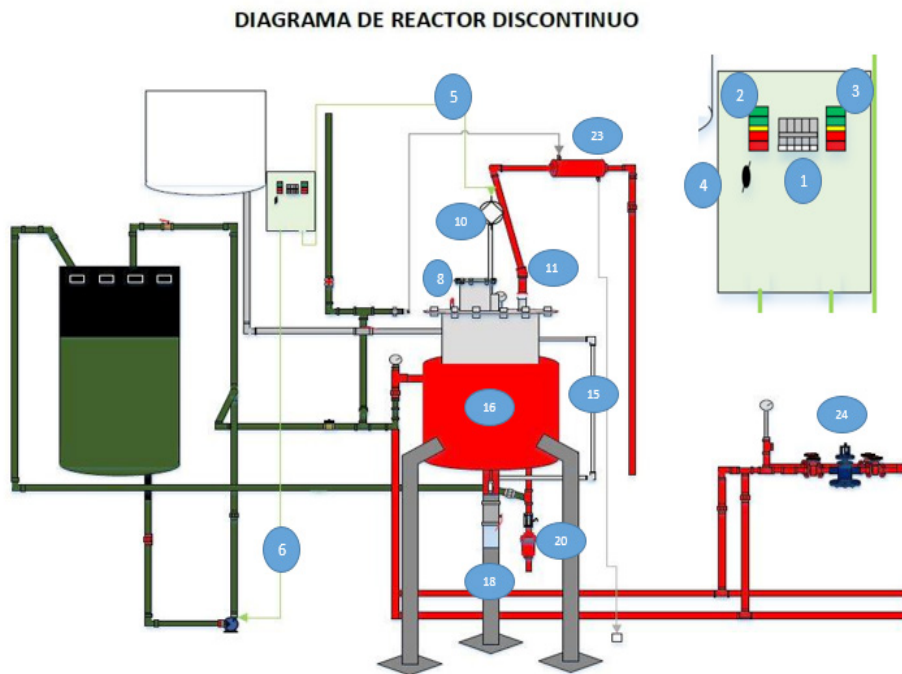


Figura 19: Plano del equipo
Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

4.6.2. Componentes del control de temperatura

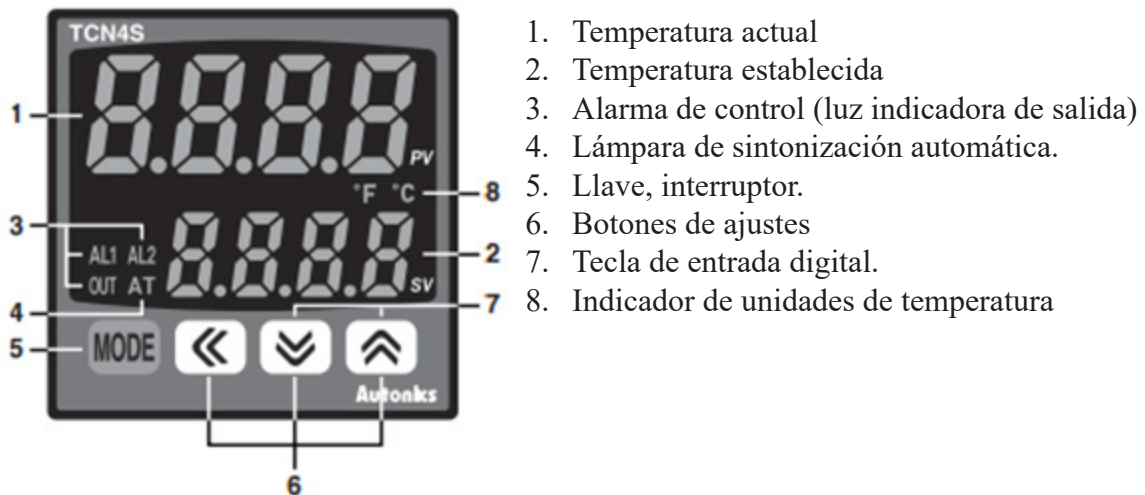


Figura 20: Control de temperatura
Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

4.6.3. Datos técnicos

Tabla 9. Datos técnicos

DATOS TÉCNICOS DE LA BOMBA		DATOS TÉCNICOS DE LA BOMBA	
Marca	CENTURY	Marca	BODYNE ELECTRIC COMPANY
Voltaje	110V	Amp	1,3
Caudal	31 L/min	RPM	1650
Microfaradio	16 UF	Temperatura	50
RPM	3400 r/min	No	210 VG 004
Fuerza	0,37 Kw	HP	1/ 50

Fuente: (Mosquera & Muñoz, 2017)

4.6.4. Puesta en marcha

- Para poner en marcha el reactor verifique que el Breaker de la caja principal este encendido.
- Encienda los Breaker que están dentro del panel de control.
- Una vez realizados esto, el reactor está listo para operar.
- Cargue los reactivos dentro del reactor.
- Accionar la botonera de encendido del agitador.

