

T-UES
.1506
M966d
2001
Ej. 2

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
INGENIERIA QUIMICA



**DISEÑO, CONSTRUCCION Y OPERACIÓN DE UN
REACTOR TUBULAR A ESCALA DE LABORATORIO, PARA
SER UTILIZADO EN LOS LABORATORIOS DE LA PLANTA
PILOTO DE LA ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA DE
LA UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.**

PRESENTADO POR

**HAYDEE ESMERALDA MUNGUIA AYALA
EUGENIO ENRIQUE NUÑEZ CALDERON
LUISA ELENA SANCHEZ MURILLO**

15101051

15101051

**PARA OPTAR AL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO**

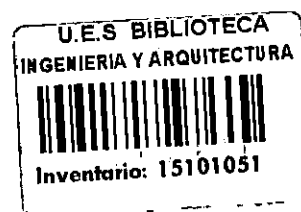


5-4975

CIUDAD UNIVERSITARIA, FEBRERO DEL 2001

Recibido 8/01/2001

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR



RECTORA : DRA. MARIA ISABEL RODRIQUEZ

SECRETARIA GENERAL: LICDA. LIDIA MARGARITA MUÑOZ VELA

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO : ING. ALVARO ANTONIO AGUILAR ORANTES

SECRETARIO : ING. SAÚL ALFONSO GRANADOS

ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA



DIRECTORA


: ING. EUGENIA SALVADORA GAMERO RODRÍGUEZ

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA**

**TRABAJO DE GRADUACIÓN PREVIO A LA OPCIÓN DE :
INGENIERO QUIMICO**

**TÍTULO :
DISEÑO, CONSTRUCCION Y OPERACIÓN DE UN REACTOR
TUBULAR A ESCALA DE LABORATORIO, PARA SER
UTILIZADO EN LOS LABORATORIOS DE LA PLANTA
PILOTO DE LA ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA DE LA
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.**

PRESENTADO POR :

**HAYDEE ESMERALDA MUNGUA AYALA
EUGENIO ENRIQUE NUÑEZ CALDERON
LUISA ELENA SANCHEZ MURILLO**

TRABAJO DE GRADUACIÓN APROBADO POR:

COORDINADORA : ING. TANIA TORRES RIVERA

ASESORA : M.Sc. DELMY DEL CARMEN RICO PEÑA

SAN SALVADOR, FEBRERO DEL 2001

TRABAJO DE GRADUACIÓN APROBADO POR:

COORDINADORA :


ING. TANIA TORRES RIVERA



ASESORA


M.Sc. DELMY DEL CARMEN RICO PEÑA

AGRADECIMIENTOS

Extendemos nuestros más sinceros agradecimientos por la colaboración y apoyo brindado en la realización de este trabajo de graduación a :

- Ing. Tania Torres Rivera
- M.Sc. Delmy del Carmen Rico Peña
- Ing. Cecilia de Flamenco
- Lic. Xochilt de Villatoro
- Sr. Juan Rodolfo Mendoza
- Sr. Oscar Morán
- Sra. Sandra Lorena Recinos

DEDICATORIA

- A Dios y San Juan Bosco : Por sus mil y una bendiciones y por que gracias a su presencia espiritual me ayudaron a sobrellevar los distintos obstáculos que a lo largo de la carrera y la tesis se hicieron presentes
- A mi madre : Rosa Orbelina Avala (QDDG), por brindarme la existencia y se que donde esté celebra conmigo este triunfo.
- A mi padre : Héctor Ramírez, por estar siempre presente en mi vida y ayudarme con su ejemplo, apoyo, amor y consejos a alcanzar la culminación de mi carrera. Le quiero mucho y estoy eternamente agradecida. Para usted dedico este triunfo.
- A mamá Tere : Teresa de Ramírez, que a pesar de nuestra frágil relación , siempre me demostró su apoyo, cariño, fortaleza y espíritu de superación para lograr culminar un triunfo más en mi vida. Siempre estará en mi corazón. Gracias .
- A Rolando Pérez : Por estar presente en mi vida y brindarme su apoyo y amor.
- A mis compañeros de tesis: Luisa Elena Sanchez y Enrique Nuñez.
- A mis compañeros : Oscar Armando Diego, Sandrita Avalos, Zuleyma Lemus, Juan Pérez, Enrique Mendoza y a todos con los que pasé gratos y divertidos momentos.

HAYDEE ESMERALDA MUNGUÍA AYALA

DEDICATORIA

- A Dios : Por darme la oportunidad de culminar mi carrera.
- A mis padres : Mario Enrique Nuñez Cardoza y Marina Calderón, por todo el apoyo que me brindaron
- A mi esposa e hija : Norma Carolina y Vanessa Carolina por su amor, apoyo y comprensión
- A mis hermanos : Wilfredo, Daniel, Juan José, Mario, Javier, Rubidia y Mercedes; por su apoyo.
- A mis tíos y tías : Rosa Elena, Leonor, Lidia, Margoth, Victoria, Oscar, Mario y Antonio por su apoyo.
- A mis primos y primas : En especial a Mary, Rosa Lidia, Deysi Romero y tía Leonor por su apoyo.
- A mis compañeras de tesis : Haydee Esmeralda y Luisa Elena, por su compañerismo.
- A Don Héctor Ramírez y Doña Teresa de Ramírez : por su apoyo y amistad
- A mis Profesores: Ing. Delmy del Carmen Rico Peña
Ing. Tania Torres
Ing. Eugenia Gamero Rodríguez
Ing. Teodoro Ramírez Zelalya
Ing. Horacio Buitrago Mejía
Lic. Xochilt de Villatoro
Lic. Ana Isabel Pereira de Ruiz
Ing. Juan Antonio Mendez Calixto
Lic. Alonso Martínez Maltes
Ing. Anibal Erazo
Ing. Alba Marisela Saravia
Lic. Carlos Roberto Velasquez
Por su gran labor en la transferencia de conocimientos.
- A mis abuelos : Mercedes Cardoza, Eugenio Nuñez, por su apoyo y confianza.
- A todos mis compañeros y compañeras por el tiempo que compartimos.
- Al pueblo Salvadoreño, y FEPADE.

EUGENIO ENRIQUE NUÑEZ

DEDICATORIA

A Dios Todopoderoso: Por todas las bendiciones que me brinda cada día, por iluminarme y permitirme alcanzar esta meta; porque siempre me acompaña y me ayuda a salir adelante en los momentos difíciles.

A la Virgen Santísima: Por escucharme y estar siempre conmigo, guiándome y derramando bendiciones en mi vida.

A mi Padre: Martín Enrique Sánchez; por todo el amor y apoyo que me ha brindado siempre y por toda la confianza que siempre me ha demostrado. Gracias por sus consejos, por ayudarme en el difícil camino de la vida y por ser el mejor papá. Le dedico este triunfo.

A mi Madre: Julia Murillo de Sánchez; porque sus consejos, su amor y comprensión junto con sus sacrificios, me animaron siempre a superar los obstáculos y poder alcanzar este triunfo. Gracias por ser mi mejor amiga y la mejor mamá que Dios me pudo dar. Este triunfo es suyo.

A mis hermanos: Martín; gracias por ser también mi amigo; por escucharme siempre y por tus consejos.
Gilda María y Mariely; por su cariño que siempre me han demostrado.

A mi esposo: Ing. Mario Alberto Menéndez; por todo su amor, comprensión y por su ayuda incondicional que siempre han estado presentes desde que nos conocimos. Gracias mi amor, por brindarme tu apoyo.

A mi hijo: Francisco Antonio; porque con su llegada iluminó mi vida y me llenó de fuerzas y motivación para salir adelante con mi tesis. Te dedico este triunfo hijito.

A mis tíos: Luis Arnulfo y Ana Luisa, por toda la ayuda que me brindaron durante mi carrera. Mil gracias.

A mis compañeros: Haydeé y Enrique, por su ayuda y comprensión que mostraron y que hicieron posible la culminación de este trabajo. Gracias por su paciencia.

A mis familiares: Por su cariño y confianza.

A mis amigos: Por su especial interés y apoyo en la realización de este trabajo.

LUISA ELENA SÁNCHEZ MURILLO

RESUMEN

El estudio que se desarrolla a continuación pretende contribuir a la enseñanza práctica-didáctica de la asignatura: “Ingeniería de las reacciones químicas”, para lo cual se ha realizado el diseño y construcción de un reactor tipo tubular que permitirá tener una noción de su funcionamiento y características particulares de mezclado.

El reactor construido puede ser usado únicamente en fase líquida, su diseño y construcción ha sido realizado con materiales que se encuentran al alcance económico de los estudiantes realizadores del proyecto.

Primeramente se comenzó con una descripción bibliográfica sobre conceptos fundamentales de reactores químicos así como de su diseño (sección 1.0).

Existen muchas reacciones que pueden ser usadas en el reactor tubular, en este estudio se seleccionó la inversión de la sacarosa por ser reactivos que se encuentran al alcance de los estudiantes, la teoría acerca de esta reacción puede encontrarse en el anexo IV.

El reactor construido consta de diferentes sistemas que son descritos en la sección 3.2.1 a la 3.2.5 que permiten el funcionamiento y la realización de la hidrólisis de la sacarosa.

Se realizó un análisis para conocer las condiciones óptimas a las cuales debe operar el reactor a la hora de hacer las prácticas de laboratorio, para lo cual se aplicó un análisis estadístico llamado “Diseño de Superficie Respuesta” cuyos conceptos se describen en la sección 2.2 y cuyos cálculos fueron realizados por el paquete de computación “Statgraphics plus para Windows”.

Habiendo realizado la fase experimental y analizados los resultados, las condiciones de operación que se recomiendan en su utilización son:

°Brix = 25

Normalidad del HCl = 0.05

Temperatura = 80 °C

Longitud del reactor = 275 cm.

La conversión que se obtendrá bajo estas condiciones será aproximadamente de 75 %

Se detallan en el capítulo 5.0 la preparación de las soluciones a utilizar, el proceso a seguir en el funcionamiento del reactor y la manera en que se llevan a cabo las pruebas.

En el capítulo 7.0 se presentan los cálculos de Transferencia de Calor y de transferencia de fluidos característicos del reactor tubular. Se calculan también en la sección 7.3 los parámetros cinéticos que dan la base para el diseño del reactor.

INDICE

Introducción.....	i
1.0 Fundamentos de Cinética Química.....	1
1.1 Clasificación de las reacciones.....	2
1.2 Tipos de reactores de laboratorio.....	4
1.3 Obtención de la velocidad de una reacción química.....	7
1.3.1 Técnicas experimentales para la adquisición de datos cinéticos.....	11
1.3.2 Obtención de datos experimentales en un reactor discontinuo.....	14
1.3.2.1 Reactores a volumen constante.....	14
1.3.3 Generación de la ecuación de velocidad.....	19
1.3.3.1 Método Integral.....	19
1.3.3.2 Método diferencial.....	22
1.3.3.3 Método estadístico.....	24
1.4 Generalidades en el Diseño de Reactores.....	25
1.4.1 Ecuaciones de diseño básicas.....	27
1.4.1.1 Balance de Materia.....	27
1.4.1.2 Balance de Energía.....	29
1.4.2 Parámetros de dimensionamiento.....	30
1.4.2.1 Tiempo Espacial.....	30
1.4.2.2 Velocidad Espacial.....	31
1.4.2.3 Tiempo de Residencia.....	32

1.5 Clasificación de los Reactores.....	34
1.6 Operaciones en Régimen Permanente y Comportamiento Transitorio.....	39
1.6.1 Comportamiento de reactores en general para reacciones homogéneas....	40
2.0 Comportamiento del Reactor Tubular.....	42
2.1 Comportamiento ideal del reactor tubular.....	42
2.1.1 Evaluación del funcionamiento del reactor tubular.....	44
2.1.2 Balance de energía del reactor tubular.....	47
2.2 Análisis de superficie respuesta.....	50
2.2.1 Diseños de superficie respuesta.....	51
2.2.1.1 Estrategia de primer orden.....	54
2.2.1.2 Estrategia de segundo orden.....	56
2.2.2 Diseños experimentales para ajustar superficies de respuesta ...	56
2.2.2.1 Diseños para ajustar el modelo de segundo orden.....	58
3.0 Descripción del reactor tubular a nivel de laboratorio.....	61
3.1 Materiales requeridos para la construcción del reactor tubular	
a nivel de laboratorio	62
3.2 Construcción y adecuación de los diferentes sistemas que componen	
el reactor tubular.....	64
3.2.1 Sistema de Reacción.....	64
3.2.2 Sistema de muestreo.....	66
3.2.3 Sistema de alimentación de reactivos.....	67
3.2.4 Sistema de calentamiento de los reactivos.....	68

3.2.5	Sistema de transferencia de calor para el reactor.....	69
4.0	Optimización del reactor tubular usando como sistema reaccionante	
	la hidrólisis de la sacarosa.....	71
4.1	Desarrollo de la etapa experimental.....	71
4.1.1	Selección del sistema reaccionante.....	72
4.1.2	Variables experimentales que afectan al proceso de reacción.....	73
4.1.3	Descripción de la variable respuesta.....	73
4.1.4	Determinación del grado de hidrólisis de la sacarosa.....	75
5.0	Mecanismo de la experimentación.....	82
5.1	Preparación de las soluciones.....	82
5.2	Preparación del reactor tubular.....	82
5.2.1	Preparación del sistema de calentamiento del reactor.....	83
5.3	Realización de las pruebas.....	84
6.0	Aplicación del análisis de superficie respuesta para definir	
	la operación del reactor tubular.....	86
6.1	Aplicación de la etapa de primer orden.....	86
6.1.1	Diseño y ensayos para la etapa de primer orden.....	86
6.1.2	Análisis de los resultados para la etapa de primer orden.....	89
6.1.3	Método de máxima pendiente.....	97
6.2	Aplicación de la estrategia de segundo orden para la	
	Optimización del funcionamiento del reactor tubular.....	101

6.2.1	Localización del punto estacionario.....	107
6.2.2	Obtención del mejor ajuste que describe el comportamiento de la conversión.....	115
7.0	Análisis de funcionamiento del reactor.....	118
7.1	Operación de transferencia de calor.....	118
7.1.2	Cálculo de las necesidades de transferencia de calor para mantener la operación isotérmica.....	123
7.2	Determinación de las pérdidas hidráulicas.....	125
7.2.1	Determinación de las pérdidas hidráulicas en la coraza.....	125
7.2.2	Pérdida de presión en el reactor tubular	128
7.3	Cálculos de los parámetros cinéticos.....	131
8.0	Instalación y mantenimiento del reactor.....	134
8.1	Manual de Instalación del reactor tubular.....	134
8.2	Manual de mantenimiento del reactor tubular.....	136
	Conclusiones.....	138
	Recomendaciones.....	141
	Referencias.....	142
	Anexos.....	144
	Anexo I, Caracterización matemática de funciones de velocidad de reacciones simples.....	145
	AnexoII, Propiedades de los materiales.....	147
	Anexo III, Teoría general sobre ecuaciones homogéneas catalizadas.....	149

Anexo IV, Hidrólisis de la sacarosa.....	152
Anexo V, Preparación del reactivo de Fehling.....	161
Anexo VI, Guía de laboratorio.....	165
Anexo VII, Tonalidades en la titulación con reactivo Fehling.....	169
Anexo VIII, Tabla de azúcar invertido para 10 ml de solución de Fehling (Método de Lane-Eynon).....	171
Anexo IX, Peso por unidad de volumen y peso de sólidos (°Brix) por unidad de volumen.....	172
Anexo X, Brix, densidad aparente y densidad relativa.....	176
Anexo XI, Transferencia de Calor.....	180
Anexo XII, Cálculo de pérdidas en el sistema de calentamiento del reactor.....	194
Anexo XIII, Densidad del agua.....	211
Anexo XIV, Viscosidad del agua.....	212
Anexo XV, Resistencias debidas a contracciones y expansiones.....	213

INDICE DE CUADROS Y FIGURAS

Cuadro 1.1	Clasificación de las reacciones químicas empleadas en el diseño de reactores.....	3
Cuadro 1.2	Clasificación de las reacciones químicas.....	4
Figura 1.1	Reactor Batch.....	5
Figura 1.2	Reactor Semibatch.....	5
Figura 1.3	Reactor de flujo en tapón.....	6
Figura 1.4	Reactor de tanque agitado con flujo continuo.....	7
Figura 1.5	Análisis gráfico de la hipótesis del modelo.....	21
Figura 1.6	Pasos básicos del método estadístico.....	24
Figura 1.7	Balance de Materia para un elemento de volumen del reactor.....	28
Cuadro 1.3	Clasificación de reactores químicos.....	58
Figura 2.1	Esquematización y nomenclatura utilizada en un reactor de flujo en pistón.....	45
Figura 2.2	Relación entre una característica Y con dos factores.....	52
Figura 2.3	Flujograma de estrategia de primer orden.....	55
Figura 2.4	Estrategia de segundo orden.....	57
Cuadro 2.1	Diseño compuesto central girable ortogonal y uniforme.....	59
Cuadro 2.2	Diseño compuesto central centrado en las caras.....	60
Cuadro 2.3	Diseño Box y Behnken.....	61
Figura 3.1	Sistema de reacción.....	65
Figura 3.2	Sistema de muestreo.....	66

Figura 3.3	Sistema de alimentación de reactivos.....	68
Figura 3.4	Sistema de calentamiento de reactivos.....	69
Figura 3.5	Sistema de transferencia de calor para reactor.....	70
Cuadro 4.1	Descripción de las variables involucradas en el proceso de hidrólisis de la sacarosa.....	73
Cuadro 4.2	Resumen de distintos métodos que pueden ser empleados en el análisis de azúcar.....	77
Cuadro 4.3	Métodos instrumentales en la cuantificación de la sacarosa.....	78
Cuadro 6.1	Codificación de los factores en estudio.....	87
Cuadro 6.2	Resultados obtenidos en la estrategia de primer orden.....	88
Cuadro 6.3	Constantes de contrastes para el diseño 2^4	89
Cuadro 6.4	Cálculo de los efectos principales.....	90
Figura 6.1	Gráfica de probabilidad normal de los efectos.....	91
Figura 6.2	Diagrama de Pareto.....	91
Cuadro 6.5	Análisis de significancia de los parámetros del modelo.....	92
Cuadro 6.6	Análisis de Varianza.....	93
Figura 6.3	Gráfica de efectos principales.....	94
Figura 6.4	Gráfica de tendencia de residuos.....	95
Cuadro 6.7	Experimentos adicionales en la dirección de máximo crecimiento.....	100
Cuadro 6.8	Niveles de los factores y sus codificaciones.....	101
Cuadro 6.9	Codificación de los factores en estudio para la estrategia de segundo orden.....	102
Cuadro 6.10	Resultados obtenidos en la etapa de segundo orden.....	103
Cuadro 6.11	Análisis de superficie respuesta.....	104

Cuadro 6.12	Análisis de Varianza.....	105
Figura 6.6	Gráfico de tendencia de residuos.....	106
Cuadro 6.13	Coefficientes de regresión para el modelo cuadrático.....	108
Figura 6.7	Tendencia de los efectos principales.....	111
Figura 6.8	Diagrama de Pareto.....	112
Cuadro 6.14	Comportamiento de la conversión al incrementar la longitud.....	113
Cuadro 6.15	Comportamiento de la conversión al incrementar la temperatura.....	114
Cuadro 6.16	Comportamiento de la conversión al incrementar la normalidad del HCl.....	114
Cuadro 6.17	Análisis de regresión múltiple para el modelo ajustado.....	115
Cuadro 6.18	Análisis de varianza para el modelo ajustado	116
Figura 7.1	Flujo en contracorriente.....	119
Cuadro 7.1	Ecuaciones para el cálculo de los coeficientes de transferencia de calor.....	120
Cuadro 7.2	Resultados obtenidos en el cálculo de U_o , h_i y h_o	122
Cuadro 7.3	Resultados de coeficientes de transferencia de calor para el reactor tubular.....	122
Figura 7.2	Flujo de agua caliente en la coraza del reactor tubular.....	125
Figura 7.3	Sistema general de calentamiento del reactor tubular.....	127
Cuadro 7.4	Parámetros técnicos del reactor tubular.....	133
Figura 8.1	Esquematación de la instalación del reactor.....	134
Figura 8.2	Sistema de distribución de agua.....	135

INTRODUCCION

La cinética química es la parte de la física-química que estudia la velocidad de las reacciones químicas, los factores que la afectan y el mecanismo por el cual transcurren.

Los datos químicos de velocidad de las diversas reacciones industriales importantes se basan en la investigación experimental de las reacciones químicas específicas. Estas investigaciones experimentales pueden llevarse a cabo en reactores de laboratorio, lo cual va a permitir conocer los costos de un dado proceso a nivel industrial; ya que los datos obtenidos en la experimentación, son la base para la selección del tipo de reactor a utilizar, el tamaño requerido de este así como especificar las condiciones óptimas de funcionamiento (tiempo de reacción, temperatura y presión de operación, concentraciones de los diversos reactivos involucrados en la reacción.