4.6.5. Paso de vapor

- Verificar que todas las válvulas estén cerradas.
- Regular la presión de vapor a través de la válvula reguladora de presión 25P hasta la cantidad que requiera.
- Estabilizada la presión, abra la llave de paso para que el vapor ingrese a la camisa del reactor y a su vez se abrirá la llave de paso de la trampa de vapor.

Nota: El aumento de la temperatura en el recipiente interno se notará inmediatamente.

4.6.6. Toma de muestra

El reactor se ha provisto en su parte inferior de una llave de paso de ½' que permitirá realizar la toma de muestra, las cantidades de muestra son independientes del análisis de reacción a operar.

4.6.7. Enfriamiento

Una vez finalizado el calentamiento, cese el paso de vapor a la camisa. Abra la llave de paso superior e inferior de la tubería de enfriamiento, para recircular el

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

agua.

Nota: No enfriar con ninguna otra sustancia que no sea agua, puesto que puede corroer la camisa del reactor y agotar su tiempo de vida útil.

4.6.8. Limitaciones

El reactor está construido en su totalidad de acero inoxidable AISI 304, éste es resistente a altas temperaturas y a una gran cantidad de reactivos químicos, sin embargo, existen ciertos reactivos que pueden causar corrosión en el equipo, algunos de estos son ácidos fuertes como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, agua regia o bases fuertes como hidróxido de sodio.

Dichas sustancias se pueden trabajar en el reactor en concentraciones no mayores al 80% y a temperatura ambiente, por el contrario si se trabaja con altas temperaturas se debe reducir la concentración de las mismas.

Así mismo como tiene limitaciones, existe una variedad de sustancias a las que es resistente como son: ácido nítrico, esterres, aldehídos, celulosa, acetatos, bases débiles entre otros.

PRUEBAS EXPERIMENTALES



5. PRUEBAS EXPERIMENTALES

5.1. Datos experimentales.

Tabla 10. Condiciones de operación

Concentración de hidróxido de sodio	0,003 mol/ml
Concentración de ácido fosfórico	0,003 mol/ml
Volumen de alimentación de hidróxido de sodio	7570 ml
Volumen de alimentación de ácido fosfórico	2430 ml
Duración de la prueba	60 min
Temperatura de operación de la reacción	25 °C
Temperatura de producto concentrado	95 °C
Presión de vapor	20 psi

Fuente: Autoría propia.

Para establecer las condiciones de operación, se realizaron pruebas a escala de laboratorio, donde se trabajó con un balón de 250 ml de solución reaccionante a temperatura ambiente para efectuar la formación del producto y en una manta de calefacción a 100°C para evaporar el agua, obteniendo así una temperatura de ebullición de líquido de 105°C y un rendimiento de 73,2 % con un peso de 61,4 gramos de fosfato trisódico formado.

5.2. Resultados y análisis.

A continuación, se presentan los valores obtenidos experimentalmente en forma de tablas y gráficas estadísticas.

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

Tabla 11. Valores de absorbancia obtenidos por espectrofotometría

Tiempo (min)	Absorbancia	Concentración (mol/ml)	velocidad de r (mol/ml min)
0	0,1022	0,0270	0
15	0,1041	0,0275	0,00183128
30	0,1058	0,0279	0,000930593
45	0,1067	0,0282	0,000625673
60	0,1084	0,0286	0,000476731
75	0,11	0,0290	0,000387014

Fuente: Autoría propia.

En la tabla N°11 se observa el aumento de los valores de absorbancia con respecto al tiempo, lo que a su vez, permite calcular los valores de concentración final, partiendo de la constante de absortividad molar obtenida de la curva de calibración para fosfatos y haciendo uso de la ley de Lambert-Beer.

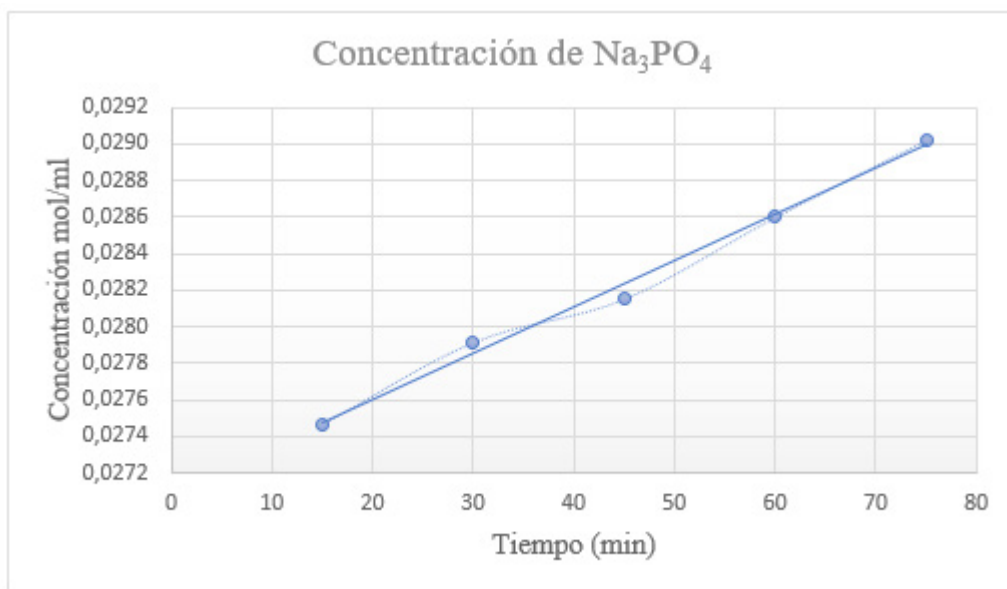


Figura 21: Concentración vs Tiempo de fosfato trisódico
Fuente: Autoría propia.

En la figura N°21 observamos el aumento de la concentración de fosfato trisódico con respecto al tiempo, partiendo de una concentración inicial de 0 y al minuto 30 teniendo una concentración final de 0,0279 mol/ml, con lo cual se calcula la constante cinética de formación de fosfato trisódico de $2,41 \times 10^{-7} \text{ mol}^3/\text{mol}^3 \text{ min}$ a una temperatura de 25 °C y una velocidad de reacción de 0,0009305 mol/ml min.

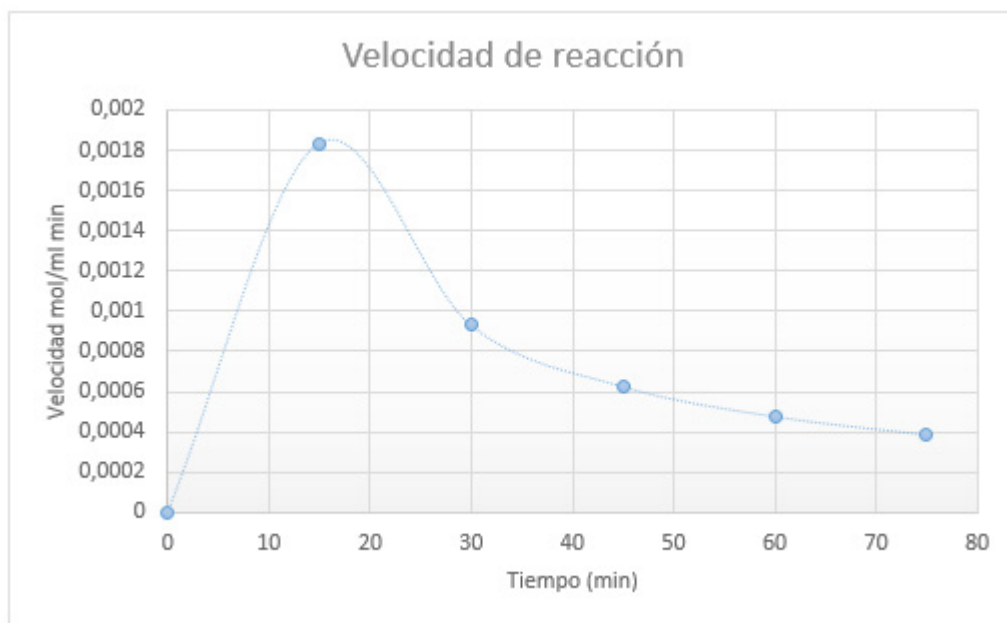


Figura 22: Velocidad de reacción de síntesis de fosfato trisódico
Fuente: Autoría propia.

En la figura N°22 se muestra el incremento de la velocidad con respecto al tiempo, esto se debe a que sus reactivos se consumen para dar paso a la formación del fosfato trisódico, llegando a su velocidad de reacción máxima en el minuto 15 con un valor de 0,0018 mol/ml min. A su vez en el minuto 30 presenta un descenso de aproximadamente la mitad de su velocidad al minuto 15, demostrando que a medida que transcurre el tiempo y se produce el agotamiento de sus reactivos la velocidad de reacción disminuye, indicando el fin de la reacción.

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

Tabla 12. Concentraciones y porcentaje de conversión obtenidos a partir de conductimetría

Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Conductividad (µm/cm)	Concentración Na(OH) (mol/ml)	XA (%)
25	0	8697	0,0033	0,89
30,10	5	8223	0,0031	6,35
33,50	10	7617	0,0029	13,34
33,50	15	6073	0,0023	31,13
35	20	5000	0,0019	43,51
35	25	2837	0,0010	68,45
37,50	30	1213	0,0004	87,16

Fuente: Autoría propia.