Al comenzar el diseño de un reactor se debe de contar con cierta información, esta información involucra el tipo de reacción (simple o compleja), necesidad de un catalizador, los rangos de temperatura y presión permisibles para la reacción y la capacidad de producción. Debe contarse además con las características físicas y químicas de cada uno de los reactivos, esto permitirá escoger adecuadamente los materiales que se utilizaran en la construcción de un reactor.

Toda investigación experimental requiere de la aplicación de un análisis estadístico que permitan conducir la investigación a niveles más eficientes.

Dentro de las técnicas estadísticas se cuenta con el diseño de superficie respuesta, en esta metodología los factores que influyen de manera más importantes en el proceso se seleccionan de manera muy cuidadosa, se mide la capacidad operativa del proceso y se analizan estos datos para indicar en que forma se deben ajustar los factores para mejorar el resultado.

El presente trabajo de graduación expone los conceptos básicos de la teoría de diseño de reactores químicos, análisis de diseño estadístico (metodología de superficie respuesta) que son la herramienta básica para el diseño y optimización del reactor a nivel de laboratorio.

Este se dividirá en dos apartados fundamentales que son:

Fundamento Teórico que involucra:

- Fundamentos de Cinética química,
- Evaluación de la velocidad de reacción
- fundamentos del diseño de reactores de laboratorio e industrial.
- Teoría del análisis de superficie respuesta.

Fundamentos Técnicos que involucra:

- Selección del sistema reaccionante
- Construcción del equipo y descripción de las diferentes partes que lo conforman.

- Aplicación del análisis de superficie respuesta para los datos generados.
- Análisis de operaciones unitarias.

1.0 FUNDAMENTOS DE CINÉTICA QUÍMICA

Bajo condiciones apropiadas unas sustancias pueden transformarse en otras que constituyen diferentes especies químicas. Si esto ocurre solamente por reordenación o redistribución de los átomos para formar nuevas moléculas, se ha efectuado una reacción química.

La cinética química trata principalmente del estudio de la velocidad, considerando todos los factores que influyen sobre ella y explicando la causa de la magnitud de esa velocidad de reacción. (Levenspiel, 1995)

La velocidad de una reacción química está determinada por factores tales como las condiciones de flujo, los límites de interfase y la presencia de sustancias extrañas, además de otras variables que también influyen sobre el equilibrio, tales como temperatura, presión y cantidades relativas de los participantes. Debido a la complejidad del problema, no existe ninguna teoría ni método de correlación de datos que permitan siquiera predecir el orden de magnitud de una reacción de interés industrial. Por tanto, en cada caso se puede recurrir a la experimentación directa, a veces para todo el intervalo posible de condiciones de operación, aunque frecuentemente pueden efectuarse extrapolaciones sobre bases teóricas.

El estudio de la cinética de reacción tiene los siguientes objetivos:

- i) Establecer el mecanismo químico de la reacción.
- ii) Recopilar los datos cinéticos experimentales.

El cuadro 1.1 muestra la clasificación de las reacciones químicas, de acuerdo con el esquema indicado, con algunos ejemplos de reacciones características de cada tipo. (Levenspiel, 1995)

Cuadro 1.1 Clasificación de las reacciones químicas empleada en el diseño de reactores

	No Catalizadas	Catalizadas
Homogéneas	La mayor parte de las reacciones en fase gaseosa	La mayor parte de las reacciones en fase líquida
	Reacciones rápidas tales como la Combustión de una llama	Reacciones en sistemas coloidales Reacciones con enzimas
Heterogéneas	Combustión del carbón Tostación de minerales Ataque de sólidos por ácidos Absorción gas-líquido con reacción Reducción de minerales de hierro a hierro y acero	Síntesis del amoníaco Oxidación del amoníaco para dar ácido nítrico Cracking del petróleo Oxidación de SO ₂ a SO ₃

(Levenspiel, 1995).

También existen otras clasificaciones, que no se excluyen mutuamente. Así, una reacción puede ser irreversible de segundo orden y efectuarse en condiciones adiabáticas, y a presión aproximadamente constante en un reactor de flujo cargado con un sólido catalítico en forma de partículas. Desde el punto de vista técnico, las diferencias fundamentales son las que existen entre reacciones homogéneas y heterogéneas, y entre las discontinuas y las de sistema fluyente; estos tipos son los que más influyen en la elección de los aparatos y condiciones de operación, así como en los métodos de diseño. (Walas, 1965)

En el cuadro 1.2 se presentan otras clasificaciones de las reacciones químicas.

Cuadro 1.2. Clasificación de Reacciones Químicas

Clasificación	Tipo
Según el mecanismo	Irreversibles Reversibles Simultáneas Consecutivas
Según la molecularidad	Unimoleculares Bimoleculares
Respecto al orden	Orden entero, tal como primero, segundo, etc. Orden fraccionario o cero
Respecto a las condiciones de operación	Isotérmicas a volumen constante Isotérmicas a presión constante Adiabáticas No adiabáticas y no isotérmicas (programadas o Termorreguladas).
Por los tipos de aparatos	Tanque o batería de tanques con agitación. Reactor simple o múltiple. Reactor relleno de partículas sólidas, inertes o catalíticas : Lecho fijo, Lecho móvil, Lecho fluidificado: fase densa o fase diluida.

(Walas, 1965).

1.2 TIPOS DE REACTORES DE LABORATORIO

Los tipos generales de aparatos usados para obtener datos de material cinético merecen atención a este punto, como también la terminología para describir la extensión de reacción y la eficiencia del producto que se está generando.

Las reacciones de laboratorio que se estudian son conducidas en tres diseños generales:

1. Operación batch.

Este es un sistema cerrado y el progreso de la reacción es monitoreado como una función del tiempo t .

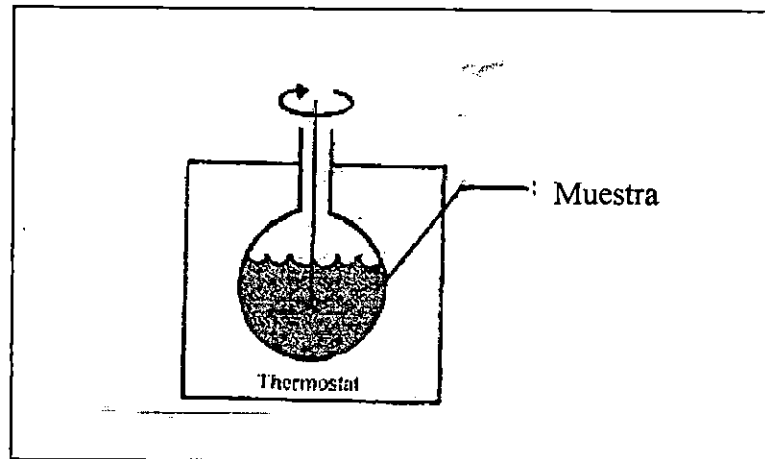


Fig 1.1 Reactor batch

2. Operación semibatch

En uno de los casos un reactante es cargado y los co-reactantes son agregados durante el curso de la reacción. Otro tipo es similar al de operación batch, excepto que uno o más de los productos se extrae en forma continua.

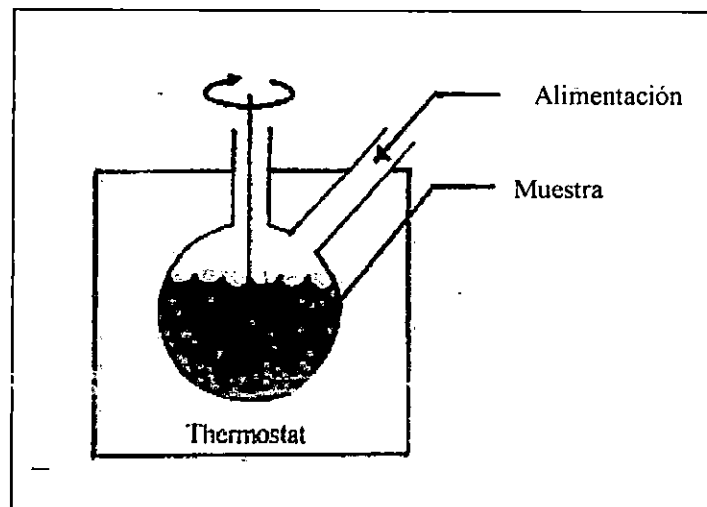


Fig. 1.2 Reactor semibatch

3. Operación de flujo continuo

En contraste a la operación batch y semibatch, los reactores de flujo continuo pueden ser operados en estado estable, por ejemplo, la composición del efluente permanece fija con el tiempo si la velocidad de flujo, temperatura y la composición de la alimentación permanece invariable.

El progreso de la reacción es seguida como una función del tiempo de residencia en el reactor en lugar del tiempo real.

Este tiempo de residencia (volumen del reactor dividido por la velocidad de alimentación volumétrica) puede asumir gran importancia dependiendo del diseño del reactor de flujo. Sin embargo, dos situaciones limitantes pueden ser citadas a continuación.

a) Reactor de flujo en tapón .

Todos los elementos de volumen tienen el mismo tiempo de residencia (V/q) y las concentraciones varían sólo a lo largo de la longitud del reactor tubular.

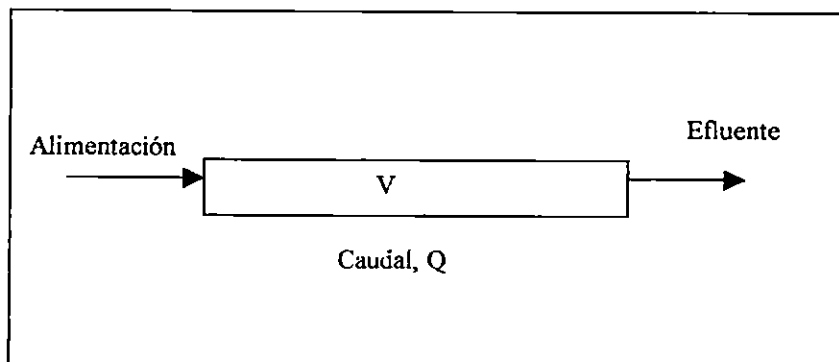


Fig.1.3 Reactor de flujo en tapón

b) Reactor de tanque agitado con flujo continuo.

Debido a la vigorosa agitación, el contenido del reactor está bien mezclado, así la composición del efluente es igual que en el tanque.

Como el efluente y el contenido del tanque agitado están de composición uniforme, el progreso de la reacción es monitoreado por observación de la composición de salida vrs. el tiempo de residencia promedio del funcionamiento en el estado estable.

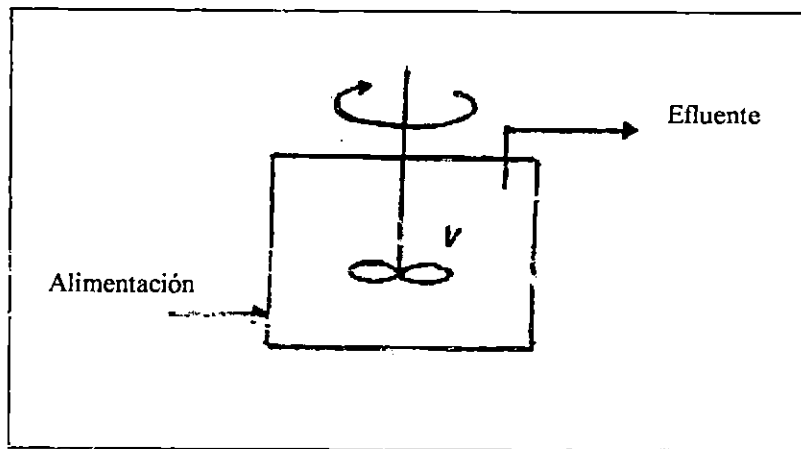


Fig. 1.4 Reactor de tanque agitado con flujo continuo

1.3 OBTENCION DE LA VELOCIDAD DE UNA REACCION QUIMICA.

La reacción química origina una nueva distribución de los átomos que constituyen las moléculas. La velocidad depende, por lo tanto, de la naturaleza de las sustancias participantes y de las condiciones de operación (Walas, 1965). La velocidad de reacción es afectada por muchos factores como son: la temperatura, la presión, la presencia de catalizadores, etc.

Pero ¿Qué es la velocidad de reacción?. La respuesta a la pregunta anterior partirá de una serie de definiciones de velocidad de reacción relacionadas entre sí, empleando magnitudes intensivas mejor que extensivas y seleccionando un componente i para definir la velocidad en función de este componente. Si la velocidad de cambio en el número de moles de ese componente debido a la reacción es dN_i/dt , entonces la velocidad de reacción en sus diferentes formas se define de los modos siguientes:

- Basada en la unidad de volumen del fluido reactante en sistemas homogéneos.

$$r_i = \frac{1}{V} \frac{dN_i}{dt} = \frac{\text{moles de } i \text{ formados}}{(\text{volumen de fluido})(\text{tiempo})} \quad (1.1)$$

- Basada en la unidad de masa de sólido en los sistemas sólido-fluido:

$$r_i = \frac{1}{W} \frac{dN_i}{dt} = \frac{\text{moles de } i \text{ formados}}{(\text{masa de sólido})(\text{tiempo})} \quad (1.2)$$

- Basada en la unidad de superficie de interfase en los sistemas de dos fluidos, o basada en la unidad de superficie de sólidos en los sistemas gas-sólido:

$$r_i = \frac{1}{S} \frac{dN_i}{dt} = \frac{\text{moles de } i \text{ formados}}{(\text{superficie})(\text{tiempo})} \quad (1.3)$$

- Basada en la unidad de volumen de sólido en los sistemas gas-sólido:

$$r_i''' = \frac{1}{V_s} \frac{dN_i}{dt} = \frac{\text{moles de } i \text{ formados}}{(\text{volumen de sólido de reactor})(\text{tiempo})} \quad (1.4)$$

- Basada en la unidad de volumen del reactor, si es diferente de la velocidad basada en la unidad de volumen de fluido:

$$r_i''' = \frac{1}{V_r} \frac{dN_i}{dt} = \frac{\text{moles de } i \text{ formados}}{(\text{volumen de reactor})(\text{tiempo})} \quad (1.5)$$

En los sistemas homogéneos el volumen del fluido en el reactor es casi siempre idéntico al volumen del reactor, y en estos casos no hay distinción entre V y V_r , empleándose indistintamente las ecuaciones 1.1 y 1.5. En los sistemas heterogéneos resultan aplicables todas las definiciones anteriores de la velocidad de reacción y la elección de la forma de la ecuación cinética empleada en cada caso particular es cuestión de conveniencia.

La velocidad de reacción en general es función del estado del sistema, es decir:

$$r_i = f(\text{estado del sistema}) \quad (1.6)$$

La forma de esta relación funcional es independiente de la definición de la velocidad de reacción. Solamente cambia el coeficiente de proporcionalidad y sus dimensiones, según la definición de la velocidad de reacción (Levenspiel, 1995).

En las reacciones homogéneas todas las sustancias reaccionantes se encuentran en una sola fase: gaseosa, líquida o sólida. Por otra parte, si la reacción está catalizada, el catalizador también ha de estar presente en la misma fase. Aunque la velocidad de reacción puede definirse de diversas formas, en los sistemas homogéneos se emplea casi exclusivamente la medida intensiva basada en la unidad de volumen de fluido reaccionante. De este modo, la velocidad de reacción con respecto a un componente cualquiera A se define como:

$$-r_A = \frac{1}{V} \left(\frac{dN_A}{dt} \right) \quad (1.7)$$

De acuerdo con esta definición, la velocidad será positiva si A aparece como producto, mientras que será negativa si A es un reactante que se está consumiendo; es decir, $-r_A$ es la velocidad de desaparición del reactante (Levenspiel, 1995).

Aunque casi siempre se utilizan unidades molares para medir las cantidades convertidas del componente que se sigue, N_A , también se aceptan las unidades de masa. Otras variables relacionadas con la concentración se emplean también para definir la velocidad; por ejemplo la radiactividad, alguna propiedad óptica y la presión (Perry, 1995).

Se puede escribir una expresión general de velocidad para el componente i, como sigue:

$$r_i = f(C, T, P, m)$$

En este caso, C representa las concentraciones de los componentes, T es la temperatura, P la presión total y m incluye otros parámetros que no sean C, T y P que ya se tomaron en consideración, sobre todo en reacciones heterogéneas (por ejemplo: patrones de

transferencia de masa; a decir, características de difusión de las fases fluidas. Factores dinámicos de fluido; dentro de lo cual se puede citar: velocidad másica, grado de turbulencia).

En lo que respecta a las concentraciones de los componentes de la reacción A,B,C,...,E, un modelo de velocidad representativo de reacción homogénea irreversible es:

$$-r_a = kC_A^a C_B^b C_C^c \dots C_N^n \quad (1.8)$$

La constante de proporcionalidad k de la ecuación (1.8) se denomina velocidad específica de la reacción, o simplemente, coeficiente cinético. El valor de k depende enormemente de la temperatura. La presión y la presencia de catalizadores afectan también a k . Las unidades y el valor de k varían en función del componente específico al que se refiere dicha constante, el orden de la reacción y las unidades de C .

El orden de la reacción es la suma de los exponentes de la ecuación (1.8) determinados empíricamente, y no necesariamente son números enteros (Perry, 1995).

1.3.1 Técnicas experimentales para la adquisición de datos cinéticos

Para poder diseñar un reactor a escala comercial o bien corregir de alguna forma aspectos de diseño del mismo, el Ingeniero Químico necesita de una ecuación cinética que describa los valores de velocidad del sistema reaccionante determinado, la forma de una determinada ecuación cinética, partirá siempre de información experimental (Levenspiel, 1995).

Para obtener esta información experimental habrá que seleccionar los métodos y equipos experimentales adecuados, los cuales deben estar en armonía con los costos y el factor tiempo.

Son dos áreas a considerar en esta selección: La primera se relaciona con El Método y Equipo (reactor) para realizar las reacciones, y la segunda con la técnica y método de monitorear el progreso de las reacciones.

El método utilizado en la adquisición de datos cinéticos determina por lo general el tipo de reactor experimental. Los métodos utilizados con frecuencia en la generación de la base de datos de diseño se pueden dividir en dos tipos que se describen a continuación:

1. **Método empírico con el reactor a escala reducida:** Para recopilar datos cinéticos se utiliza un reactor experimental que es del mismo tipo al utilizado en la planta a gran escala, pero con base a experimentos en los que se simulan las condiciones del proceso de la planta a diseñar. En este método se recalca el desarrollo de expresiones de velocidad que pueden utilizarse para diseñar el sistema de reactor a escala total, mediante la técnica de escalamiento. Las ecuaciones de velocidad así obtenidas pueden describirse en términos de las variables de proceso (es decir, temperatura, presión, composición de la mezcla de reactivos alimentados, etc.), así como los parámetros relacionados con los procesos físicos de velocidad (como el coeficiente de transferencia de masa), con el orden de la reacción y las constantes de velocidad determinadas empíricamente. No permite este método la extrapolación más allá de las condiciones de prueba.

2. **Método Empírico Estadístico:** En este método se desarrollan ecuaciones empíricas para el sistema de reacción, con base al análisis estadístico de los datos, obtenidos a partir de experimentos diseñados estadísticamente. En este método al igual que el anterior, también utiliza el reactor a escala reducida. En el experimento se imponen un número limitado de variables de proceso, con niveles seleccionados de variación, para generar datos suficientes, para el desarrollo de expresiones de velocidad estadísticamente significativas que pueden expresar las velocidades de reacción y los rendimientos de los productos en términos de estas variables.

La selección de técnicas y métodos para monitorear el progreso de las reacciones es tan importante como la selección del tipo de reactor.

La extensión de la reacción puede seguirse por varios caminos:

- a) Siguiendo la marcha de la concentración de un determinado componente con el tiempo.
- b) Siguiendo la variación de alguna propiedad física del fluido.
- c) Siguiendo la variación de la presión total del sistema a volumen constante.
- d) Siguiendo la variación del volumen del sistema a presión constante.

La técnica de monitoreo a seleccionar depende de los factores siguientes:

- a) Compatibilidad con el reactor.
- b) Requerimientos de la cantidad de muestra.
- c) Complejidad.
- d) Precisión.
- e) Tiempo requerido por análisis.

La selección de cualquier método debe basarse en los criterios siguientes:

- ✓ El método elegido no debe afectar al proceso cinético.
- ✓ Las medidas deben ser representativas del sistema en el momento en que son hechas.
- ✓ El método debe proveer una verdadera medida de la extensión de la reacción.

(guión de clases, Ingeniería de las reacciones químicas).

1.3.2 Obtención de datos experimentales en un reactor discontinuo.

Los datos cinéticos que indican la extensión de la reacción a temperatura constante se derivan siguiendo la variación de la concentración de un componente específico en función del tiempo (reactor discontinuo) o en función de la ubicación (reactor de flujo). Las propiedades físicas y otras variables que guardan cierta relación con el desarrollo de la reacción también se pueden utilizar.

El análisis de datos en un reactor discontinuo varía, dependiendo si estos se han obtenido en condiciones de volumen constante o de volumen variable.

1.3.2.1 Reactor a volumen constante.

En un sistema de reacción homogéneo a volumen constante, la cuantificación de la velocidad de reacción vendrá dada por:

$$r = \frac{1}{v_i} \frac{1}{V} \frac{dn_i}{dt} = \frac{1}{v_i} \frac{d^{ni}/V}{dt} \quad (1.9)$$

$$r = \frac{1}{\nu_i} \frac{dC_i}{dt} \quad (1.10)$$

Si el sistema es una mezcla de gases ideales: $C_i = \frac{P_i}{RT}$, por lo tanto:

$$r_i = \frac{1}{\nu_i} \frac{1}{RT} \frac{dP_i}{dt} \quad (1.11)$$

Para reacciones gaseosas en las que hay variación en el número de moles, la presión o la concentración de un componente i puede rastrearse siguiendo la variación de la presión total del sistema, para lo cual se necesita conocer las condiciones iniciales del sistema y la estequiometría de la reacción. De esta forma la concentración de un componente gaseoso i vendrá dada por:

$$C_i = \frac{N_{i0}}{V} + \frac{\nu_i}{\Delta n} \frac{N - N_0}{V} \quad (1.12)$$

donde N_{i0} = al número de moles iniciales de i ; N = número de moles totales en un tiempo t después de iniciado el proceso, N_0 = número al inicio; $\Delta n = \sum_i^n \nu_i$; coeficiente estequiométrico de la especie i . Análogamente, puede escribirse:

$$P_i = P_{i0} + \frac{\nu_i}{\Delta n} (\pi - \pi_0) \quad (1.13)$$

Donde: P_{i0} = presión inicial de i ; π = presión total del sistema a un tiempo t ; π_0 = presión total del sistema al inicio (Guión de clases, Ingeniería de las reacciones químicas, 1998).

Cuando se hace uso de propiedades físicas como la presión total, la absorbancia, rotación óptica y la conductividad eléctrica de soluciones diluidas, estas se pueden relacionar de forma simple con el grado de extensión molar por unidad de volumen. Estas propiedades físicas utilizadas son una función aditiva de las contribuciones de cada especie, estas contribuciones vienen siendo una función lineal de concentración.

Si se considera una especie química δ que es el resultado de la contribución de las diversas especies de la mezcla reaccionante:

$$\delta = \sum_i \delta_i$$

donde δ es la medición experimental y δ_i la contribución de la i -ésima especie. De acuerdo a lo dicho anteriormente es necesario que la contribución de cada especie sea una función lineal de su concentración, de tal forma que:

$$\delta_i = g_i + h_i C_i \quad (1.14)$$

Donde g_i y h_i son constantes características de la especie i . Las constantes g_i son normalmente cero.

Si se considera la siguiente reacción general

$$v_A A + v_B B + v_Z Z = 0$$

Las concentraciones de las diversas especies en el tiempo pueden ser expresadas en términos del grado de extensión por unidad de volumen ε^*

$$C_i = C_{i0} + v_i \varepsilon^* \quad (1.15)$$

La variable experimental puede ser descrita como:

$$\delta = \delta_M + \delta_A + \delta_B + \delta_Z \quad (1.16)$$

Donde δ_M incluye la contribución del solvente o medio en el que se realiza la reacción, así como también las contribuciones de cualquier especie inerte. Combinando las ecuaciones (1.14) y (1.16).

$$\delta = \delta_M + g_A + h_A C_A + g_B + h_B C_B + g_Z + h_Z C_Z$$

Si el valor de la propiedad inicial es denotada por δ_0

$$\delta_0 = \delta_M + g_A + h_A C_{A0} + g_B + h_B C_{B0} + g_Z + h_Z C_{Z0}$$

El cambio en el valor de la propiedad entre el tiempo cero y el tiempo t es dada por:

$$\delta - \delta_0 = h_A(C_A - C_{A0}) + h_B(C_B - C_{B0}) + h_Z(C_Z - C_{Z0})$$

ó

$$\delta - \delta_0 = h_A v_A \varepsilon^* + h_B v_B \varepsilon^* + h_Z v_Z \varepsilon^* \quad (1.17)$$

La ecuación 1.17 indica que el cambio en δ es directamente proporcional al grado de extensión por unidad de volumen ε^* . Similarmente, el cambio entre el tiempo cero e infinito es dado por:

$$\delta_\infty - \delta_0 = \varepsilon_\infty^* \sum_i h_i v_i$$

La razón entre el grado de extensión a tiempo t a infinito viene dado por:

$$\frac{\varepsilon^*}{\varepsilon_\infty^*} = \frac{\delta - \delta_0}{\delta_\infty - \delta_0} \quad (1.18)$$

La ecuación 1.18 es una relación extremadamente útil que es aplicable a un gran número de propiedades. El valor de ε_∞^* puede determinarse fácilmente a partir de la constante de equilibrio para la reacción, si la reacción es reversible. Si la reacción es irreversible ε_∞^* puede determinarse a partir de la ecuación del reactivo limitante.

$$\varepsilon_\infty^* = -\frac{C_{lim.o}}{v_{lim}}$$

Las concentraciones de las diversas especies presentes en la mezcla reaccionante pueden determinarse combinando las ecuaciones 1.18 y 1.15

$$C_i = C_{i0} + \delta_i \varepsilon_\infty^* \left(\frac{\delta - \delta_0}{\delta_\infty - \delta_0} \right)$$

Estas concentraciones pueden usarse con los métodos integrales y diferenciales para la prueba del orden de reacción y de k

1.3.3 Generación de la ecuación de velocidad .

Las expresiones de velocidad se pueden derivar a partir de datos cinéticos experimentales a través de los siguientes métodos:

- a) Método Integral
- b) Método Diferencial
- c) Método Estadístico.

Cuando el mecanismo de una reacción parece ser simple, las ecuaciones de velocidad se generan a partir del método integral o bien del método diferencial. Para reacciones con mecanismos complejos son más aplicables los métodos diferencial y estadístico.

1.3.3.1 Método integral

Los métodos integrales de análisis de datos principian con la suposición de un modelo de velocidad simple, (de la índole de los que aparecen en el anexo I) y se basan en la integración de estas expresiones de velocidad.

El procedimiento general para la aplicación del método integral para cualquier modelo seleccionado es el siguiente:

1) Establecer como hipótesis una forma matemática de la ecuación de velocidad.

Volumen constante : $r = k\phi C_i(\delta P_i, x_i, etc)$; Volumen variable: $r = k\phi x_i$

2) Separar variables dependientes de la composición y el tiempo

Volumen Constante

$$\frac{1}{v} \frac{dC_i}{dt} = k\phi C_i \quad (1.19)$$

$$\frac{1}{v} \frac{dC_i}{\phi C_i} = k dt \quad (1.20)$$

Volumen Variable:

$$\frac{C_{i0}}{1 + \epsilon x_i} * \frac{1}{v} \frac{dx_i}{dt} = k\phi x_i \quad (1.21)$$

$$\left(\frac{C_{i0}}{1 + \epsilon x_i} \right) \left(\frac{1}{v\phi x_i} \right) dx_i = k dt \quad (1.22)$$

3) Integrar la expresión

$$kt = \int_{\text{valor inicial}}^{\text{valor final}} d(\text{variable de progreso}) / \phi(C_i, x_i, P_i, etc) \quad (1.23)$$

$$kt = \psi(C_i, P_i, x_i, etc)$$

4) Comprobar el modelo: Hay dos maneras de utilizar la ecuación integrada para comprobar el modelo propuesto

- La primera de ellas consiste en calcular los valores de k a los valores experimentales de C_i y t . La constancia de los valores de k calculados de esta forma confirmará que el modelo supuesto es correcto. Lo contrario indica un modelo de reacción diferente (forma no muy recomendada actualmente).
- Otra posibilidad es la regresión lineal sobre los valores de t como variables independientes y $\psi(C_i, P_i, x_i, etc)$ como variable dependiente. Si el ajuste de los datos a una línea recta es aproximado implicará que el modelo supuesto es correcto. Si el ajuste a una línea recta no es bueno, puede hacerse la siguiente interpretación gráfica, para seleccionar un nueva hipótesis de ecuación de velocidad (Guión de clases de ingeniería de las reacciones químicas, 1998).

La selección de un nuevo modelo, puede basarse en el siguiente análisis gráfico: ver figura 1.5

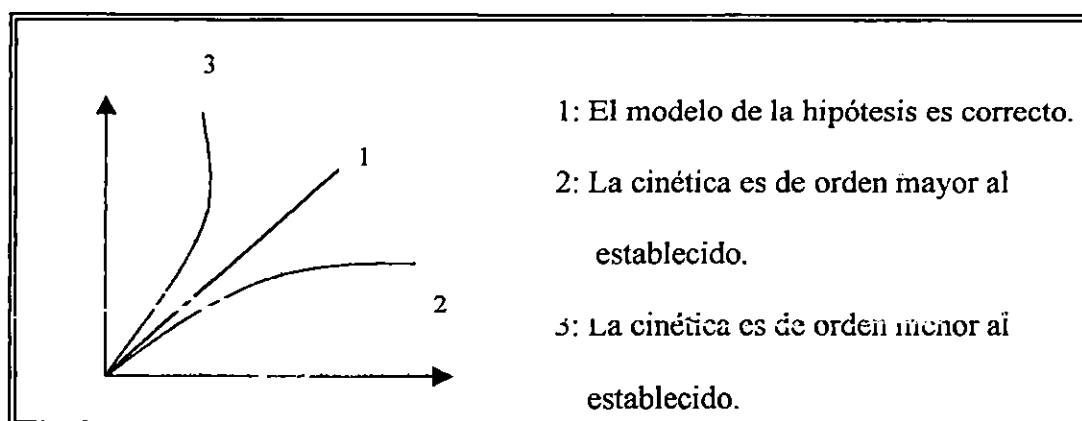


Fig. 1.5 Análisis Gráfico de la hipótesis del modelo

- 5) Si la hipótesis elegida es correcta debe expresarse la ecuación cinética en la que se coloque el valor de k y la función correcta de las concentraciones. Si la hipótesis no es correcta debe asumirse otro modelo.

El método integral se utiliza para analizar un conjunto de datos cinéticos dispersos, pero que pueden seguir un mecanismo claramente simple.

1.3.3.2 Método diferencial:

El método diferencial se emplea directamente la ecuación diferencial a ensayar; puede resumirse en las siguientes etapas:

1. Escoger una hipótesis.
2. A partir de los datos experimentales de concentración y tiempo, debe determinarse el valor de la velocidad de reacción a varios tiempos (dC_a/dt). Los valores de la derivada dC_a/dt (o dX_a/dt) se evalúan partiendo de datos experimentales por métodos gráficos o numéricos. Las diferencias finitas $\Delta C_a/\Delta t$ (o $\Delta X_a/\Delta t$) con intervalos pequeños de Δt puede utilizarse asimismo para calcular los valores aproximados de dC_a/dt .
3. A partir de los tiempos seleccionados preparar una tabla, listando velocidad de reacción y concentración (ó X_a), de varias especies precedentes en la mezcla reaccionante. Calcular ϕ_{Ci} de la hipótesis para cada uno de los puntos.
4. Preparar una gráfica de velocidad de reacción vs. ϕ_{Ci} (o correlacionar los datos de velocidad y ϕ_{Ci}). Si la relación es aproximadamente lineal, la hipótesis seleccionada es

correcta. Si la correlación de los datos es no lineal el modelo es incongruente y hay que plantear una nueva hipótesis (guión de clases, Ingeniería de las Reacciones Químicas).

5. Otra alternativa del análisis diferencial es localizar el modelo de comportamiento, por ejemplo: $-r_A = kCa^n$

El método diferencial puede aplicarse para el análisis de cinéticas más complejas, siempre que sea posible expresarlas en forma lineal, como ejemplo puede mencionarse formas recíprocas, semilogarítmicas, etc.

Forma recíproca, como función de la concentración de A:

$$-r_A = \frac{dCa}{dt} = \frac{k_1 Ca}{1 + k_2 Ca} \quad (1.24)$$

Tomando recíprocos en ambos miembros se obtiene:

$$\frac{1}{(-r_A)} = \frac{1}{k_1 Ca} + \frac{k_2}{k_1} \quad (1.25)$$

$$y = ax + b$$

Forma semilogarítmica, como función de la concentración de A: $-r_A = a * e^{bCa}$ tomando logaritmos se tiene: $\ln(-r_A) = \ln a + bCa$

$$y = b + ax$$

En general se recomienda que se intente en primer lugar el método integral, y que se ensaye después el método diferencial, si aquél no resulta satisfactorio. En los casos complicados puede necesitarse el empleo de métodos experimentales especiales que den una solución parcial al problema, o el empleo de reactores de flujo juntamente con el análisis diferencial.

1.3.3.3 Método Estadístico.

Este método es utilizado cuando la reacción es difícil de determinar, este se basa en el análisis de regresión.

En la figura 1.6 se presentan los pasos básicos del análisis de regresión.

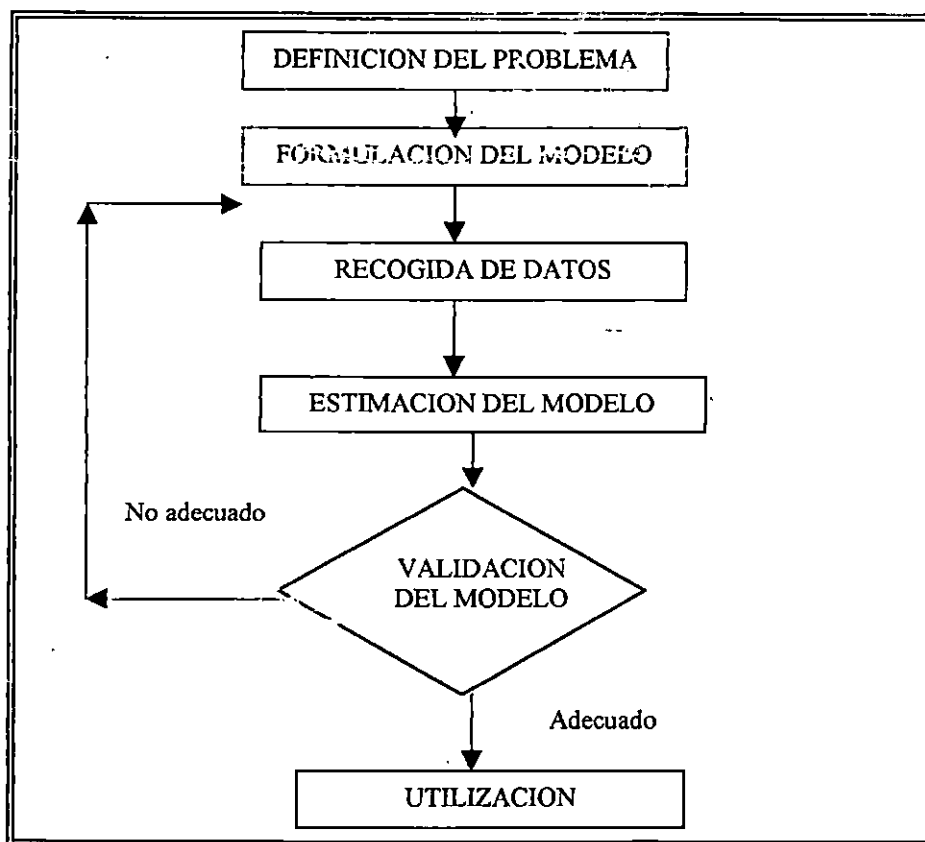


Fig. 1.6 Pasos Básicos del Método Estadístico.

1.4 GENERALIDADES EN EL DISEÑO DE REACTORES INDUSTRIALES.

Puesto que todos los procesos químicos giran en torno al reactor químico, uno de los factores más importantes para determinar la economía general del proceso es el diseño del mismo. Contrariamente a lo que sucede con el equipo para procesos de transferencia de masa o de calor, no existe ningún método directo para diseñar equipos en los que se pueda desarrollar una reacción química. Esto se debe a que el diseño de un reactor químico está regido primordialmente por el sistema de reacción específico de que se trate.

Al iniciarse la tarea de diseño, deberá contarse con la siguiente información: a) tipo de reacción (simple o compleja), b) la necesidad de un catalizador, c) las fases comprendidas, d) la modalidad de control de temperatura y presión (isotérmico, adiabático u otro; la necesidad de presión, vacío, etc.) y e) la capacidad de producción. Además los datos necesarios incluyen: 1) las expresiones químicas de velocidad y la variación de los parámetros de velocidad en función de la temperatura, la presión, etc., 2) las características de transferencia de calor y de masa, y 3) las propiedades físicas de todos los componentes que participan en la reacción. (Perry,1995)

Indudablemente, uno de los puntos más importantes en la instalación de una planta química, es lo relativo al diseño del reactor a utilizar, el cual debe contemplar los aspectos siguientes:

- a) Selección del mejor tipo de reactor o sistema de reacción para obtener una cantidad determinada del producto deseado.
- b) Determinación del diseño óptimo de operación, es decir fijar las variables de operación (temperatura, composición de alimentación, flujos, etc) del reactor o sistema de reacción.
(Rosales Cerezo, 1984)

Como esto puede exigir que las condiciones en el reactor varíen con la posición y con el tiempo, es necesario efectuar la integración adecuada de la ecuación cinética para las condiciones de operación. Esta integración puede presentar dificultades debido a que la temperatura y la composición del fluido reaccionante pueden variar de un punto a otro del reactor, dependiendo del carácter exotérmico o endotérmico de la reacción y de la velocidad de intercambio de calor con los alrededores. Por otra parte las características geométricas del reactor determinan la trayectoria del fluido a través del mismo, y fijan las condiciones de mezclado que contribuyen a diluir la alimentación y redistribuir la materia y el calor (Rosales Cerezo, 1984).

Para llegar al diseño del reactor más adecuado, es necesario tener en cuenta el factor económico, conviene, así mismo tener en cuenta fundamentalmente lo siguiente:

- a) Termodinámica de la reacción
- b) Cinética del proceso en las condiciones experimentales que puedan considerarse de interés.

- c) Datos fisico-químicos de las sustancias que intervienen en el sistema para el intervalo de condiciones en que se espere operar.
- d) Producción necesaria.

1.4.1 Ecuaciones de diseño basicas

En el diseño de un reactor químico se necesitan también ecuaciones que representen los balances de materia y energía. El balance de materia describe las velocidades de la transformación química de varios componentes en lo que respecta a una expresión de la velocidad específica, de la velocidad de flujo de la alimentación y el volumen del reactor.

En consecuencia, la composición de la mezcla de reacción se calcula partiendo del balance de materia. La velocidad de generación o absorción de calor expresada como una función de la velocidad de reacción y varias propiedades termodinámicas del sistema de reacción, se derivan del balance de energía (Perry, 1995).

1.4.1.1 Balance de materia

El punto de partida para el diseño es un balance de materia referido a cualquier reactante (o producto).

De acuerdo a la figura 1.7, el balance de materia vendría dado por:

$$\left(\begin{array}{c} \text{Caudal de} \\ \text{entrada de} \\ \text{reactante en el} \\ \text{elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right) = \left(\begin{array}{c} \text{Caudal de} \\ \text{salida de} \\ \text{reactante del} \\ \text{elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{Caudal perdido de} \\ \text{reactante debido a la} \\ \text{reacción química en} \\ \text{el elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{Caudal de} \\ \text{acumulación de} \\ \text{reactante en el} \\ \text{elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right)$$

Cuando la composición en el reactor es uniforme (independiente de la posición), el balance de materia puede hacerse refiriéndolo a todo el reactor.

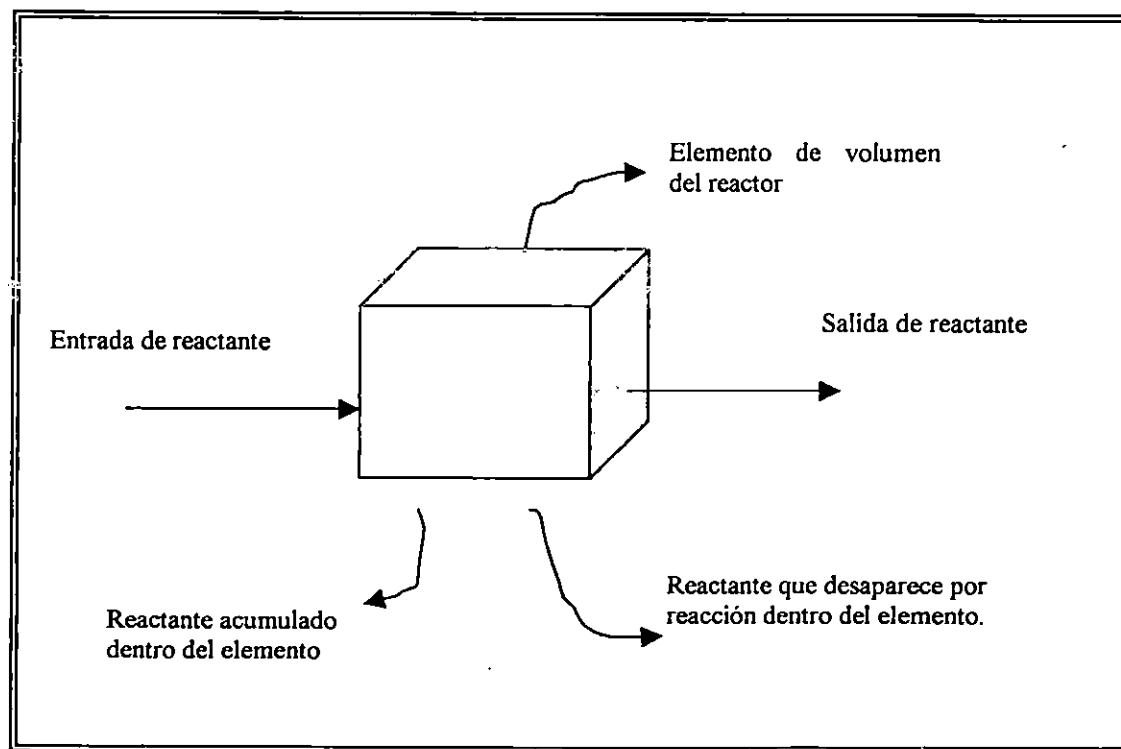


Fig. . 1.7 Balance de materia para un elemento de volumen del reactor.