La tabla N°12 indica los valores de conductimetría obtenidos de forma experimental en un intervalo de tiempo de 30 min, iniciando con una conductimetría de 8697 µm/cm, misma que mediante el porcentaje de conversión conductimétrico, equivale a una concentración de hidróxido de sodio de 0,0033 mol/ml y un porcentaje de conversión de 0,89%. Así mismo llega al final de su conversión con un 87% y un remante de hidróxido de sodio de 0,0004 mol/ml.

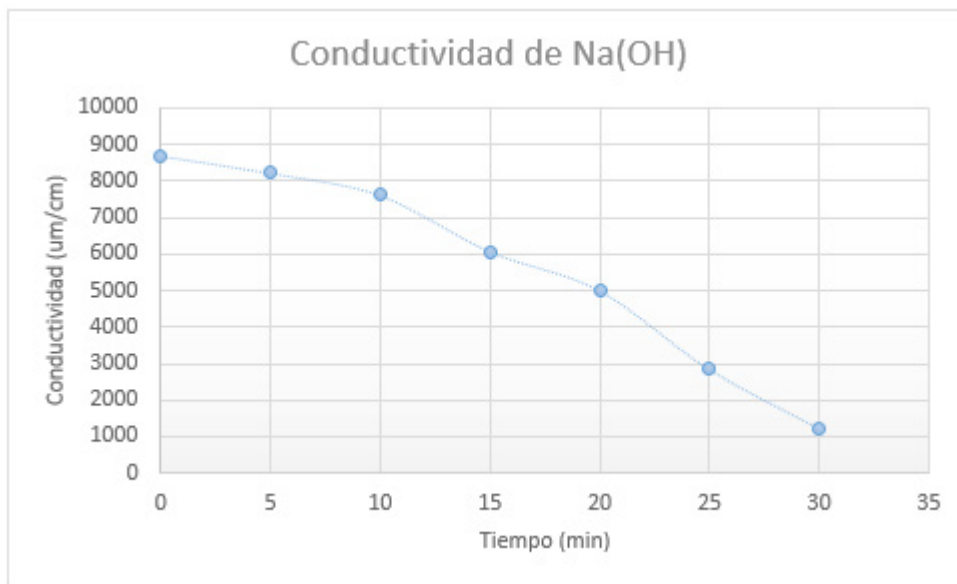


Figura 23: Conductividad vs tiempo de consumo de NaOH

Fuente: Autoría propia.

La figura N°23 es una representación de los valores de conductividad vs tiempo, dichos valores se encuentran en forma decreciente, permitiendo demostrar que a medida que transcurre el tiempo y se consume el compuesto con mayor carga iónica, en este caso el hidróxido de sodio su conductividad disminuye.

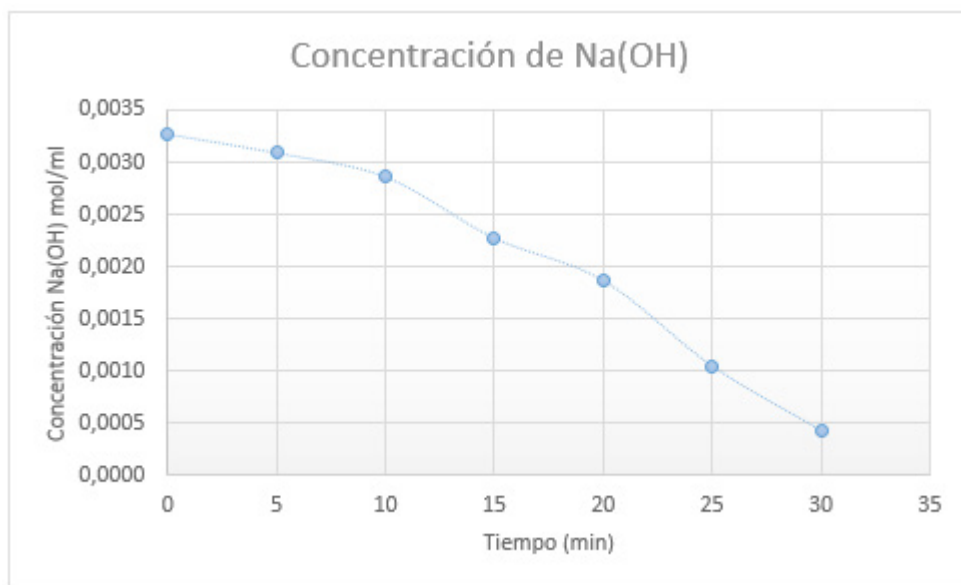


Figura 24: Concentración vs tiempo de consumo de NaOH

Fuente: Autoría propia.

En la figura N° 24 se observa la disminución de la concentración del hidróxido de sodio en un período 30 minutos, alcanzado este tiempo se produce estabilización de su pH en un valor de 10,14, lo que indica un agotamiento de la concentración dentro de la mezcla reaccionante. Una vez obtenidos los valores de concentración a partir de la conductimetría en los distintos intervalos de tiempo, aplicando la ecuación cinética (1) se obtiene un valor de velocidad de desaparición de hidróxido de sodio de $1,41 \times 10^{-5}$ mol/ml min y un porcentaje de conversión del 87%.