Cuando la composición no es uniforme, el balance de materia ha de referirse a un elemento diferencial de volumen y después se efectuara la integración extendida a todo el

reactor para las condiciones apropiadas de flujo y concentración. Para los diversos tipos de reactores esta ecuación se simplifica de uno u otro modo, y la expresión resultante, una vez integrada, da la ecuación básica de diseño para aquel tipo de unidad (Levenspiel, 1995).

1.4.1.2 Balance de energía

El empleo del balance de energía es importante para el caso de operaciones isotérmicas ya que definen los niveles de transferencia de calor necesarios para mantener la operación mientras que en operaciones no isotérmicas debe considerarse junto a la ecuación de balance de materia para definir el funcionamiento del reactor. Es decir:

$$\left(\begin{array}{l} \text{Flujo de} \\ \text{entrada de} \\ \text{energía calo-} \\ \text{rífica al ele-} \\ \text{mento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right) = \left(\begin{array}{l} \text{Flujo de salida} \\ \text{de energía ca-} \\ \text{lorífica del ele-} \\ \text{mento de volu-} \\ \text{men} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{l} \text{Desaparición de} \\ \text{energía calorifi-} \\ \text{ca por reacción} \\ \text{en el elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{l} \text{Acumulación de} \\ \text{energía calorífica} \\ \text{en el elemento} \\ \text{de volumen} \end{array} \right)$$

También aquí este balance puede referirse a un elemento de volumen diferencial del reactor o a todo el reactor, según las circunstancias (Levenspiel, 1995).

1.4.2 Parámetros de dimensionamiento

Los términos básicos que permiten obtener la capacidad de un sistema son : *el tiempo espacial* (τ), *medido en dimensiones de tiempo y la velocidad espacial* (S), *medidos en dimensiones de tiempo⁻¹*

1.4.2.1 Tiempo espacial

El tiempo espacial (τ), se define como el lapso transcurrido para procesar un volumen de alimentación igual al volumen del reactor en condiciones específicas. Dicho de otra manera, un tiempo espacial de 5 horas implica que se necesitan 5 horas para procesar un volumen de alimentación o que cada 5 horas se trata en el reactor un volumen de alimentación igual al volumen del reactor (Perry, 1995).

$$(\tau) = 1/S = \frac{C_{Ao}V}{F_{Ao}} = \frac{\left(\frac{\text{moles.de.A.que.entran}}{\text{volumen.de.la.alimentación}} \right) * (\text{volumen.del.reactor})}{\left(\frac{\text{moles.de.A.que.entran}}{\text{tiempo}} \right)} \quad (1.26)$$

donde

C_{Ao} = concentración del reactante A al inicio, moles/cm³

F_{Ao} = caudal molar de la sustancia A, mol/seg

V = volumen, cm³

El volumen del reactor es tomado como el espacio físico ocupado por el fluido reaccionante y no incluye el espacio ocupado por los implementos de agitación, equipo de intercambio de calor, cabeza de líquido, etc.

Para cálculos de funcionamiento, es usualmente conveniente seleccionar las condiciones de referencia como aquellas que prevalecen a la entrada del sistema reactor. Sin embargo, es fácil convertir a cualquier otra base si se conoce el comportamiento PVT del sistema.

Dado que la referencia de velocidad volumétrica de flujo ($v_o = F_{Ao}/C_{Ao}$) es arbitraria, debe tenerse cuidado para especificar condiciones de referencia para lograr una interpretación apropiada del tiempo espacial resultante.

1.4.2.2 Velocidad espacial

La velocidad espacial (S), es la recíproca del tiempo espacial, que es el número de volúmenes de la alimentación en condiciones determinadas que pueden tratarse en la unidad de tiempo, medidos en volúmenes de reactor.

Es decir una velocidad espacial de 2 horas, significa que el volumen de alimentación que se trata en el reactor cada hora es igual a 2 veces el volumen del reactor (Levenspiel, 1995)

$$S = \frac{V}{V_o} = \frac{(\text{volumen...del...reactor})}{(\text{caudal...volumétrico...de...la...alimentación})} \quad (1.27)$$

El término velocidad espacial tiene algunas connotaciones diferentes cuando se trata de reactores catalíticos heterogéneos. En este caso la velocidad espacial denota la razón de velocidad de flujo de alimentación a la masa de catalizador empleado (w):

$$whsv = \frac{\rho v}{w} = (\text{masa de alimentación} / h) / (\text{peso de catalizador}) \quad (1.28)$$

Donde ρ es la densidad y v el flujo volumétrico de la alimentación, $whsv$ es el término de peso por hora de la velocidad espacial (Guión de clases Ingeniería de las reacciones químicas, 1998).

1.4.2.3 Tiempo de residencia

El tiempo de residencia para cualquier proceso se refiere a la longitud de tiempo que un elemento de fluido en proceso gasta en el reactor.

El tiempo de residencia para un reactor batch se entiende como el tiempo necesario para cocinar el contenido del reactor hasta alcanzar el grado de conversión deseado. En operaciones batch, tiene sentido hablar del tiempo total de operación que se entiende como el tiempo total requerido para llenar, vaciar, llevar a temperatura de ignición y “cocinar” el contenido del reactor.

El tiempo de residencia para un reactor continuo representa la longitud de tiempo promedio que toma un elemento de fluido para viajar desde la entrada a la salida del reactor.

Sin embargo, para un tanque de mezcla con agitación y otros reactores donde los efectos de mezcla son significativos habrá una amplitud de tiempos de residencia para los diferentes elementos del fluido. Esto trae importantes implicaciones para las conversiones que serán alcanzadas en tales reactores.

El tiempo de residencia para reactores continuos debe encontrarse por integración a partir de:

$$t = \int (dV_r / v) \quad (1.29)$$

Donde:

V_r = volumen del reactor.

v = caudal volumétrico

A pesar de que el concepto de tiempo de residencia es fácilmente visualizado en términos del tiempo promedio necesario para cubrir la distancia entre la entrada a la salida del reactor, no es el parámetro de tiempo característico de diseño para reactores continuos. Un concepto más útil es el tiempo espacial. (guión de clases, Ingeniería de las Reacciones Químicas).

1.5 CLASIFICACION DE LOS REACTORES.

Los reactores químicos utilizados en diversos procesos industriales existen en una gran variedad de diseños que no siempre tienen ninguna relación específica con la clase de reacción o el tipo de operación. Con frecuencia se emplean equipos de diferentes diseños para la misma reacción.

Los reactores químicos se han clasificado de una manera general de la siguiente forma (Perry,1995).

- a) Tipo de Operación
- b) Geometría
- c) Calentamiento.
- d) Número de fases en contacto.

En los numerales del I al IV se describen las clasificaciones anteriores.

I) Tipo de operación.

- a) **Reactor discontinuo:** Durante la operación no existe intercambio de materia con el exterior. Se alimentan los reactantes de una vez y cuando la reacción se ha efectuado, se retira todo el contenido del reactor. En este sistema, la temperatura, presión y composición pueden variar a lo largo del tiempo de operación (Rosales Cereso, 1984)). Es sencillo y necesita un equipo experimental reducido; por lo tanto, es el ideal para los estudios de

cinética de reacción a escala experimental. Industrialmente se emplea cuando se han de tratar pequeñas cantidades de sustancias (Levenspiel, 1995).

- b) **Reactor de flujo estacionario o continuo**: la alimentación de los reactantes y la salida de los productos se hace en forma ininterrumpida. Las variables del sistema (cuando el reactor alcanza el estado estacionario) son independientes del tiempo. Si el reactor es de tipo tubular, la variable independiente es la longitud del mismo a lo largo de la cual pueden existir variaciones de temperatura, presión y composición (Rosales Cereso, 1984).
- c) **Reactor semicontínuo**: Alguno de los reactantes o productos se alimentan o extraen continuamente mientras que el resto permanece en el reactor (Rosales Cereso, 1984). Es un sistema flexible pero más difícil de analizar que los otros dos tipos (Levenspiel, 1995).

II) Según su geometría. (características de diseño)

La clasificación de reactores según su forma geométrica es también importante. Los reactores discontinuos o semicontínuos, por lo general se construyen en forma de tanques provistos de agitador. Las tres dimensiones del reactor suelen ser semejantes, con el objeto de obtener un buen grado de mezclado y una distribución de temperatura uniforme y un menor consumo de materiales en su construcción.

Por su lado, los reactores continuos, pueden tener la forma de tanque o estar diseñados en forma tubular (Levenspiel, 1995).

Los reactores tubulares se construyen ya sea de un solo tubo continuo o varios tubos en paralelo. Los reactivos entran por un extremo del reactor y el producto sale por el otro, con una variación continua en la composición de la mezcla de reacción entre estos dos puntos. La transferencia de calor hacia el reactor o desde éste, se logra por medio de una camisa o un diseño de tubos y carcasa (Perry, 1995).

Otra clasificación podría ser:

III) Respecto a la temperatura o ambiente experimental.

- a) **Isotérmico**: se mantiene la temperatura constante durante la reacción, de manera que será necesario añadir o eliminar calor al reactor, según la reacción sea endotérmica o exotérmica, respectivamente.

- b) **Adiabático**: Supone aislamiento total del reactor con el medio exterior; las variaciones de temperatura dentro del reactor, vienen determinadas por el calor de reacción.

- c) **No isotérmicos**: Una cantidad de calor se añade o elimina del reactor de manera que la temperatura no permanece constante durante el transcurso de la reacción (Rosales Cereso, 1984).

IV) También puede darse una clasificación de acuerdo al número de fases presentes:

Una tercera clasificación de los reactores químicos se refiere al número de fases presentes en el sistema reaccionante. Esta clasificación tiene importancia porque afecta al

número de etapas de transferencia de masa y energía que tienen que incluirse en el problema de diseño. Ejemplos:

- a) **REACTOR DE LECHO:** que pueden ser de lecho fijo o fluidificado. Ejemplo: reacciones catalíticas gas sólido en las que el sólido es el catalizador y el empaque.
- b) **REACTOR DE FASE DE BURBUJA:** aquí se tienen reacciones de gas-líquido en las que se hace reaccionar un reactivo gaseoso a través de un líquido con el que puede reaccionar, porque el líquido tiene catalizador disuelto no volátil u otro reactivo. El producto se puede sacar del reactor en la corriente gaseosa.
- c) **RECTORES CON COMBUSTIBLE EN SUSPENSION:** son similares al anterior pero la fase líquida está formada por una suspensión de líquido y partículas finas de catalizador sólido.
- d) **REACTORES DE LECHO CON ESCURRIMIENTO:** es un reactor con catalizador como lecho fijo, los reactivos pueden ser dos fluidos parcialmente miscibles.
- e) **REACTORES DE LECHO CON CARGA MOVIL:** Una fase fluida pasa arriba a través de un lecho formado por sólidos. El sólido se alimenta en la parte superior del lecho, se mueve hacia debajo de la columna de manera cercana al flujo de un reactor de tubo y se saca por la parte inferior. (Denbigh y Turner, 1990)

CUADRO 1.3 CLASIFICACION DE REACTORES QUIMICOS

CLASIFICACION	TIPOS	EJEMPLOS DE PROCESO		
		SISTEMA	CONDICIONES	Tiempo de residencia o velocidad espacial
Por su Operación	Discontinuo	Producción de polietileno	Estado líquido, 70-200°C, 20-50atm.	0.1-1000 seg.
	Continuo	Crackin, catalítico fluido	Estado gaseoso, 470-540°C, 2-3atm.	0.5-3WHSV
	Semicontinuo	Producción de clorobenceno	Fase líquida-gaseosa 40 °C, 1 atm	12 h.
Por la Geometría	De tanque	Cloruro de polivinilo	Estado líquido 60 °C, 10 atm	5.3-10 h
	De tubo	Producción de etileno	Estado gaseoso 860 °C, 2 atm	1.03 s 1880 GHSV
Energético	Isotérmico	Hidrogenación de aceite de semilla de algodón	Fase líquido-gaseoso 130 °C, 5 atm	6 h
	Adiabático			
	No isotérmico	Acido Berzoico	Estado líquido-gaseoso 125-175 °C, 9-13 atm	0.2-2 h
Por el número de fases involucradas	De Lecho	Oxido de etileno	Estado gaseoso, catalizador Ag, 270-290 °C, 1 atm	1s.
	Fase de burbuja	Acetaldehido	Fase líquido-gaseoso 50-100 °C, 8 atm	6-40 min
	Combustible en suspensión	Hidrocrackign gas aceite	Estado líquido-gaseoso 350-420 °C, 100-150 atm	1-2 LHSV

1.6 OPERACIONES EN REGIMEN PERMANENTE Y COMPORTAMIENTO TRANSITORIO.

En las reacciones intermitentes, el cambio en composición ocurre en la coordenada del tiempo. Ya sea un sistema intermitente sea o no uniforme en las coordenadas espaciales, siempre cambia de un instante a otro; esto ocurrirá durante el tiempo necesario para alcanzar el equilibrio termodinámico (o hasta que el proceso sea detenido). La diferencia significativa con la reacción continua es que el cambio correspondiente de composición se desplaza a una coordenada espacial; casi siempre las partes del sistema tienden a alcanzar un estado que no varía con el tiempo y la variación de la composición se observa entre una región del sistema y otra.

La afirmación de que tal sistema por lo común tiende a un estado invariable en el tiempo se aplica, por supuesto, sólo si las condiciones de alimentación son constantes, si la disipación de calor es también constante, etc.

Es importante hacer notar que el estado de régimen permanente, si se alcanza, no es un equilibrio. Este término debe reservarse para el estado que no depende del tiempo en sistemas cerrados. El estado estable de un sistema abierto, como un reactor continuo, depende del régimen de flujo, las velocidades de reacción y el tamaño del sistema. (Denbigh y Turner, 1990)

1.6.1 Comportamiento de reactores en general para reacciones homogéneas

De acuerdo al tipo de operación se cuenta con reactores que operan en régimen permanente (continuo) y de comportamiento transitorio (discontinuo). Para lograr aproximar al comportamiento de un reactor real, se parte por modelizar reactores simples idealizados o reactores modelos, estos se dividen en:

- a) Reactores discontinuos ideales
- b) Reactores ideales de flujo estacionario, que se dividen en reactores de flujo en pistón y reactores de mezcla completa.

Estos tres tipos de reactores ideales son relativamente fáciles de estudiar, a la vez que suelen representar el mejor modo de poner en contacto los reactantes, sin que importen las condiciones de operación.

- a) Reactor discontinuo.

Es un reactor de operación por lotes, con las siguientes características:

- Presenta una operación no estacionaria
- La composición varía con el tiempo, aunque en cada instante es uniforme en todos los puntos del reactor.

El primero de los dos reactores ideales de flujo estacionario es el denominado **reactor de flujo en pistón**, sus características son:

- Tiene como modelo de flujo el flujo “pistón” o “tapón”, el cual se caracteriza por:
 - No hay mezcla de los componentes en la dirección axial.
 - Hay mezcla total en la dirección radial y las propiedades son uniformes para la misma sección transversal.
- La velocidad de reacción varía a lo largo del reactor.
- Todos los elementos del fluido toman el mismo tiempo para atravesar el reactor entre la entrada y salida.
- Trabaja en estado estacionario.

El segundo de los reactores continuos ideales es el **reactor de mezcla completa**, el cual es un tanque de mezcla con agitación continua, con las características siguientes:

- Tiene como modelo de flujo el flujo de mezcla completa que se caracteriza por:
 - La mezcla es perfecta en el reactor por lo que el contenido esta perfectamente agitado.
 - Las propiedades de la mezcla son uniformes e iguales a las de salida.
 - Al mezclarse se alcanza inmediatamente la concentración existente en el reactor.
- La velocidad de reacción es constante en todos los puntos del reactor e igual a la velocidad de reacción a la salida.
- No todos los elementos del fluido permanecen en el reactor la misma longitud de tiempo
- Es de operación estacionaria.

(Guión de clases Ingeniería de las reacciones químicas, 1998).

2.0 COMPORTAMIENTO DEL REACTOR TUBULAR

En el presente trabajo se efectuará la optimización del funcionamiento de un reactor tubular para lo cual se construyó un prototipo a nivel de laboratorio (ver sección 4.0), en el cual se le dará seguimiento a una reacción, para el caso se estudiará la hidrólisis de la sacarosa (ver anexo IV).

La variable a monitorear será el grado de conversión es decir, cuanta sacarosa se ha transformado en los monosacaridos glucosa y fructosa.

De acuerdo al estudio estadístico empleado se harán tomas de muestras en diferentes puntos del reactor, determinando en estos el grado de inversión. Las variables independientes involucradas a controlar serán la temperatura (se trabajará en condiciones isotérmicas), °brix, la normalidad del HCl y la longitud de las diferentes secciones del reactor.

2.1 COMPORTAMIENTO IDEAL DEL REACTOR TUBULAR.

Este trabajo se enfocará al estudio y funcionamiento del reactor tipo tubular, el cual recibe este nombre porque en muchos casos toma la forma de un tubo. En general, un reactor tubular es cualquier reactor de operación continua o semicontinua, en el que hay un movimiento constante de uno o de todos los reactivos en una dirección espacial seleccionada (los componentes entran en un extremo del sistema y salen por otro). En ciertos casos en operaciones semicontínuas es conveniente introducir corrientes subsidiarias de algunos de los reactivos a lo largo de la trayectoria. La característica principal es que supone un mezclado

completo en la dirección radial: pero no permite ninguna difusión en dirección del flujo (es decir, no hay retromezclado). Como resultado, los perfiles de velocidad, temperatura y composición son planos en cualquier área transversal perpendicular al flujo, pero la composición varía a lo largo de la trayectoria de flujo (Perry, 1995 y Rosales Cerezo, 1984).

Las cualidades más importantes de los reactores tubulares de flujo son:

- a) Facilidad de control
- b) Economía en la mano de obra
- c) Sencillez mecánica
- d) Adaptabilidad a la transmisión del calor y altas presiones
- e) Calidad invariable del producto.
- f) Elevada capacidad.

En el laboratorio, las reacciones en sistema fluyente están especialmente indicadas para el estudio de reacciones rápidas; una vez que se han alcanzado las condiciones estacionarias en una experiencia, puede conocerse frecuentemente el grado de conversión por medios físicos sin perturbar el curso de la reacción. (Walas, 1965).

Se deduce que la primera aproximación más apropiada para el cálculo del funcionamiento del reactor se basa en la hipótesis de que hay un flujo en pistón. El cual se define como un estado idealizado tal que:


- 1) En cualquier sección transversal normal al movimiento del fluido son uniformes el gasto en masa y las propiedades del fluido (presión, temperatura y composición). Todos los

elementos de fluido (imaginándose que están contenidos dentro de pequeñas envolturas) pasan el mismo tiempo dentro del reactor y siguen la misma secuencia de cambios de presión, temperatura y concentración. Cada partícula irá siempre hacia delante y no habrá mezcla retrógrada. (ver figura 2.1).

- 2) La difusión relativa al flujo del fluido es insignificante, es decir que la reacción se verifica en el mismo grado en cada elemento (Denbigh y Turner, 1990).

2.1.1 Evaluación del funcionamiento del reactor tubular.

Como se dijo anteriormente en un reactor de flujo en pistón la composición del fluido varía con la coordenada de posición en la dirección del flujo; en consecuencia, el balance de materia para un componente de la reacción ha de referirse a un elemento diferencial de volumen dV . Así, para el reactante A, se tiene:

$$\text{Entrada} = \text{salida} + \text{desaparición por reacción} + \text{acumulación} \quad (2.1)$$


En la figura 2.1 se esquematiza el reactor tubular y la nomenclatura a utilizar en este.

Si realizamos el balance de materia para el diferencial de volumen dV tenemos:

Entrada de A, moles/tiempo = F_A

Salida de A, moles/tiempo = $F_A + dF_A$

Desaparición de A por reacción, moles/tiempo :

$$(-r_A)dV = \left(\frac{\text{moles de A que reaccionan}}{(\text{tiempo})(\text{volumen del fluido reaccionante})} \right) (\text{volumen del elemento diferencial})$$

Al introducir esto tres términos en la ecuación de balance del reactor tubular se tiene:

$$F_A = (F_A + dF_A) + (-r_A)dV$$

Al tener en cuenta que:

$$dF_A = d[F_{A0}(1-X_A)] = -F_{A0}dX_A$$

Al sustituir resulta:

$$F_{A0}dX_A = (-r_A)dV \quad (2.2)$$

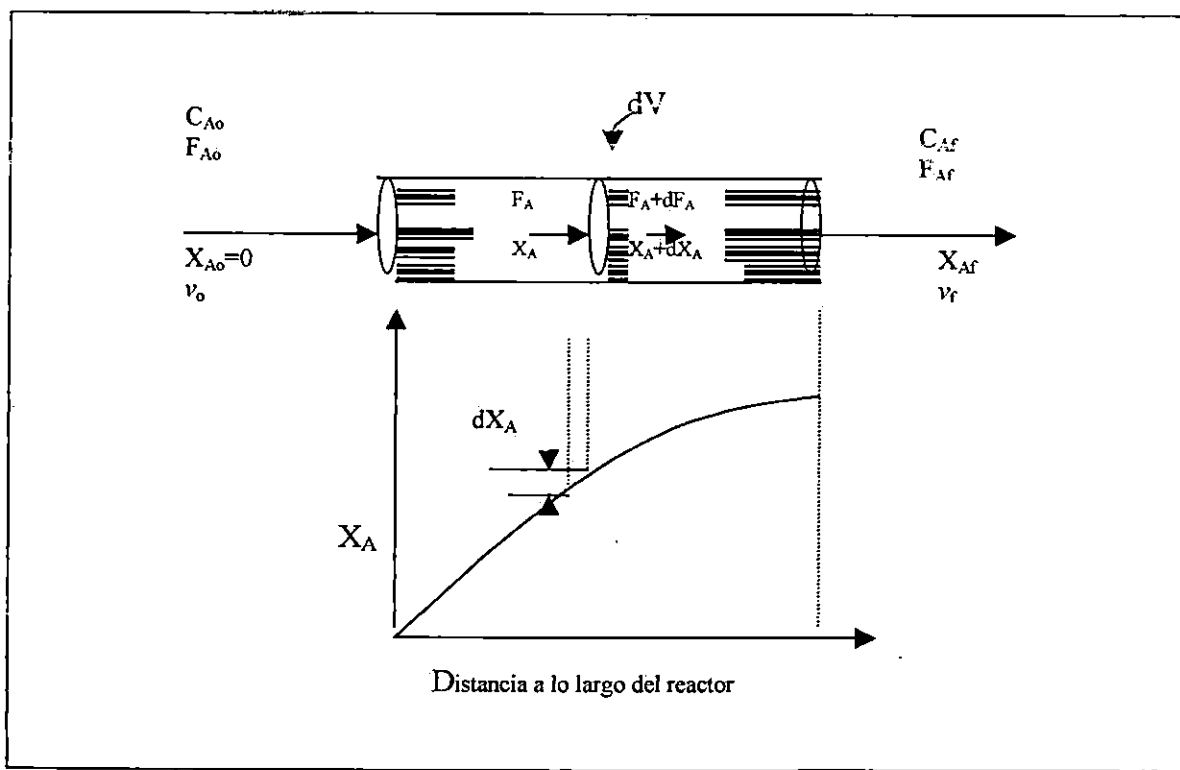


Fig. 2.1 Esquematización y nomenclatura utilizada en un reactor de flujo en pistón.

Teniendo en cuenta que las propiedades de la mezcla de reacción pueden cambiar a lo largo de la longitud del tubo, será necesario integrar la ecuación anterior para obtener el total de cada uno de los diferenciales de volumen que se generan a lo largo del reactor. Por lo tanto agrupando convenientemente los términos de la ecuación (2.2) , y sabiendo que el caudal molar de la alimentación, F_{A0} , es constante, mientras que $-r_A$ depende de las concentraciones de las sustancias o de la conversión, se tiene:

$$\int_0^V \frac{dV}{F_A} = \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{-r_A} \quad (2.3)$$

Al realizar la integración del extremo izquierdo de la ecuación (2.3), y al combinarla con la ecuación del tiempo espacial resulta:

$$\frac{V}{F_{A0}} = \frac{\tau}{C_{A0}} = \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{-r_A} \quad (2.4 a)$$

$$\tau = \frac{V}{v_0} = C_{A0} \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{-r_A} \quad (2.4 b)$$

La ecuación anterior (2.4) permite calcular el tamaño del reactor conociendo el caudal de la alimentación y la conversión requerida.

Para el caso especial de sistemas de densidad constante:

$$X_A = 1 - \frac{C_A}{C_{A0}} \quad \text{y} \quad dX_A = -\frac{dC_A}{C_{A0}}$$

En este caso, la ecuación de diseño puede expresarse en función de las concentraciones, o sea:

$$\frac{V}{F_{A0}} = \frac{\tau}{C_{A0}} = \int_0^{X_{A0}} \frac{dX_A}{-r_A} = -\frac{1}{C_{A0}} \int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{-r_A} \quad (2.5 \text{ a})$$

$$\tau = \frac{V}{v_0} = C_{A0} \int_0^{X_{A0}} \frac{dX_A}{-r_A} = -\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{-r_A} \quad (2.5 \text{ b})$$

Estas ecuaciones de diseño, (2.4 y 2.5), pueden ponerse en función de las concentraciones o de las conversiones. Para los sistemas en los que varía la densidad es más conveniente utilizar las conversiones, mientras que para los sistemas de densidad constante se pueden emplear indiferentemente las dos formas. Cualquiera que sea su forma, las ecuaciones de diseño interrelacionan la velocidad de reacción, la conversión, el volumen del reactor, y el caudal de la alimentación, de tal manera que si se desconoce una de estas magnitudes puede calcularse a partir de las otras tres (Levenspiel, 1995).

2.1.2 Balance de energía del reactor tubular.

Los cambios energéticos asociados a las reacciones químicas juegan un papel preponderante en el diseño de reactores químicos a escala comercial, ya que aún en aquellos

proceso en los que se desea mantener condiciones isotérmicas, las consideraciones energéticas permiten determinar los requerimientos de transferencia de calor del proceso.

Para alcanzar un control adecuado durante la operación de un reactor, es necesario mantener la temperatura dentro de límites moderados, para relacionar la temperatura del sistema con el grado de reacción que lo acompaña o el desarrollo subsecuente del sistema se hace uso del balance de energía acompañado del balance de masa.

El balance de energía para un reactor tubular se hace de la siguiente forma:

$$\dot{Q} = \sum_{\text{salida}} h_s \dot{m}_s - \sum_{\text{entrada}} h_e \dot{m}_e \quad (2.6)$$

La ecuación de balance de masa es:

$$\tau_{fp} = C_{A0} \int_{X_{Ae}}^{X_{As}} \frac{dX_A}{-r_A} \quad (2.7)$$

Si consideramos que el calor se transfiere por longitud diferencial de volumen, se tiene que:

$$d\dot{Q} = u(T_m - T)dA = u(T_m - T)\frac{4}{D}dVr \quad (2.8)$$

Donde D es el diámetro interno del reactor tubular. Si se sustituye la ecuación 2.2 en la ecuación 2.8 teniendo que $dV = dVr$ se tiene:

$$d\dot{Q} = u(T_m - T) \frac{4}{D} F_{A0} \frac{dX_A}{-r_A} \quad (2.9)$$

El balance de energía sobre estas bases diferenciales, llega a ser entonces:

$$u(T_m - T) \frac{4}{D} F_{A0} \frac{dX_A}{-r_A} = \sum F_i \int_{T_0}^{T_{elemento}} \bar{C}_{pi} dT - \sum F_i \int_{T_0}^{T_{salida de \tau}} \bar{C}_{pi} dT - \frac{F_{A0} \Delta H_{R, T_0}}{V_A} dX_A \quad (2.10)$$

Donde la primera sumatoria involucra los flujos molares de las diversas especies dejando el elemento de volumen y la segunda es la sumatoria de las especies entrando al mismo.

Esta ecuación puede integrarse entre la entrada y un punto de las corrientes aguas abajo donde la fracción de conversión es X_A , de esta forma:

$$\int_{X_{A0}}^{X_{As}} u(T_m - T) \frac{4}{D} F_{A0} \frac{dX_A}{(-r_A)} = \sum (F_i \int_{T_0}^{T_f} \bar{C}_{pi} dT) - \frac{F_{A0} \Delta H_{R, T_0}}{V_A} (X_{As} - X_{Ae}) \quad (2.11)$$

La sumatoria involucra los flujos molares del efluente. Esta ecuación y la ecuación para τ deben ser resueltas simultáneamente para determinar el tamaño del reactor tubular y la manera en la cual debe transferirse calor.

Para operaciones isotérmicas, la ecuación de balance de energía puede usarse para determinar como debe programarse la transferencia de calor para mantener condiciones isotérmicas. Para este caso la ecuación puede escribirse como:

$$\dot{Q} = uA(T_m - T) = \Delta H_{rr}V_r \quad (2.12)$$

2.2 ANALISIS DE SUPERFICIE RESPUESTA.

Las técnicas de diseño y análisis de experimentos, permiten al experimentador seleccionar aquellos factores que influyen en una determinada característica de calidad, y los niveles de los mismos que optimicen tal característica en la región donde se haya experimentado. (En este trabajo se optimizará el grado de hidrólisis de la sacarosa, y la región de experimentación es el reactor tubular construido).

En la práctica, el experimentador desea extender estos objetivos a otras regiones de experimentación y se pregunta: Qué factores influyen en la característica en general?,Cuál es la región óptima?,Cómo se relacionan los factores con la respuesta en esa región?.

Cuando no se tiene conocimiento teórico de la estructura del modelo, se hace una aproximación de forma empírica con los datos obtenidos en la experimentación. Tal experimentación se ha de realizar de una forma secuencial y con una metodología que dependerá del grado de conocimiento que se tenga del problema. Este conocimiento ayudará en la selección de un modelo que se ajuste a la respuesta y en la selección del diseño a realizar para poder estimar todos los parámetros de interés.

Para la determinación del mejor arreglo de variables para la operación óptima del reactor, se ha utilizado la metodología de análisis de superficie respuesta, cuyos principios se describen en la sección 2.2.1

2.2.1 Diseños de superficie respuesta

La metodología de superficies de respuesta (MSR o RSM, por sus sigla en inglés) es un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas útiles para modelar y analizar problemas en los cuales una respuesta de interés es influida por varias variables, y el objetivo es optimizar esta respuesta

Se puede considerar que la metodología de la superficie de respuesta se compone de dos etapas:

1. **Una etapa de primer orden**, en la que se propone un modelo matemático de primer orden; se prepara un factorial u otro diseño de primer orden, se adaptan los datos, se bosquejan los contornos de la superficie de respuesta y se determina y persigue la dirección de mayor pendiente.
2. **Una etapa de segundo orden**, en la cual se propone un modelo matemático de segundo orden; se prepara un compuesto central u otro diseño de segundo orden, se adaptan los datos; se bosquejan los contornos, se prepara un análisis canónico y se localiza el óptimo.

La figura 2.2 refleja la utilidad del uso de aproximaciones locales para abordar la relación teórica de la respuesta.

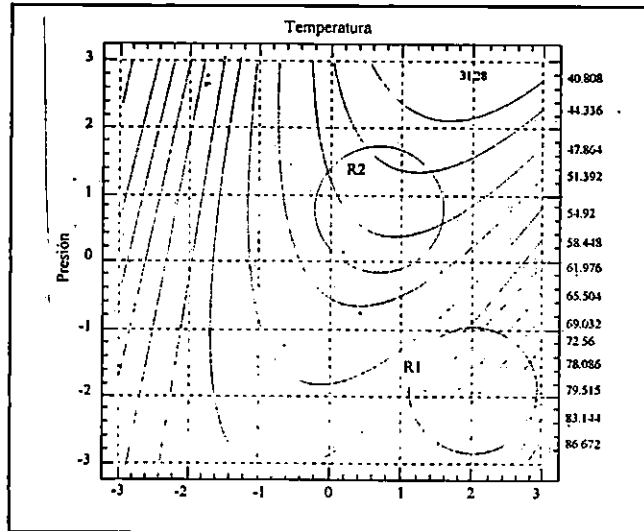


Figura No. 2.2 Relación entre una característica Y con dos factores

En la figura 2.2 se ha representado con curvas de nivel una supuesta relación entre cierta característica Y, y dos factores ξ_1 y ξ_2 , en un amplio rango de variación de estos dos factores. Aunque la mejor función que expresa tal relación en toda la región es una función complicada, en la región R1 podría aproximarse dicha relación mediante un modelo lineal, ya que el incremento de la respuesta parece ser lineal en la región. Sin embargo, en la zona R2 cercana al máximo, la superficie ya presenta evidencia de curvatura y, por lo tanto, la aproximación local se ha de hacer con modelos que incluyan términos cuadráticos.

En la práctica, generalmente nunca se obtendrá el modelo que rige la relación existente para cualquier combinación de los factores, sino que se obtendrán aproximaciones locales a tal modelo en diferentes regiones de los factores.

En la mayoría de los problemas de RSM, la forma de la relación entre la respuesta y las variables independientes se desconoce. Por ello, el primer paso en la RSM consiste en determinar una aproximación apropiada a la relación funcional real entre la respuesta y el conjunto de variables independientes. Por lo general se emplea un polinomio de orden bajo sobre alguna región de las variables independientes. Si la respuesta es descrita adecuadamente por una función lineal de las variables independientes, la función de aproximación es el modelo de primer orden.

Debe usarse un polinomio de mayor grado, por ejemplo el modelo de segundo orden cuando existe curvatura en el sistema. Los modelos de segundo orden necesitan más experimentos para ser estimados y sólo se recurre a ellos cuando existe evidencia de curvatura en el modelo y, por lo tanto, la aproximación lineal no es adecuada. Para poder detectar la curvatura, a los diseños de 2^{k-p} se les añaden puntos centrales, los cuales permitirán realizar un test de curvatura.

Aquellas regiones de experimentación en las que la superficie no presenta evidencia de curvatura son interpretadas como regiones lejanas a la zona óptima y, una vez más, existe una estrategia consistente en acercarse lo más rápidamente a esta zona a lo largo de la dirección de máximo cambio de la respuesta. Por último, una vez se detecta la cercanía de la región óptima, se pasa a la utilización de estrategias de segundo orden. Una de ellas consiste en la selección de un diseño de segundo orden apropiado que permita una buena estimación de un modelo cuadrático.

Una vez obtenida una aproximación cuadrática que se ajuste a la superficie, es conveniente realizar un análisis canónico del modelo resultante para interpretar de manera sencilla la geometría de la superficie estimada en la región de experimentación y obtener información que pueda ser útil para sugerir posibles explicaciones teóricas del problema.

2.2.1.1 Estrategia de primer orden

- **Definir el objetivo de la investigación:**

Es de la máxima importancia definir claramente el objetivo del estudio que se va a realizar. Es sorprendente como, en la práctica y con frecuencia, esta etapa es ignorada o no se le da la atención que merece, y cómo conduce a posteriores dificultades.

- **Seleccionar factores e intervalos:**

La siguiente etapa es seleccionar los factores a estudiar junto con los intervalos en que han de ser estudiados. Es necesario, para entender los aspectos técnicos de la situación experimental, que eso se haga inteligentemente. También debe elegirse la escala concreta en que cada factor se estudiará.

- **Realizar el diseño y reunir los datos:**

Se prepara el diseño factorial 2^k , y se determina aleatoriamente el orden de los ensayos, se realizan los experimentos y se obtienen los resultados.

- **Decidir el modelo de primer orden y controlar su adecuación:**

El análisis de estos resultados puede conducir a uno de dos caminos equivalentes. Los efectos e interacciones del diseño factorial pueden calcularse con sus correspondientes intervalos de confianza del 95 por 100.

En la figura 2.3 , se esquematiza los diferentes pasos a seguir para una estrategia de primer orden.

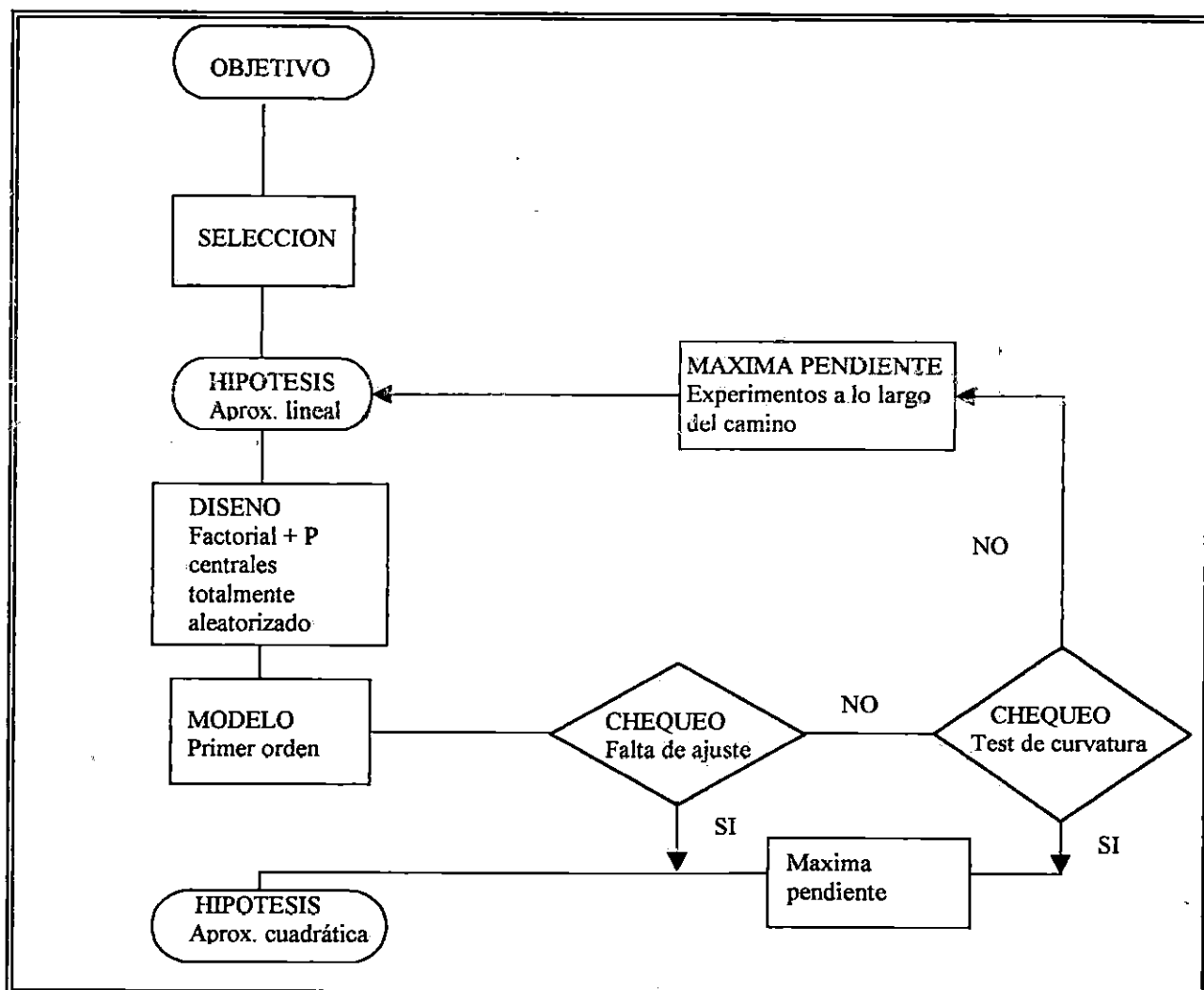


Fig.2.3 Flujoograma de estrategia de primer orden

2.2.1.2 Estrategia de segundo orden

Para la estrategia de segundo orden se deberá realizar el diseño y reunir los datos:

Ya que se ha detectado una falta de adecuación, el diseño se ampliará con la adición de ensayos para formar el diseño de segundo orden (compuesto-central).

Tal análisis será aproximadamente equivalente al análisis del sistema real, si la superficie ajustada es una aproximación adecuada a la función de respuesta real. La estimación de los parámetros del modelo se hace más eficazmente si se utilizan los diseños experimentales apropiados para recopilar los datos. A menudo los diseños usados para ajustar superficies de respuesta se denominan diseños de superficie de respuesta.

En la figura 2.4 se esquematiza los diferentes pasos a seguir en una estrategia de segundo orden.

2.2.2 Diseños experimentales para ajustar superficies de respuesta

El ajuste y análisis de superficies de respuesta se facilitan en gran medida con la elección apropiada de un diseño experimental. Cuando se selecciona un diseño de superficie de respuesta, algunas de las características de un diseño deseable son como sigue:

1. Proporciona una distribución razonable de puntos de datos (y por tanto información) en toda la región de interés.
2. Permite investigar la idoneidad del modelo, incluyendo la falta de ajuste.
3. Permite la realización de experimentos en bloques.
4. Permite la construcción secuencial de diseños de orden superior.

5. Proporciona una estimación de error interna.
6. No requiere un número grande de corridas.
7. No requiere demasiados niveles de las variables independientes.
8. Asegura simplicidad de los cálculos de los parámetros del modelo.