REACTOR DIDÁCTICO DISCONTÍNUO

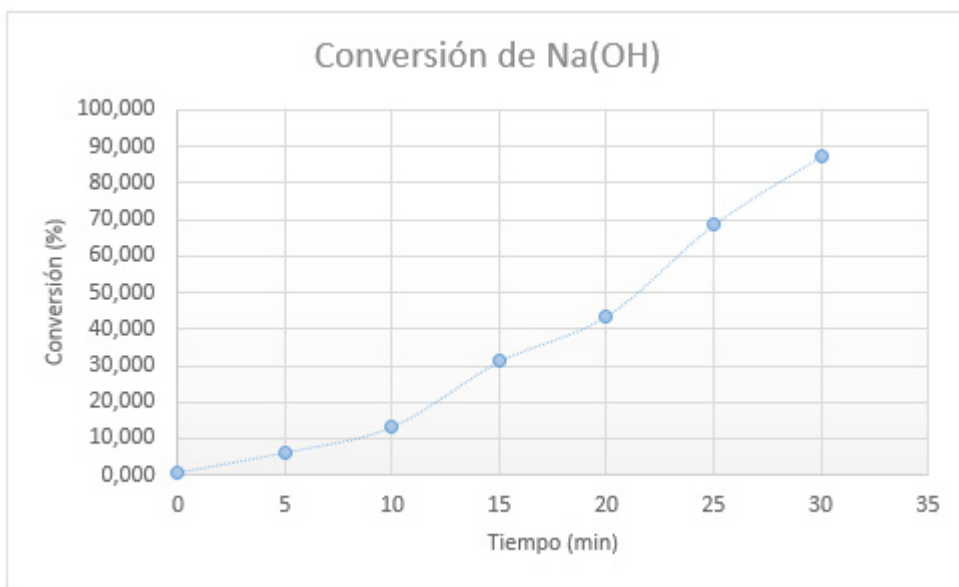


Figura 25: Porcentaje de conversión vs Tiempo
Fuente: Autoría propia.

En la figura N°25 se presenta el porcentaje de conversión, determinado a partir de la conductividad tomada en un período de tiempo de 30 minutos, el mismo que aumenta puesto que el hidróxido de sodio se consume para dar paso a la formación del fosfato trisódico

Tabla 13. Resultados finales obtenidos

25°C	Unidades	Na (OH)			Na3PO4
1 atm		pH	Titulación	Conductimetría	Espectrofotometría
Concentración inicial	mol/ml	0,0033	0,0033	0,0033	0
Concentración final	mol/ml	0,00014	0,0002	0,0004	0,027
Velocidad de reacción	mol/ml min	4,70846E-06	6,66667E-06	1,41192E-05	0,00093
Constante de velocidad	$\frac{ml^3}{mol^3min}$	2,41769E-07			
Conversión	%	87			

Fuente: Autoría propia.

En la tabla N° 13, se presentan los resultados obtenidos de la reacción partiendo de 0,0033 mol/ml de hidróxido de sodio y 0,0033 mol/ml de ácido fosfórico, alcanzando una concentración final de hidróxido de sodio de 0,0004 mol/ml por el método conductimétrico, 0,0002 mol/ml por titulación y 0,00014 mol/ml por pH. De esta manera se comprueba que por cualquiera de los métodos planteados, el agotamiento del hidróxido de sodio alcanza una conversión del 87%, para dar paso a la formación de fosfato trisódico con concentración de 0,027 mol/ml y una velocidad de reacción de 0,00093 mol/ml min.

Se realizó una prueba a escala de laboratorio, que permitió fijar las condiciones de operación para efectuar la reacción y cristalización, en la que se obtuvo un rendimiento del 73,2% que comparado con el rendimiento obtenido en el reactor que fue de 66,1% se calculó un porcentaje de error menor al 10%.