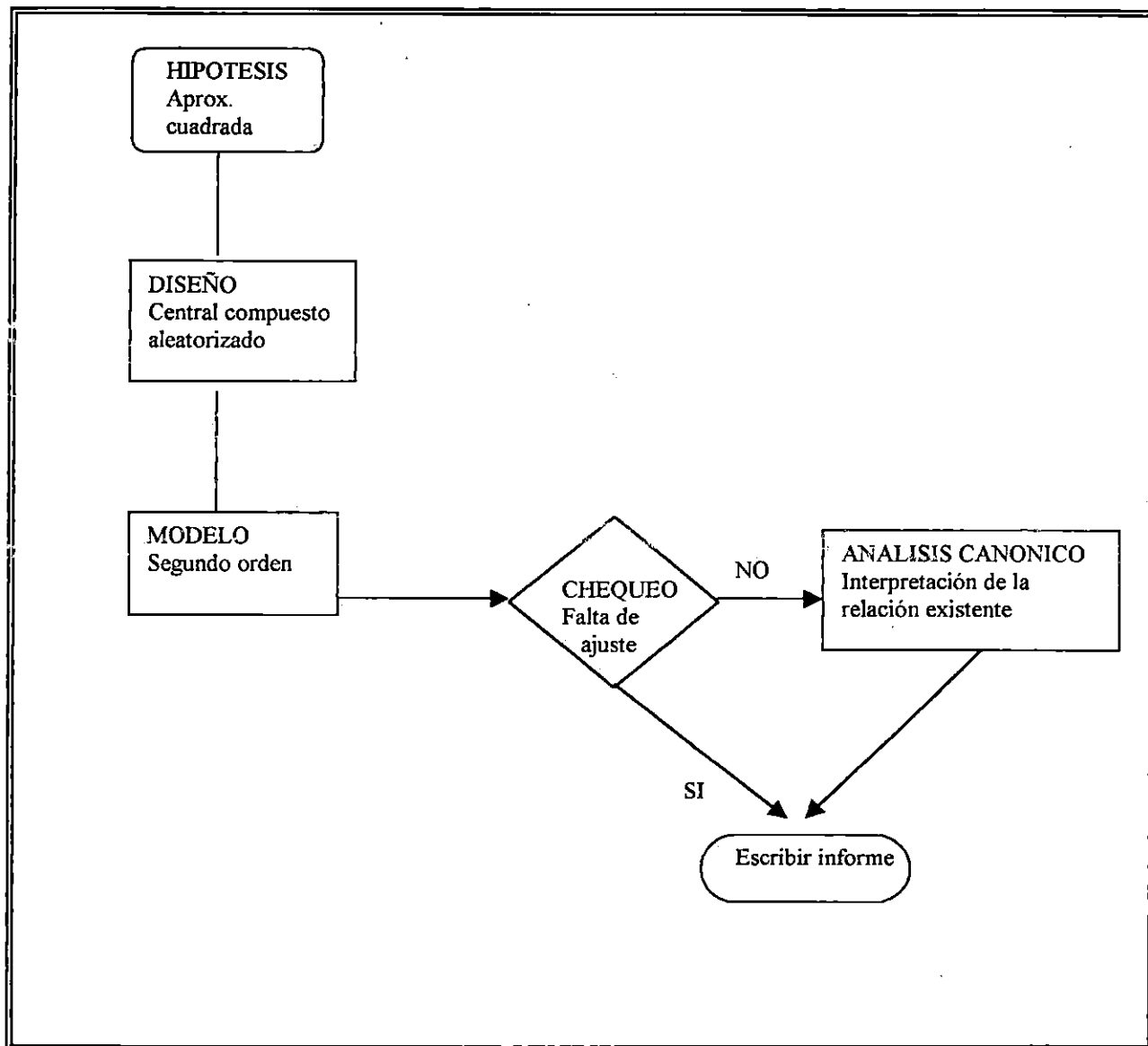


Fig. 2.4 Estrategia de segundo orden.

2.2.2.1 Diseños para ajustar el modelo de segundo orden:

Un diseño experimental para ajustar un modelo de segundo orden debe tener por lo menos tres niveles de cada factor. Existen muchos diseños que podrían emplearse para ajustar un modelo de segundo orden, así que elegir un diseño apropiado es útil con objeto de establecer un criterio de diseño (Montgomery, 1991). El hecho de realizar la experimentación en dos tiempos puede provocar un efecto bloque, que puede afectar a la estimación de los efectos si las condiciones experimentales del segundo diseño no se han seleccionado correctamente (Juran, 1997).

Una de las propiedades que se deben tomar en cuenta es la ortogonalidad, la cual es la propiedad de diseño óptima ya que minimiza la variancia de los coeficientes de regresión.

La otra propiedad es la rotabilidad. Se dice que un diseño es rotable si la precisión en la estimación de la superficie es igual para todos los puntos equidistantes del centro del diseño, independiente de la dirección en que se encuentren (Juran, 1997). Esta propiedad es muy importante en la elección de un diseño de superficie respuesta. Dado que la finalidad de la RSM es la optimización y se desconoce la localización del óptimo antes de correr el experimento, tiene sentido usar un diseño que proporcione estimaciones igualmente precisas en todas las direcciones (Montgomery, 1991).

Existen varios diseños para ajustar superficies respuestas a decir:

- a) Diseño compuesto central
- b) Diseño compuesto central centrado en las caras

c) Diseño de Box y Behnken.

d) Diseños equirradiales.

a) Diseño compuesto central

Este consiste en un factorial o factorial fraccionado 2^k aumentado por 2^k puntos axiales y n_c puntos centrales, este diseño experimental es probablemente el más utilizado para ajustar superficies de respuesta de segundo orden.

Un diseño compuesto central se convierte en rotatable mediante la elección de α . El valor de α para lograr la conversión a diseño rotatable, depende del número de puntos de la porción factorial del diseño. De hecho, $\alpha = (n_f)^{1/4}$ proporciona un diseño compuesto central rotatable, donde f es el número de puntos en la porción factorial del diseño.

En el cuadro 2.1 se proporcionan los parámetros de los diseños centrales compuestos girable, tanto ortogonales como de precisión uniforme, para diversos valores de k .

Cuadro 2.1 Diseño compuesto centrales girables ortogonales y uniformes.

K	2	3	4	5	5	6	6	7	8
					½ rep		½ rep.	½ rep.	½ rep.
n_f	4	8	16	32	16	64	32	64	128
Puntos axiales n_a	4	6	8	10	10	12	12	14	16
N_c (p.u)	5	6	7	10	6	15	9	14	20
N_c (ort.)	8	9	12	17	10	24	15	22	33
N (p.u)	13	20	31	52	32	91	53	92	164
N (ort.)	16	23	36	59	36	100	59	100	177
α	1.414	1.682	2.000	2.378	2.000	2.828	2.378	2.828	3.364

b) Diseño compuesto central centrado en las caras.

Este es una variante del diseño compuesto central, en el cual $\alpha = 1$. En este diseño los puntos estrella o axiales se localizan en los centros de las caras del cubo. Sin embargo, los diseños compuestos centrales centrados en las caras no son rotables, y esto se considera una seria desventaja.

En la el cuadro 2.2 se muestran el número de corridas o número factorial y los puntos centrales para k de 3, 4, 5.

Cuadro 2.2. Diseño compuesto central centrado en las caras.

K	3	4	5
n_f	16	16	28
n_c	1	1	1

c) Diseño Box y Behnken.

Este diseño se forma combinando factoriales 2^k con diseños de bloques incompletos. Los diseños resultantes suelen ser más eficientes en términos del número de corridas requerido, y son rotables (o casi rotables).

En el cuadro 2.3 se presenta el diseño Box y Behnken con su número factorial y puntos centrales para $k = 3, 4$ y 5 .

Cuadro 2.3 Diseño Box y Behnken

k	3	4	5
n _f	15	27	46
n _c	3	3	6

d) Diseño equirradiales

Este diseño es útil en problemas con dos o tres variables. Estos diseños consisten en puntos igualmente espaciados sobre una circunferencia ($k=2$) o una esfera ($k=3$), y son polígonos regulares o poliedros. A menudo, estos arreglos se conocen como diseños equirradiales porque los puntos del diseño son equidistantes del origen.

3.0 DESCRIPCION DEL REACTOR TUBULAR A NIVEL DE LABORATORIO

El estudio que se desarrolla en el presente trabajo tiene como objetivos principales el diseño, construcción y operación de un reactor tubular a escala de laboratorio con el fin de ser utilizado en la asignatura “Ingeniería de las reacciones Químicas”. Una vez construido el reactor tubular se hará uso de una reacción en particular para optimizar su funcionamiento haciendo uso de un diseño estadístico y se definirán los parámetros de funcionamiento de este.

Para lograr montar un reactor a escala de laboratorio se comienza de forma empírica, para lo cual se hace uso de los materiales que aunque adecuados sean económicamente

aceptables desde el punto de vista técnico-económico. A partir de este se realizan las diferentes etapas experimentales y cálculos para lograr escalar hacia un reactor conveniente para la realización de un proceso en particular.

Las etapas para la construcción y operación del reactor tubular son las siguientes:

- a) Selección de los materiales requeridos para la construcción del reactor tubular a nivel de laboratorio.
- b) Construcción y adecuación de los diferentes sistemas que componen el reactor tubular.
- c) Optimización del reactor tubular.

3.1 MATERIALES REQUERIDOS PARA LA CONSTRUCCIÓN DEL REACTOR TUBULAR A NIVEL DE LABORATORIO.

Para llevar a cabo la construcción de la unidad experimental se requirieron los materiales siguientes:

- 3 metros de tubería de acero inoxidable de $\frac{1}{2}$ pulgada de diámetro nominal.

Se seleccionó el acero inoxidable, debido a que posee excelentes cualidades para realizar la transferencia de calor, además por su alta resistencia a la corrosión al ponerse en contacto con ácidos. Se realizó un prueba en la que se sometieron a la acción del ácido clorhídrico los materiales como: aluminio, hierro galvanizado, cobre y acero inoxidable. Después de cuatro días de exposición, se pudo observar que la muestra de acero inoxidable era el que presentaba menor ataque del ácido. También como podrá verse en la tabla , es el material óptimo, (ver anexo II). Por lo tanto se tomó este material para llevar a cabo la reacción en estudio.

- 2.40 metros de tubería de hierro galvanizada de $1 \frac{1}{2}$ pulgada de diámetro.

- 17 uniones "T" de CPVC.
- 8 codos de CPVC.
- 4 metros de tubería de CPVC de ½ pulgada de diámetro.

Investigaciones realizadas en casas comerciales en las cuales se venden materiales para fontanería, el CPVC es un material que resiste la acción de temperaturas altas y presenta mejor resistencia a ácidos.

- 7 yardas de manguera transparente de plástico de ½ pulgada.

Se ha comprobado que este tipo de material es resistente a la acción de ácidos, ya que se sometió a la acción de ácido clorhídrico y no se le vio efecto alguno en esta. Así mismo presenta buena resistencia cuando se somete al paso de fluidos a temperatura moderada (80-90 °C).

- 16 abrazaderas de ½ pulgada
- 4 abrazaderas de 1 pulgada
- 6 llaves de bureta.
- 3 válvulas de bola de ½ pulgada.
- 1 válvula check.
- 3 niples sin rosca de ½ pulgada de CPVC.
- 5 niples con rosca de ½ pulgada de CPVC.
- 2 serpentines de acero inoxidable de ½ pulgada de diámetro y una longitud lineal de 1.50 metros.
- 1 bomba sumergible para fuente de ½ HP.

- 1 bomba para químicos de 1/25 HP.
- 2 baños maría.
- 2 recipientes de vidrio
- 6 soportes
- 2 trípodes.
- Fibra de vidrio como material aislante.

3.2 CONSTRUCCIÓN Y ADECUACION DE LOS DIFERENTES SISTEMAS QUE COMPONEN EL REACTOR TUBULAR.

Para realizar la descripción física del reactor tubular, este se ha dividido en 5 sistemas que son:

- Sistema de reacción
- Sistema de muestreo
- Sistema de alimentación de reactivos.
- Sistema de calentamiento de los reactivos.
- Sistema de transferencia de calor para el reactor.

Dichos sistemas serán descritos en las secciones de la 3.2.1.1 a la 3.2.1.5

3.2.1 Sistema de reacción

El sistema de reacción puede definirse como el área en la cual se lleva a cabo la reacción química (para nuestro caso la inversión de la sacarosa), esta área está compuesta por seis condensadores metálicos de 55 centímetros de longitud cada uno, aislado con fibra de vidrio para minimizar las pérdidas energéticas.

Las unidades de reacción están compuestas de 2 tubos concéntricos, de los cuales, el tubo interior es de acero inoxidable de $\frac{1}{2}$ pulgada y el tubo externo es de hierro galvanizado de $1 \frac{1}{2}$ pulgada de diámetro.

Las unidades de reacción se encuentran conectadas en serie a través de mangueras plásticas y uniones "T" de CPVC el cual es un material resistente a altas temperaturas y al paso de ácido. Estas unidades de reacción se encuentran suspendidas por medio de 6 soportes de metal adaptados de forma que el reactor posea un desnivel para lograr la circulación por gravedad de los reactivos. La parte terminal del sistema posee una válvula de bola de $\frac{1}{2}$ pulgada para regular el caudal a manejar dentro del reactor. En la figura 3.1 se muestra el sistema de reacción.

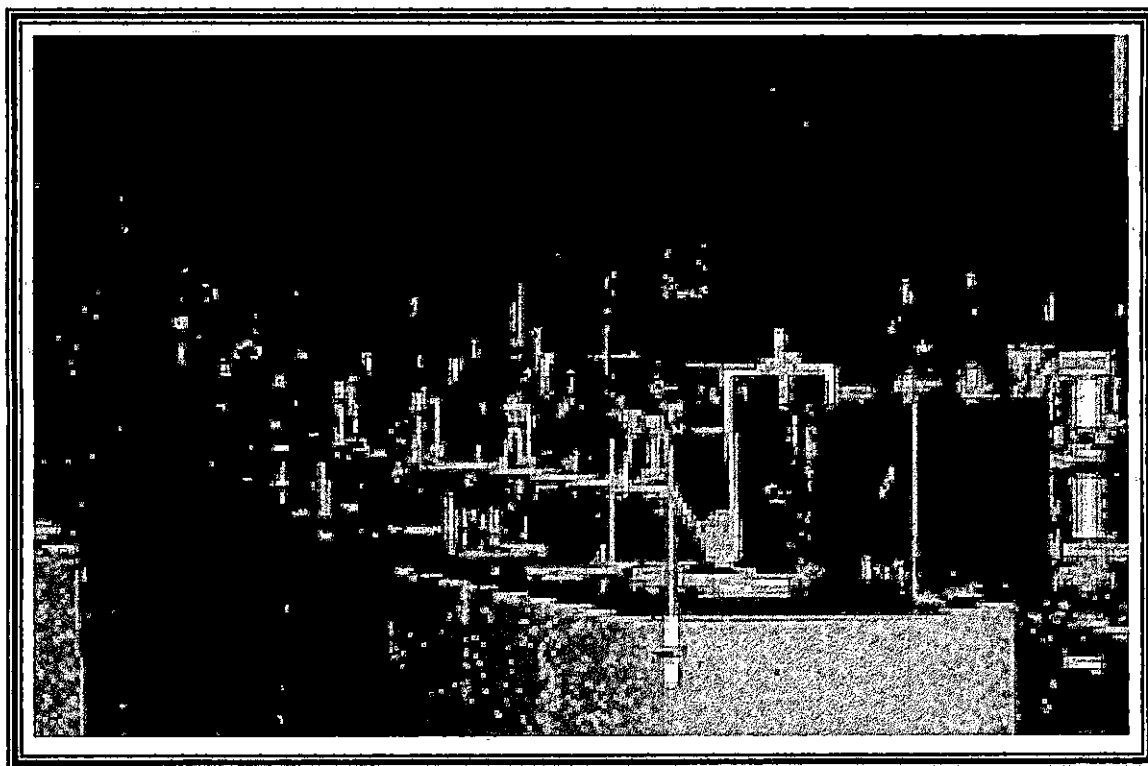


Fig. 3.1 Sistema de reacción

3.2.2 Sistema de muestreo.

Este es el sistema que permite obtener las muestras a diferentes longitudes a lo largo del reactor, con lo cual, se logra cuantificar y obtener la variable respuesta que para este caso es la conversión obtenida del sistema reaccionante.

El sistema de muestreo consta de 6 llaves muestreadoras obtenidas de buretas defectuosas que fueron adaptadas al sistema conectándolas en las uniones "T" situadas entre cada unidad de reacción.

Los seis puntos de muestreo se encuentran separados por una distancia de 55 centímetros. En la figura 3.2 se muestra el sistema de muestreo.

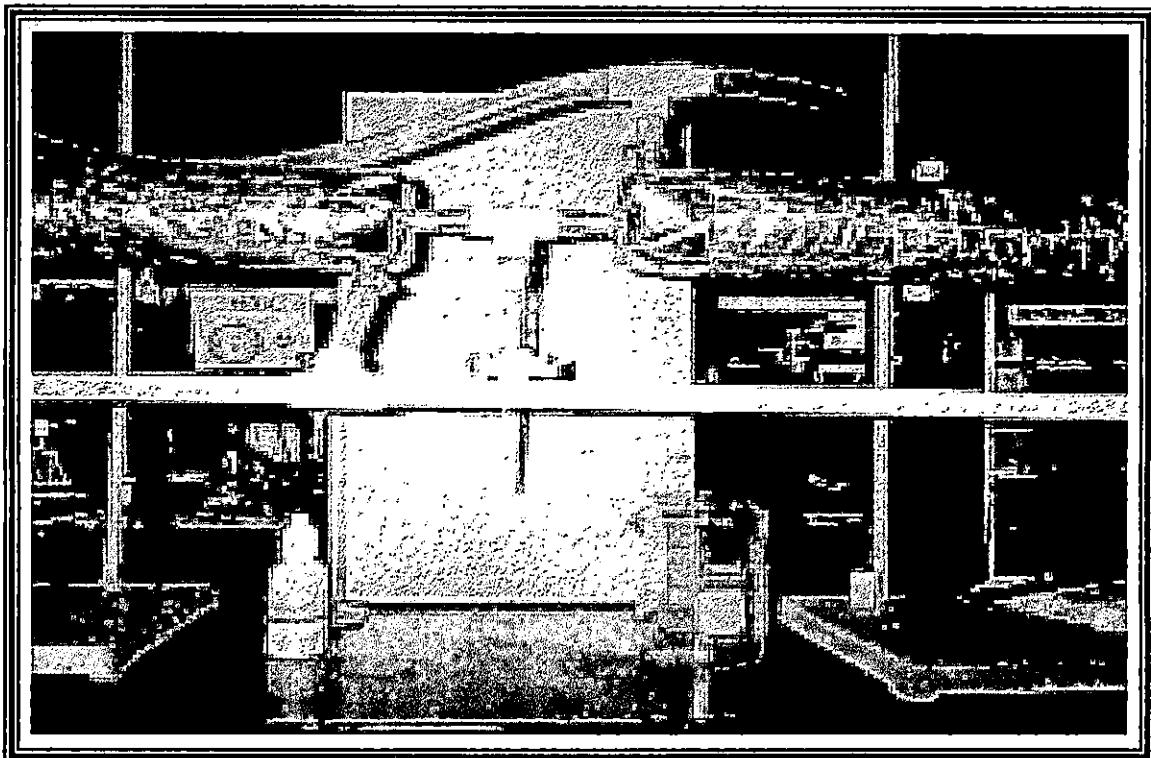


Fig. 3.2 Sistema de muestreo

3.2.3 Sistema de alimentación de reactivos.

Este sistema está formado por 2 recipientes de vidrio ambar resistentes a las temperaturas de trabajo y a la acción de ácidos.

Básicamente estos dos recipientes son dos botellas invertidas en cuya boca se les ha adaptado dos codos de CPVC, permitiendo la salida de los reactivos cuyo flujo hacia el reactor es controlado por dos válvulas plásticas de bola.

Estas botellas se encuentran sostenidas cada una por un trípode que permite que la superficie de salida de los reactivos queden a una altura de 17 centímetros con respecto a la base en la que se encuentran asentados, lo que va a permitir que los reactivos lleguen al sistema de reacción por gravedad.

La unión de los dos reactivos utilizados se lleva a cabo en un recipiente de plástico situado a la entrada del reactor tubular de tal forma que se logre producir una premezcla efectiva.

En la figura 3.3 se muestra el sistema de alimentación de los reactivos.