5.2.1. Formación del cristal

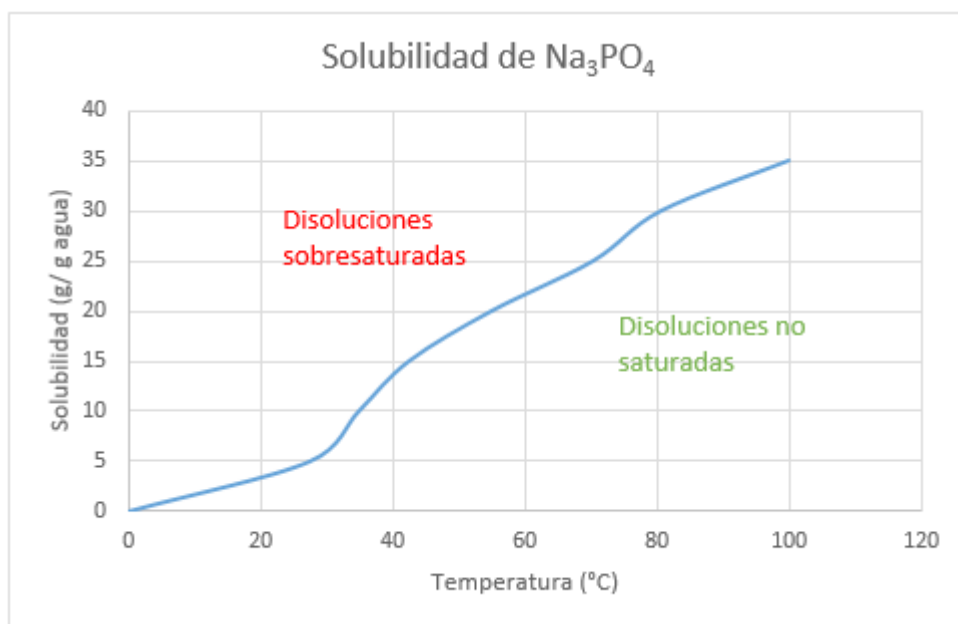


Figura 26: Diagrama de solubilidad de fosfato trisó
Fuente: Autoría propia.

En la figura N° 26 se observa la curva de solubilidad del fosfato trisódico, partiendo con 5 gramos de soluto a temperatura ambiente, una vez disuelto se aumentó la cantidad de soluto en 5 gramos, con los cuales la solución se sobresaturó, lo que requirió un aumento de la temperatura hasta aproximadamente 35 °C, de tal manera que la máxima cantidad de soluto disuelto fue de 35 gramos a 100 °C, una vez llegado a este punto la solución se saturó.

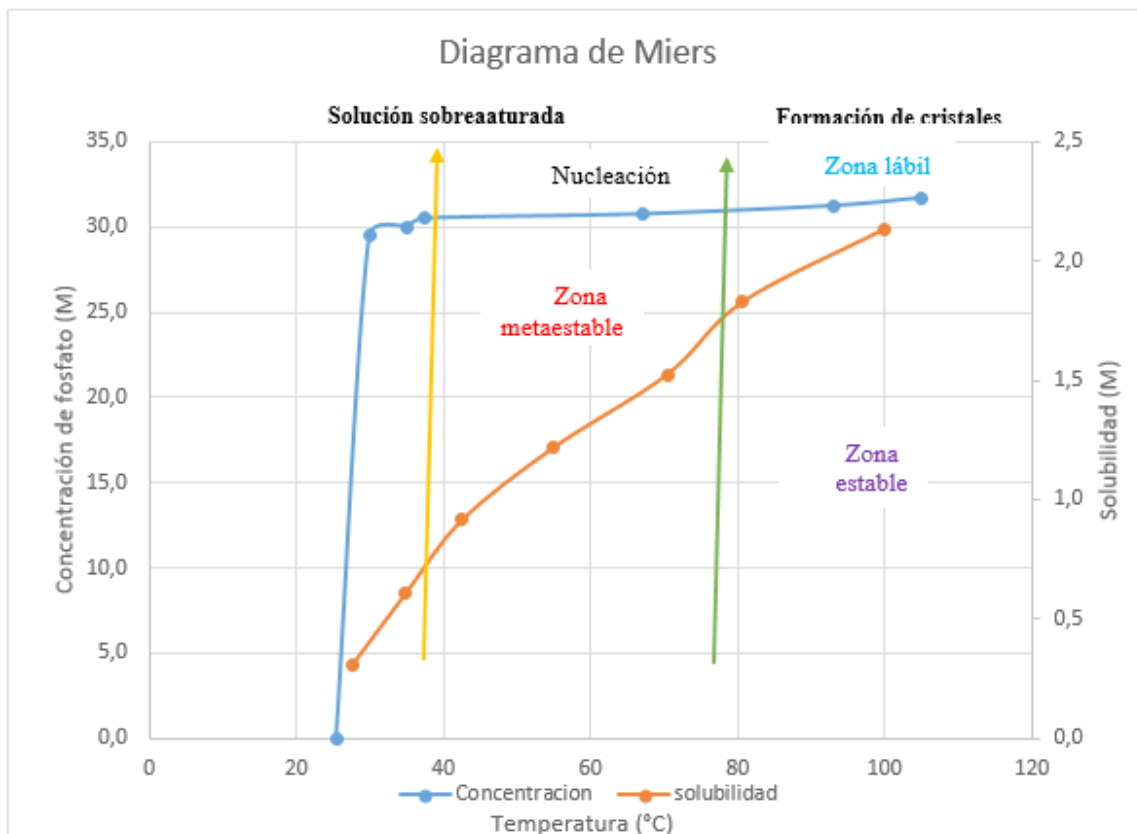


Figura 27: Diagrama de Miers

Fuente: Autoría propia.

En la figura 27 se observa el diagrama de Miers, el cual representa las zonas cristalizables y no cristalizables del fosfato trisódico, partiendo desde la zona estable donde no es posible que se produzca la cristalización hasta una concentración aproximada de 20 M a 80 °C. Entre las curvas de solubilidad y sobresaturación se encuentra la zona metaestable o sobresaturada, donde la cristalización espontánea es improbable entre los 20 y 30 M. por último tenemos la zona lábil donde es probable la cristalización espontánea para concentraciones mayores a 30 M a temperaturas entre los 80 y 110 °C.

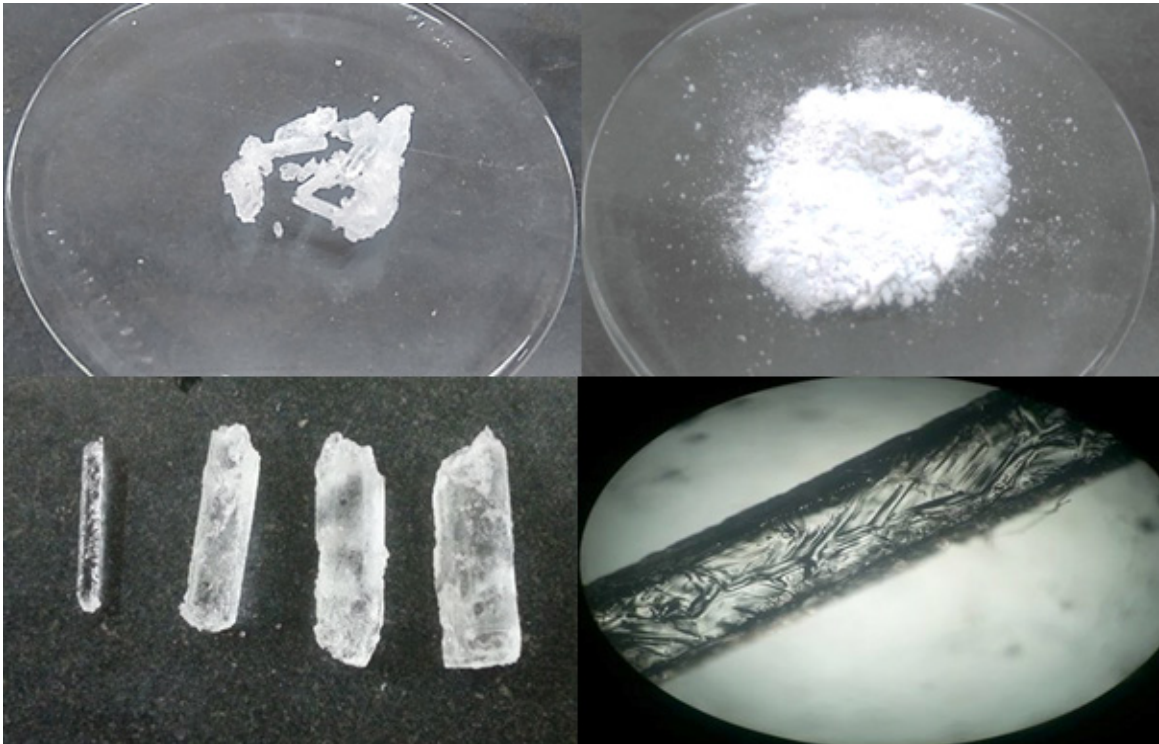


Figura 28: Cristales de fosfato trisódico
Fuente: Autoría propia.