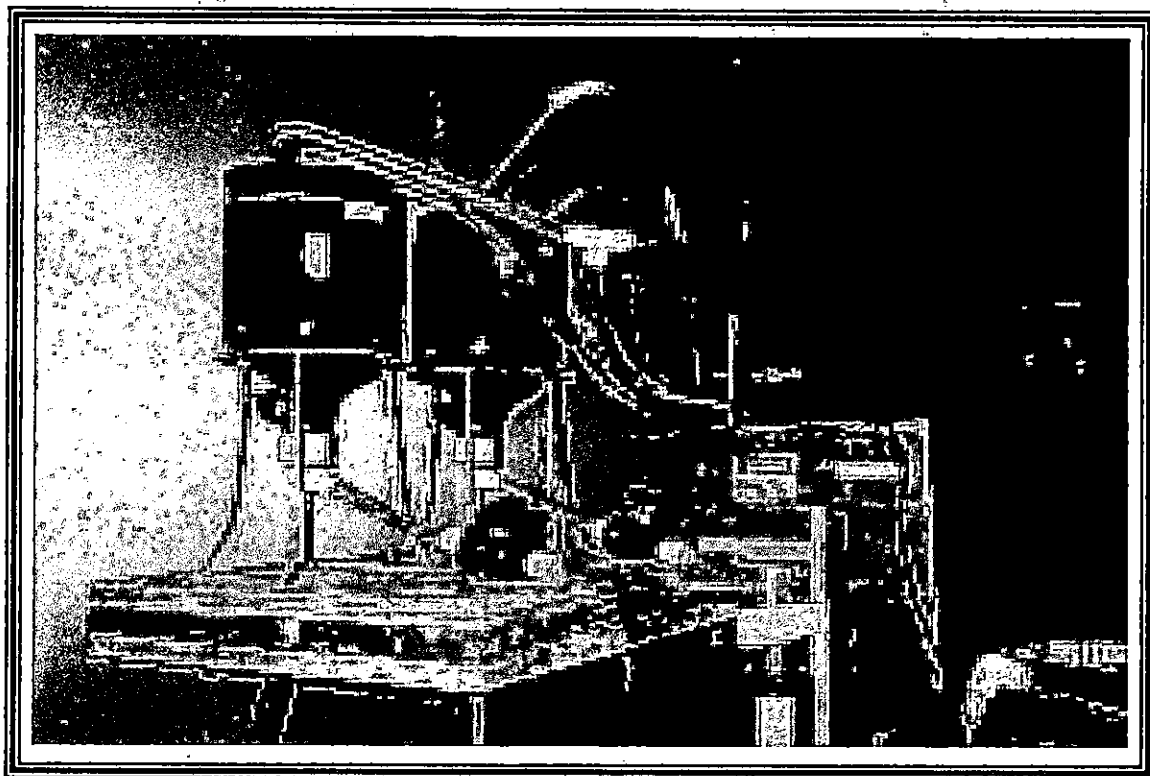


Fig. 3.3 Sistema de alimentación de reactivos

3.2.4 Sistema de calentamiento de los reactivos.

El calentamiento de los reactivos se lleva a través de serpentines de acero inoxidable que se sumergen en los líquidos contenidos en cada recipiente de vidrio.

El medio que cede calor a los reactivos es agua que se calienta a una temperatura entre los 70 a los 80 grados centígrados, el dispositivo que se usa para calentar el agua es un baño maria.

Del baño maria, el agua es bombeada hacia los serpentines por medio de una bomba sumergible de fuente con una potencia de $\frac{1}{2}$ HP que se encuentra adaptada a los serpentines por medio de mangueras plásticas, el agua bombeada es recirculada hacia el baño maria.

En la figura 3.4 se muestra el sistema de calentamiento de los reactivos

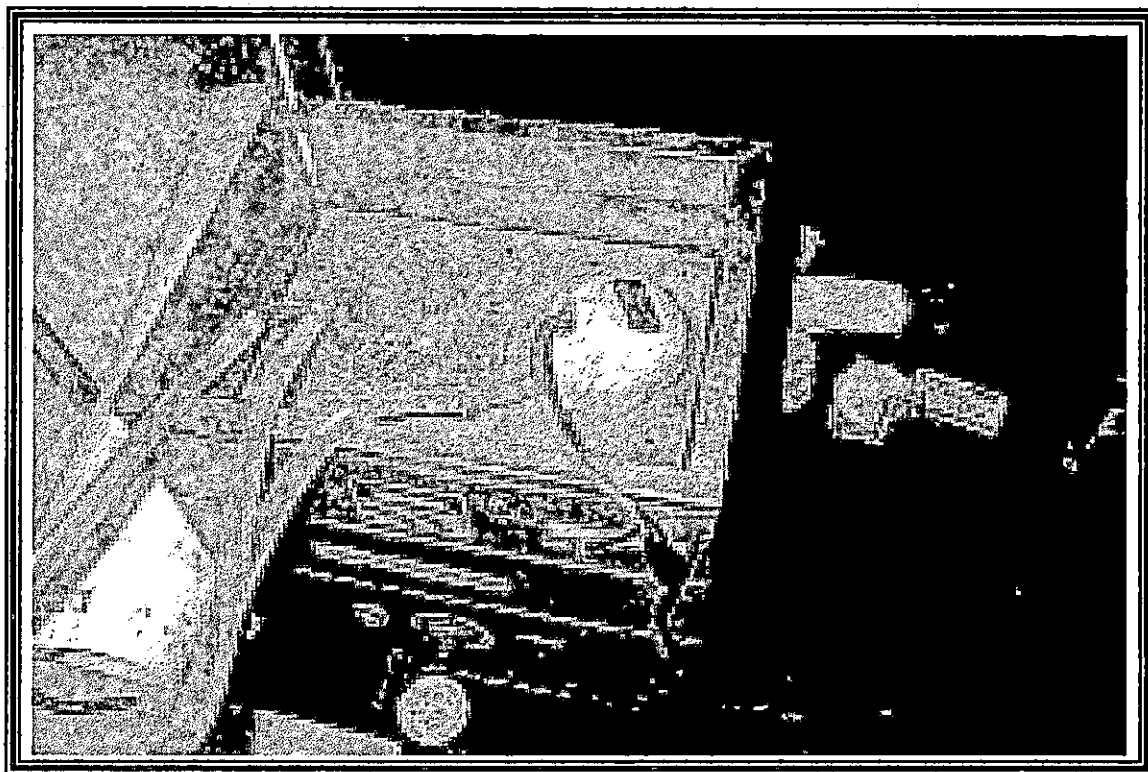


Fig. 3.4 Sistema de calentamiento de los reactivos

3.2.5 Sistema de transferencia de calor para el reactor.

Para lograr mantener el reactor a una temperatura constante, se requiere de un sistema de calentamiento que está formado por un baño maría y las unidades de reacción (carcaza), en el baño maría se calienta el agua que luego será transportada a través de las unidades de reacción en contracorriente al flujo de reactivos.

Para distribuir el agua en las 6 unidades de reacción, se hace uso de una bomba para químicos con una potencia de 1/25 HP, la cual posee un sistema de cebado construido con

tubería y accesorios de CPVC y posee una válvula check en el punto de succión del agua. En la figura 3.5 se muestra el sistema de transferencia de calor para el reactor.

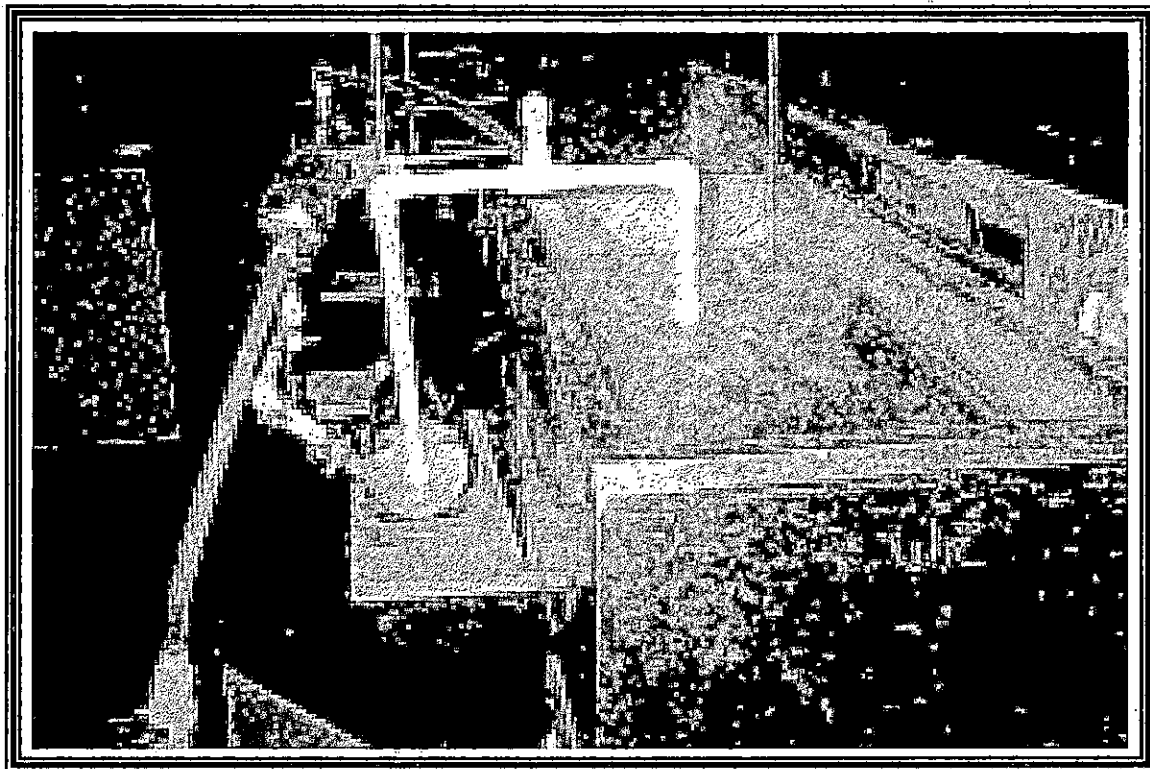


Fig. 3.5 Sistema de transferencia de calor para el reactor

El sistema de distribución del agua está constituido por tubería de CPVC, y por manguera plástica adaptadas a las unidades de reacción por medio de uniones "T" y codos que permiten la recirculación del agua.

4.0 OPTIMIZACION DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR TUBULAR USANDO COMO SISTEMA REACCIONANTE LA HIDRÓLISIS ACIDA DE LA SACAROSA

4.1 DESARROLLO DE LA ETAPA EXPERIMENTAL.

Instalado y construido el reactor tubular cuya descripción física fue plasmada en la sección 3.0, se procederá a la etapa experimental la cual se enfocará en la optimización del manejo del mismo. Para lo cual se hará uso del método estadístico superficie respuesta el cual se describió en el inciso 2.2.

Antes de entrar a la etapa de optimización del funcionamiento del reactor es necesario definir aspectos como los siguientes:

- 1) Establecer el sistema reaccionante para el cual se optimiza la operación del reactor.
- 2) Establecer las variables experimentales que pueden afectar al proceso de reacción en el reactor.
- 3) Determinar la variable de progreso (variable respuesta), de la reacción, que será el indicador del funcionamiento del reactor.

En las secciones de la 4.1.1 a la 4.1.4 se especifican los aspectos antes expuestos para efectuar estudios que optimicen el funcionamiento del reactor.

4.1.1 Selección del sistema de reaccionante.

La reacción seleccionada para efectuar la optimización del funcionamiento del reactor tubular es la hidrólisis ácida de la sacarosa, para lo cual se utilizó ácido clorhídrico. Esta reacción se seleccionó por un doble beneficio:

- a) Su accesibilidad desde el punto de vista cinético, ya que es una reacción cuyo comportamiento está bien caracterizado como una reacción catalítica homogénea que puede describirse con un modelo cinético de primer orden del tipo ($-r_A = K_{obs}C_{sacarosa}$).
- b) La bondad de la reacción en cuanto a la economía y al bajo riesgo de toxicidad y ambiental ya que solo se usan componentes como:
 - Azúcar (sacarosa) (alimento de consumo directo y económico).
 - HCl y NaOH . (Como reactivos, los cuales son económicos, de baja toxicidad y riesgo ambiental si se manejan adecuadamente).

En el anexo III, se presenta la descripción cinética de reacciones catalíticas homogéneas y en el anexo IV, se presentan generalidades sobre la cinética de la hidrólisis de la sacarosa y de aspectos generales sobre la fabricación de azúcar hidrolizada (azúcar invertida).

4.1.2 Variables experimentales que afectan al proceso de reacción.

La descripción de las variables con posible efecto sobre el proceso de hidrólisis de la sacarosa en el reactor tubular se presentan en el cuadro 4.1.

Cuadro 4.1. Descripción de las variables involucradas en el proceso de hidrólisis de la sacarosa

VARIABLE	UNIDADES	DESCRIPCION
Concentración sólidos totales disueltos.	°Brix	Concentración de sólidos totales disueltos en la solución antes de la premezcla
Acido Clorhídrico	Normalidad (#eq. gramo/litro)	Concentración de ácido clorhídrico en una solución agua-ácido antes de la premezcla (catalizador de la hidrólisis)
Temperatura	Grados Centígrados	Medida de la energía térmica alcanzada por las moléculas en solución, es decir temperatura a la que deberá mantenerse el sistema reaccionante.
Longitud	Centímetros	Desplazamiento del sistema reaccionante en el reactor el cual se entiende como la distancia a la cual se monitorea el progreso de la reacción a través de una muestra.

4.1.3 Descripción de la variable respuesta.

- La variable respuesta a registrar y sobre la cual se planteará la optimización del funcionamiento del reactor será el rendimiento en la hidrólisis de la sacarosa que se entenderá como la fracción de conversión de la sacarosa, la cual quedará definida como la razón entre los moles de sacarosa transformados respecto a los moles de sacarosa alimentados al reactor. Es decir:

$$Conv = \frac{\text{moles de sacarosa transformados}}{\text{moles de sacarosa alimentados}} * 100 \quad (4.1)$$

$$Conv = \frac{C_{mezcla} - C_{fsa}}{C_{mezcla}} * 100 \quad (4.2)$$

Donde:

Conv : conversión de sacarosa.

Cmezcla : moles de sacarosa en el punto de mezcla. La mezcla se lleva a cabo cuando la solución de la sacarosa se combina con la solución de ácido clorhídrico, a la entrada del reactor.

Csai : Moles de sacarosa alimentado antes del punto de premezcla.

Cfsa : Concentración final obtenida de sacarosa.

Cssa : Concentración de azúcares sin sacarosa. (moles/litro de azúcar sin sacarosa. (ver sección 4.1.4))

Csaf : Moles de sacarosa transformados que a su vez puede definirse como:

$$C_{saf} = C_{mezcla} - C_{fsa}, \text{ es decir:}$$

$$C_{fsa} = C_{mezcla} - C_{ssa} \quad (4.3)$$

Al obtener el dato de conversión de sacarosa ($Conv$), esta se multiplica por el factor de dilución, el cual dependerá del volumen de NaOH gastado para la neutralización, dicho volumen dependerá de la normalidad del ácido utilizado para la inversión y de la normalidad del NaOH.

Por lo tanto:

$$Conv_f = Conv * \frac{\text{vol total de muestra neutralizada}}{\text{vol. de muestra tomada}}$$

Es decir, si la normalidad del NaOH es similar al del ácido clorhídrico en el punto de mezcla, (asumiendo mezclas iguales de solución de sacarosa y HCl), la dilución será el 50% de la muestra tomada y por lo tanto el factor de dilución será de 2.

4.1.4 Determinación del grado de hidrólisis de la sacarosa.

La determinación del grado de hidrólisis de la sacarosa puede lograrse basicamente de dos formas:

- a) Resgistrando el contenido de sacarosa en muestras tomadas a diferentes condiciones experimentales en el reactor*.
- b) Registrando el contenido de azúcares reductores (producto de la hidrólisis), ver anexo V.

*Las diferentes condiciones experimentales en el reactor se refieren a los distintos tratamientos que se siguen por análisis de superficie respuesta, planteados en las secciones 2.2

Existen diversas técnicas de análisis para cualquiera de estos registros, el listado de estas técnicas y sus aplicaciones se presentan en los cuadros 4.2 y 4.3

Para este trabajo se registrará el contenido de azúcares reductores en muestras tomadas a diferentes condiciones experimentales. La técnica de análisis empleada será la de Lane-Eynon, la cual es una técnica de volumetría redox, que resulta ser la mas conveniente dadas las condiciones de trabajo (en el anexo VI, se presenta la marcha para la aplicación de la técnica de Lane – Eynon).

Para la cuantificación de los azúcares reductores en las muestras se procedió de la siguiente forma:

- Se tomó una muestra de 50 ml de la solución para cada condición experimental, esta se neutraliza con hidróxido de sodio, la muestra neutralizada se coloca en una bureta de 100 ml, tomando la lectura inicial. Luego se titula esta contra 10 ml de reactivo Fehling, en el punto de viraje (cambio de color azul a café oscuro), se toma la lectura final. Por diferencia se obtiene los mililitros de azúcares reductores utilizados para reducir el cobre.

CUADRO 4.2 RESUMEN DE DISTINTOS METODOS QUE PUEDEN SER EMPLEADOS EN EL ANALISIS DEL AZUCAR.

Método	Aplicación	Reactivo	Condiciones de reacción	Tamaño de la muestra	Cantidad de azúcar en la muestra (mg)	Determinación final
Munson y Walker	Glucosa, fructosa, azúcar invertido, lactosa y maltosa.	Soxhlet	Ebull. 2 min.	50 ml.	5-240	Determinación gravimétrica o volumét. Del cobre reducido
Quisumbing y Thomas	Glucosa, fructosa, azúcar invertido, lactosa y maltosa.	Tartrato cúprico alcalino	30 min. 80°C	50 ml.	5-150	Determinación gravimétrica o volumét. Del cobre reducido
Lane y Eynon	Glucosa, fructosa, azúcar invertido, lactosa y maltosa.	Soxhlet	Ebull. 2 min.	0-50 ml	100-800 mg /100 ml	Valorac. Directa del reactivo soxhlet
Luff-Schoorl	Glucosa, fructosa, azúcar invertido, lactosa y maltosa.; azúcar invertido en presencia de sacarosa.	Solución cúprica con carbonato	Ebull. 10 min.	50 ml.	2.4- 62.2	Valorac. Yodométrica del cobre reducido.
Spengler, Todt y Scheuerr	Azúcar invertido en azúcares de remolacha.	Tartrato cúprico con carbonato	10 min. En baño agua hirviendo	100 ml.	0-20	Valorac. Yodométrica del cobre reducido
Sichert y Bleyer	Glucosa en presencia de maltosa	Acetato cúprico	20 min. En baño agua hirviendo	20 ml.	26.5-99	Se disuelve el cobre reducido con sulfato férrico y se valora con permanganato
Ofner	Azúcar invertido en sacarosa.	Tartrato cúprico con con carbonato y fosfato	Ebull. 5 min.	5 ml.	1-20	Valorac. Yodométrica del cobre reducido
Shaffer y Hartmann	Azúcar invertido en sacarosa	Citrato cúprico con carbonato	Ebull. 5 min.	50 ml.	15-150	Valorac. Yodométrica del cobre reducido
Scales	Varios azúcares	Citrato cúprico con carbonato	Ebull. 6 min.	10 ml	10-20	Valorac. Yodométrica del cobre reducido
Willstaatter y Schudel	Aldosas.	Yodo 0.1 N, hidróxido de sodio 0.1 N	Temp. Ambiente	opcional	1-100	Valoración del exceso yodo

Cuadro 4.3 Métodos Instrumentales en la cuantificación de la Sacarosa.

Método Instrumental para cuantificación de sacarosa	Principios del método	Temperatura de trabajo	Aplicación
POLARIMETRÍA	La polarización es la vibración de un rayo de luz en un plano. Muchas sustancias tienen la propiedad de hacer girar este plano, la rotación varía con la concentración, por lo tanto la rotación se vuelve una función de la concentración.	20 °C	Soluciones de sacarosa y otros azúcares
REFRANTOMETRÍA	Desviación de un rayo de luz formando un ángulo a través de un medio, la medida en que se desvía la luz se conoce como índice de refracción.	20 °C	Sólidos totales en soluciones impuras de sacarosa.

(En el anexo VII se presentan las distintas tonalidades que va adoptando la solución a titular a medida que se realiza la determinación de los azúcares reductores por el método de Lane-Eynon).

Para determinar la concentración de azúcares reductores en la muestra se procederá de la siguiente forma:

- Con los mililitros de muestra gastada en la titulación se va a las tablas de (LANE-EYNON (anexo VIII)) o se hace uso de la siguiente ecuación :

$$\text{Valor} = 0.05 * e^{1.08 \times 10^{-3}(X)} \quad (\text{Rosales Cerezo, 1984}) \quad (4.4)$$

Donde:

Valor : El valor obtenido es dado en gramos de azúcar sin sacarosa en los mililitros utilizados (Rosales Cerezo, 1986)..

X : Representa los mililitros de muestra utilizados para reducir el cobre.

Con este “valor”, se calculan los moles de azúcares reductores en la muestra a partir de la siguiente fórmula.

$$C_{ssa} = \frac{\text{Valor(gramos)}}{X(\text{ml})} * \frac{1000\text{ml}}{1\text{litro}} * \frac{1 \text{ mol de azucar invertida}}{360 \text{ gramos}} \quad (4.5)$$

Esta cantidad de azúcares reductores es equivalente a la concentración de azúcar sin sacarosa (C_{ssa}), empleada para el cálculo de la concentración final de sacarosa, planteado en la sección (4.1.2).