Como resultado de la experimentación se obtuvo un cristal blanco y suave, soluble en agua, con una estructura regular ortorrómbica con un espesor entre 2 y 4 mm y una longitud de hasta 2,5 cm con una humedad del 5%, a partir de una nucleación secundaria de sembrado y una sobresaturación baja.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Brunatti Carlos. (2009). Titulaciones Conductimétricas. Obtenido de <http://materias.fi.uba.ar/6305/download/Titulaciones%20Conductimetricas.pdf>
- Cáñez Maria; Garcia Alejandro. (2011). Conductimetría y titulaciones, ¿cuándo, por qué y para qué? didáctica de la química.
- Carlos Brunatti. (2010). Introducción a la Espectroscopía de Absorción Molecular Ultra-violeta, Visible e Infrarrojo Cercano. Obtenido de [materias.fi.uba.ar: http://materias.fi.uba.ar/6305/download/Espectrofotometria.pdf](http://materias.fi.uba.ar/6305/download/Espectrofotometria.pdf)
- Colloca Cristina. (2010). QUÍMICA GENERAL Y TECNOLÓGICA. En C. Cristina, QUÍMICA GENERAL Y TECNOLÓGICA. UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA NACIONAL.
- Espinoza, A. (2011). Buenas tareas. Recuperado el 2017, de <http://www.buenastareas.com/ensayos/Reactores-Cstr/2392439.html>
- Garcia P. (30 de Agosto de 2010). Blogspot. Obtenido de <http://operacionesunitariaspcga.blogspot.com/2010/08/cristalizacion.html>
- Grau M. (1999). ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE REACTORES DISCONTÍNUOS Y SEMICONTINUOS: MODELIZACIÓN Y COMPROBACIÓN EXPERIMENTAL. CATALUNYA.
- Harris Daniel C. (2001). Análisis Químico Cuantitativo. En H. D. C, Análisis Químico Cuantitativo. México: Reverté, S.A.
- Lainfiesta López D. (2009). DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE UN REACTOR. Tesis, Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala.
- Levenspiel, O. (1975). INGENIERIA DE LAS REACCIONES QUIMICAS. Barcelona: Reverte, S.A.
- Levenspiel, Octave. (2004). Ingeniería de las reacciones químicas. En O. Levenspiel, Ingeniería de las reacciones químicas (pág. 108). México: Limusa S. A. Recuperado el 18 de Marzo de 2017
- Luis M. Idarraga. (15 de octubre de 2010). DISEÑO DE REACTORES. Obtenido de <http://lmidarraga.blogspot.com/2010/10/caracteristicas-de-los-reactores.html>
- McCabe; Smith. (2003). Operaciones básicas de ingeniería química. España: Reverte S.A.
- McGraw-Hill. (2002). OPERACIONES UNITARIAS EN INGENIERIA QUIMICA. En J. C. Warren L. McCabe, OPERACIONES UNITARIAS EN INGENIERIA QUIMICA (págs. 242-243). North Carolina: McGraw-Hill.
- Mosquera, A., & Muñoz, R. (2017). Rediseño y experimentación de un reactor discontinuo didáctico del laboratorio de operaciones unitarias, para la obtención de cristales de fosfato trisódico. Guayaquil: Universidad de Guayaquil.
- Multimet. (s.f.). Obtenido de <http://www.multimet.net/pdf/clasificacionaceros.pdf>
- Núñez J; Udeos T. (2015). Diseño, Construcción y Operación de un Reactor Batch para Saponificar Acetato de Etilo. TESIS, Escuela Superior Politecnica del Litoral, Ciencias Químicas y Ambientales, Guayaquil.
- Perry Robert. (2001). Manual del Ingeniero Químico. En P. Robert. Mc Graw Hill.
- Roberth H. Perry, D. W. (2001). Manual del ingeniero químico. Madrid: Mc Graw Hill.

- Scott, F. H. (2001). Elementos de ingeniería de las reacciones químicas. En F. H. Scott, Elementos de ingeniería de las reacciones químicas (pág. 1). México: Pearson Educación.
- Sepulveda, F. (7 de Enero de 2013). SlideShare. Obtenido de <https://es.slideshare.net/FelipeSepulveda2/cintica-quimica-velocidad-de-reaccin>
- Smith. (1991). Ingeniería de la cinética química. México: Editoria continental.
- Smith J; McCabe W. (2014). CRISTALIZACION. En S. J, & M. W, OPERACIONES UNITARIAS EN INGENIERIA QUIMICA. Cornell: McGraw-Hill.
- steel, C. S. (s.f.). Empresas carbone. Obtenido de <http://www.empresascarbone.com/pdf/ficha-tecnica-del-acero-inoxidable.pdf>

Stefanie Bonilla Bermeo

Ingeniera Química, Magister en Procesamiento y Conservación de Alimentos

Docente titular de la Universidad de Guayaquil, Facultad de Ingeniería Química, Asignaturas Cinética de las Reacciones Químicas e Ingeniería de la Calidad.

Coordinadora de la Maestría de Alimentos de la Facultad de Ingeniería Química.

Carlos Valdiviezo Rogel

Químico Farmacéutico, Magister en Procesamiento y Conservación de Alimentos

Docente- Investigador de la Universidad de Guayaquil, Facultad de Ciencias Químicas.

Asesor en el uso de Sustancias Químicas catalogadas y Plan de Prevención de uso de drogas.

Luis Bonilla Abarca

Ingeniero Químico, Diplomado en Docencia Superior, Magister en Ingeniería Ambiental

Docente Principal de la Universidad de Guayaquil, Facultad de Ingeniería Química, carrera de Ingeniería Química, Asignaturas Operaciones Unitarias y Diseño de Plantas. Coordinador de Gestión Curricular carrera de Ingeniería Química, UG. Asesor Ambiental y en plantas de alcoholes.

Anahí Mosquera Solís

Ingeniera Química.

Ayudante de cátedra de la asignatura Cinética de las Reacciones Químicas, Facultad de Ingeniería Química, Universidad de Guayaquil.

compAs

ISBN: 978-9942-33-006-2