A continuación, se presenta un ejemplo de cálculo de la concentración de sacarosa para las diferentes condiciones experimentales en el reactor:

a) Cálculo de la cantidad de sacarosa inicial

Para una solución de 20° Brix, de la tabla del anexo IX, se encuentra que la densidad de la solución es de 1.07797 gr / ml. (ver cuadro de densidades en anexo X). Y como la pureza del azúcar comercial utilizada es de 0.996, obtenemos:

$$\frac{20 \text{ gr sólidos}}{100 \text{ gr solución}} * 0.996 = 0.1992 \text{ gr azúcar}$$

Por tanto las cantidades de sacarosa inicial (C_{sai}) vendrá dada por:

$$C_{sai} = \frac{0.1992 \text{ gr azúcar}}{\text{gr solución}} * \frac{1.07797 \text{ gr solución}}{\text{ml}} * \frac{1000 \text{ ml}}{1 \text{ lt}} * \frac{1 \text{ mol azúcar}}{342.3 \text{ gr azúcar}}$$

$$C_{sai} = 0.62732 \text{ mol / lt}$$

b) Concentración de sacarosa en el punto de mezcla (C_{mezcla}):

En este punto la solución de sacarosa se mezcla con un volumen aproximadamente igual de ácido clorhídrico; antes de la entrada al reactor y dado que se consideran fluidos incompresibles la concentración inicial de sacarosa disminuye a la mitad :

$$C_{sai} = 0.62732 \text{ mol / lt}$$

$$C_{mezcla} = \frac{C_{sai}}{2} = \frac{0.62732 \text{ mol / litro}}{2} = 0.31366 \text{ mol / litro}$$

c) Determinación de azúcares sin sacarosa:

Esta determinación se lleva a cabo siguiendo el método de Lane y Eynon que se presenta en el anexo V, y con el uso de tablas (anexo VIII) o de la ecuación (4.4) que correlaciona los valores de las tablas.

Por ejemplo, si en una de las pruebas realizadas al trabajar con 10 ml de solución de Fehling, se necesitó un volumen de azúcar de 24.4 ml (muestra neutralizada) para reducir el cobre durante la titulación, si hacemos uso de la ecuación 4.4 se obtiene:

$$\text{Valor} = 0.05133 \text{ gr de azúcar invertida.}$$

Haciendo uso de la ecuación 4.5 se obtiene :

$$C_{ssa} = \frac{0.05133 \text{ gr az. invertida}}{24.4 \text{ ml}} * \frac{1000 \text{ ml}}{1 \text{ lt}} * \frac{1 \text{ mol de az. invertida}}{360 \text{ gr. az. invertida}} = 5.8441 \times 10^{-3} \text{ mol / litro}$$

d) Concentración final de sacarosa. Al plantear la definición de la concentración final de sacarosa se tiene:

$$C_{fsa} = C_{mezcla} - C_{ssa}$$

$$C_{fsa} = 0.31366 - 5.8441 \times 10^{-3} \text{ mol / lt}$$

$$C_{fsa} = 0.307815 \text{ mol/lt}$$

e) Cálculo de la conversión:

Haciendo uso de la ecuación 4.3 se obtiene:

$$\text{Conv} = \frac{0.31366 - 0.307815}{0.31366} \times 100 = 1.86 \%$$

Si el factor de dilución es de 2 la conversión final será de: 3.7264%.

5.0 MECANISMO DE LA EXPERIMENTACION.

El mecanismo de la experimentación puede dividirse en :

- Preparación de las soluciones
- Preparación del reactor tubular
- Preparación del sistema de calentamiento del reactor.
- Realización de las pruebas.

En las secciones de la 5.1 a la 5.3 se describe este mecanismo.

5.1 Preparación de las soluciones.

Se preparan soluciones de azúcar a una concentración de 20,25 y 30 °Brix, el azúcar utilizado posee una pureza del 99.6 %. Estas soluciones se preparan el mismo día de la experimentación ya que esta tiende a fermentarse si se prepara con días de anticipación.

Se preparan soluciones de HCl debidamente estandarizadas (ver anexo 2), estas soluciones van de 0.05,0.06 a 0.07 N.

5.2 Preparación del reactor tubular

Antes de realizar el experimento se prepara el reactor tubular para alcanzar las condiciones de temperatura requerida.

5.2.1 Preparación del sistema de calentamiento del reactor.

Con un tiempo de una a una y media hora antes de realizar la prueba se conectan y encienden el baño maría, básicamente si se requiere una temperatura de 60 °C la perilla del termostato del baño maría se coloca entre los números 4.5 a 5. Esto va a depender de la temperatura a la cual se está trabajando

El mismo procedimiento se dá con el baño maría utilizado para el calentamiento de los reactivos, esta temperatura generalmente se lleva a 70-80 °C para lo cual la perilla se coloca en el número 8.

Cuando la temperatura requerida es alcanzada se procede al cebado de la bomba para químicos y encendido de la misma. Para cebar la bomba se añade agua en la "T" colocada en medio de la válvula check y la bomba hasta que esta se llena tapando la "T" con su respectivo tapón antes del encendido.

Es de importancia notar que la temperatura en el baño maría baja como consecuencia de la transferencia de calor.

Los reactivos previamente preparados son calentados primeramente en el baño maría utilizado para calentar el reactor (estos se ponen a calentar desde el momento en que se enciende el baño). Posteriormente son vertidos en los recipientes hasta la altura indicada por ellos (en este momento todo el sistema de calentamiento de los reactivos ha sido debidamente

instalado y adaptado, es decir se han introducido los serpentines en los recipientes y se han conectado a la bomba sumergible). Se conecta la bomba de fuente sumergible y se mantienen los reactivos en continua agitación y medición de la temperatura hasta que se alcanza la temperatura con la que se desea operar el reactor.

5.3 Realización de las pruebas.

Cuando todo lo anterior está acondicionado, se comienzan a tomar las muestras.

Primeramente se abre la válvula terminal del reactor hasta la marca indicada, seguidamente se abre la válvula de bureta en la que se tomará la muestra a la cual se le ha colocado un beaker para recoger la muestra.

Después se abren simultáneamente las válvulas de los recipientes que contienen los reactivos, hasta la marca indicada y a la cual se desea trabajar para lograr mezclar volúmenes iguales.

Se deja caer un momento la solución en reacción y posteriormente se tomaron 50 ml de esta la cual rápidamente se neutraliza con NaOH, se vierte en una bureta de 100 ml anotando la lectura que marca la bureta, tomándola como lectura inicial.

En este momento se prepara el reactivo de Fehling cuya marcha ha sido descrita en el anexo V. Es decir en un erlenmeyer se adicionan 5 ml de Fehling A, 5 ml de Fehling B, 30 ml de agua. Se ponen a calentar hasta que este hierve dejándolo por 2 minutos, pasado este

tiempo se le agregan 3 gotas de Azul de metilo y se procede a titular hasta obtener un color rojo ladrillo.

Se lee el contenido de la bureta después de la titulación reportándola como volumen final. La resta del volumen final menos el volumen inicial dan los mililitros gastados que posteriormente se utilizaran para el cálculo del % de conversión. Ver ejemplo de cálculo en la sección 4.1.3.

6.0 APLICACIÓN DEL ANÁLISIS DE SUPERFICIE RESPUESTA PARA DEFINIR LA OPERACIÓN EN EL REACTOR TUBULAR.

Con el objetivo de estudiar el efecto de diversos factores sobre la conversión de sacarosa en el reactor tubular construido, se efectuó un análisis de superficie respuesta, ya que, a través de este análisis es posible determinar los niveles de las variables que permiten optimizar la operación en el reactor.

Esta optimización se enfocará en buscar los niveles de temperatura, concentración de sacarosa, concentración de HCl (catalizador) y longitud del reactor, las cuales tenderán a volver máxima la conversión de la sacarosa.

Como ya se planteó en la sección (2.2), el análisis de superficie respuesta se divide en dos etapas:

- a) Ajuste de un modelo de primer orden, y
- b) Ajuste de un modelo de segundo orden.

En las secciones de la 6.1 a la 6.2.2 se describen el diseño, resultados y análisis para esta investigación.

6.1 APLICACIÓN DE LA ETAPA DE PRIMER ORDEN

6.1.1 Diseño y ensayos para la etapa de primer orden.

Para la etapa de primer orden se usará un modelo 2^4 , con cuatro puntos centrales lo que implica un total de 20 ensayos. Para la estrategia de primer orden se recomienda partir de

diseños factoriales 2^K , contando con puntos centrales, esto es debido a sus características ortogonales. K representa el número de factores involucrados.

Las combinaciones de tratamientos para los ensayos a partir de este modelo se presentan en la tabla 6.0. Además en la tabla 6.1 se presentan los valores de las variables para los niveles + (máximo) y - (mínimo) y el punto central (0).

Cuadro 6.0 Codificación de los factores en estudio

Nº Prueba	Brix	HCl	Temper	Long.
1	-	-	-	-
2	+	-	-	-
3	-	+	-	-
4	+	+	-	-
5	-	-	+	-
6	+	-	+	-
7	-	+	+	-
8	+	+	+	-
9	-	-	-	+
10	+	-	-	+
11	-	+	-	+
12	+	+	-	+
13	-	-	+	+
14	+	-	+	+
15	-	+	+	+
16	+	+	+	+
17	0	0	0	0
18	0	0	0	0
19	0	0	0	0
20	0	0	0	0

Cuadro 6.1 Niveles de los factores y sus codificaciones

Nivel (código)	Concentración inicial de sólidos totales (°Brix)	Concentración de catalizador (HCl)	Temperatura de reacción (Temper)	Longitud del reactor (Long)
Mínimo (-)	20	0.05	60	110
Central (0)	25	0.06	65	165
Máximo (+)	30	0.07	70	210

El orden en el que se efectuó en la practica cada uno de los 20 ensayos se determinó aleatoriamente. En el cuadro 6.2 se presentan los resultados obtenidos.

Cuadro 6.2 Resultados obtenidos.

No. Prueba	Brix °Brix	HCl N _{HCl}	Temper °C	Long. cm	Conversión %
1	20	0.05	60	110	2.2164
2	30	0.05	60	110	1.947
3	20	0.07	60	110	4.6401
4	30	0.07	60	110	2.0893
5	20	0.05	70	110	3.5133
6	30	0.05	70	110	2.7585
7	20	0.07	70	110	5.5041
8	30	0.07	70	110	5.3787
9	20	0.05	60	210	2.6085
10	30	0.05	60	210	4.2993
11	20	0.07	60	210	3.3981
12	30	0.07	60	210	4.5347
13	20	0.05	70	210	8.4119
14	30	0.05	70	210	6.7713
15	20	0.07	70	210	8.3342
16	30	0.07	70	210	9.7792
17	25	0.06	65	165	3.1455
18	25	0.06	65	165	4.0000
19	25	0.06	65	165	4.1148
20	25	0.06	65	165	3.495

En la tabla 6.4, se presenta la estimación de los efectos de cada factor o combinación del factor, ordenados de mayor a menor.

Cuadro 6.4 Cálculo de los efectos

ORDEN (j)	EFECTO	ESTIMACION	$(j-0.5)/15$
15	C	6.179475	0.9667
14	D	5.022475	0.9
13	CD	3.048525	0.8333
12	B	2.783025	0.7667
11	ABC	1.637625	0.7
10	AD	1.583025	0.6333
9	ABC	1.045825	0.5667
8	BC	0.987575	0.5
7	AB	0.219875	0.4333
6	ABCD	0.182275	0.3667
5	BCD	-0.034975	0.3
4	A	-0.267125	0.2333
3	AC	-0.270775	0.1667
2	BD	-0.805425	0.1
1	ACD	-1.240725	0.0333

A partir del cuadro 6.4, se grafica la probabilidad normal (columna 4) contra el valor del efecto tal como se muestra en el gráfico 6.1, la cual se acompaña además de un análisis de pareto de los efectos, figura 6.2.

Como puede observarse en ambas gráficas (fig. 6.1 y 6.2), los efectos mas significativos sobre la conversión de sacarosa en el reactor son la temperatura, la longitud , la interacción entre estas y la concentración de HCl (catalizador).

Con los resultados obtenidos en el cuadro 6.2 se procedió a ajustar un modelo lineal de primer orden, el cual describe la relación entre la conversión de la sacarosa (variable respuesta) y la concentración de sólidos totales, concentración de HCl, temperatura y longitud (variables explicativas).

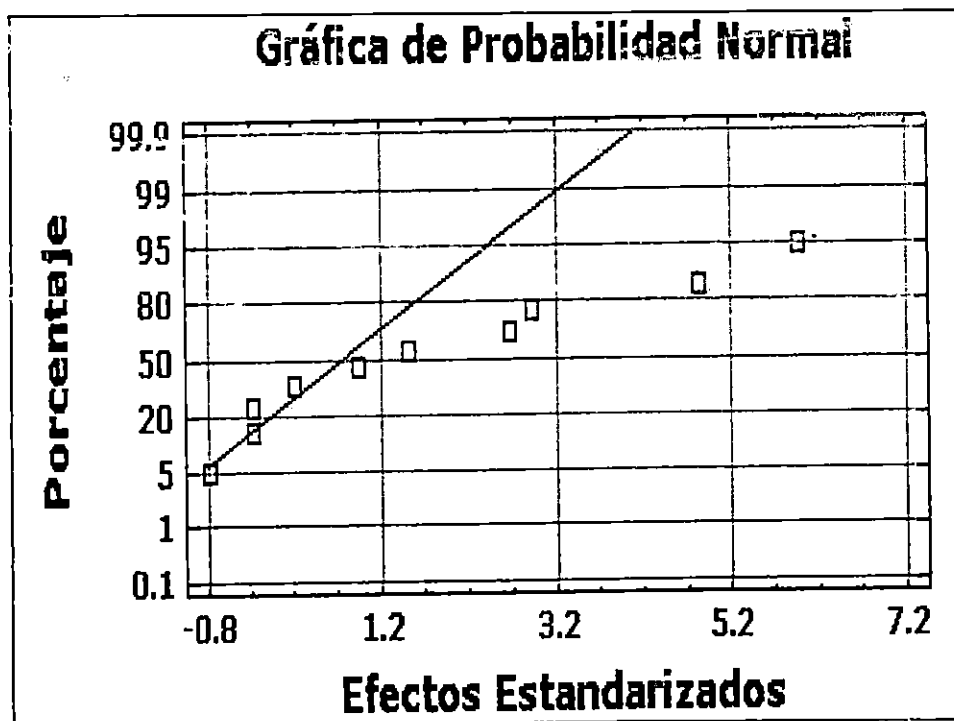


Fig. 6.1 Gráfica de Probabilidad Normal de los efectos

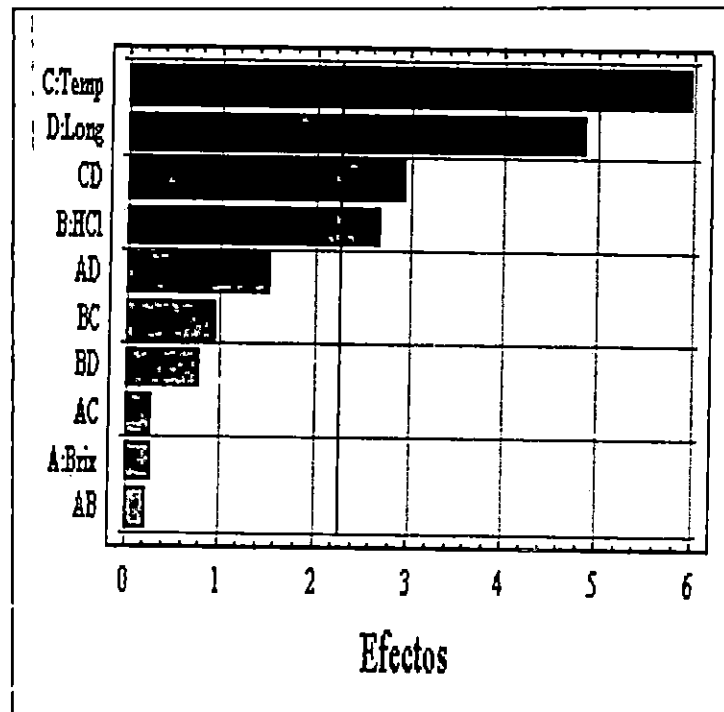


Fig. 6.2 Diagrama de Pareto

La ecuación ajustada para este modelo es:

$$\text{Conver} = 4.547 - 0.0667875 * \text{Brix} + 0.695763 * \text{HCl} + 1.54486 * \text{Temp} + 1.25561 \text{ Long} \quad (6.1)$$

Donde:

Brix : Concentración inicial de sólidos totales.

HCl : Concentración inicial del ácido clorhídrico (catalizador)

Temp : Temperatura a la cual se llevan a cabo las pruebas.

Long : Longitud del reactor.

El análisis de significancia de los parámetros del modelo se presenta en el cuadro 6.5 y la significancia del modelo general de primer orden se presenta en el cuadro 6.6.

Cuadro 6.5 Análisis de significancia de los parámetros del modelo.

Variable dependiente : Conver				
Parámetro	Estimación	Error estándar	Estadístico t	Nivel de significancia
Constante	4.547	0.278018	16.355	0.0000
Brix	-0.0667875	0.310834	-0.214865	0.8328
HCl	0.695763	0.310834	2.23837	0.0408
Temp	1.54486	0.310834	4.97005	0.0002
Long	1.25561	0.310834	4.03949	0.0011

Cuadro 6.6 Análisis de Varianza

Superficie	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	F- ratio	Nivel de significancia
Modelo	71.2273	4	17.8068	11.52	0.0002
Residuos	23.1883	15	1.54589		
Total (corr.)	94.4156	19			

R- cuadrado = 75.4402 %

R -- cuadrado (ajustado) = 68.8909 %

Estimación del error estándar = 1.24334

Media del error absoluto = 0.890374

Estadístico de Durbin – Watson = 1.54943

De estos análisis puede concluirse que el modelo de primer orden es significativo, ya que el nivel de significancia para el modelo en general es menor que $\alpha = 0.01$ ($0.0002 < 0.01$) sin embargo el estadístico R - cuadrado ajustado indica que el modelo explica el 68.89 % de la de variabilidad observada en la conversión de sacarosa.

De los resultados obtenidos en el cuadro 6.5 puede observarse que el efecto que menor significancia tiene es el que corresponde a la concentración inicial de sacarosa ($0.8328 > 0.01$).

Lo que también puede observarse en el gráfico de los efectos principales vs. conversión, fig. 6.3. En esta figura podemos observar que la concentración del HCl, la temperatura de la reacción y la longitud del reactor, presentan una tendencia a aumentar la conversión en línea recta, mientras que el efecto de la concentración inicial de sacarosa no hace aumentar la conversión, manteniéndola en un nivel constante.

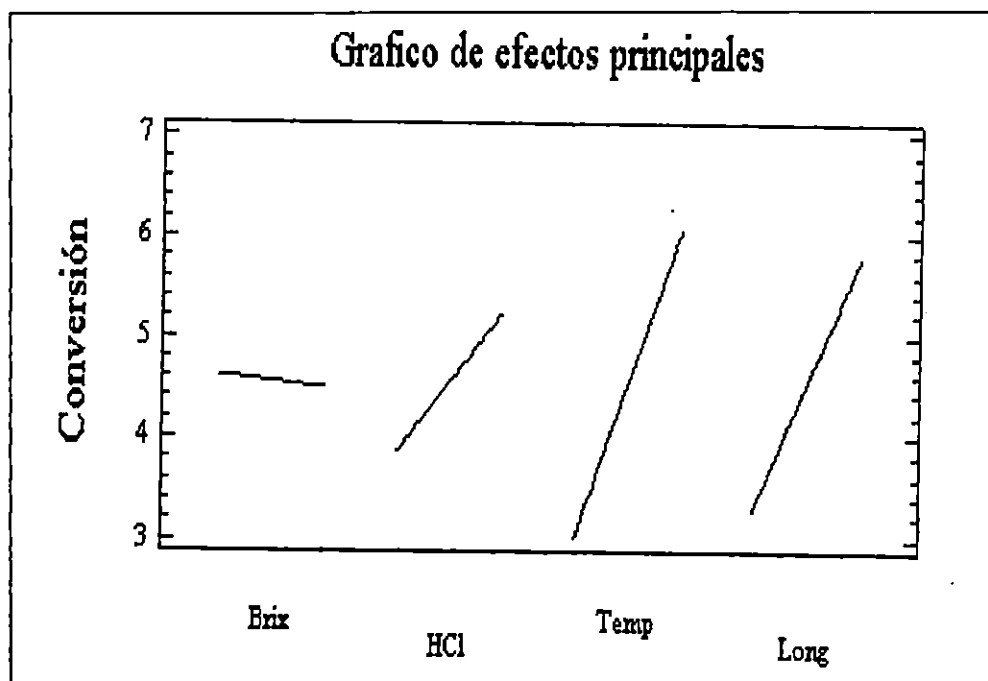


Fig. 6.3 Gráfica de efectos principales

El test estadístico de residuos de Durbin-Watson, el cual determina si existe una autocorrelación significativa en el orden de los datos mayor a 1.4, lo que confirma que no existe evidencia de autocorrelación entre las variables independientes, tal como se observa en la figura 6.4.

La gráfica de los residuos vrs. los valores predichos, figura 6.4, revela un efecto de curvatura aún no capturado. Para verificar si existe un efecto de curvatura significativo, que de la pauta para ajustar un modelo cuadrático, se calculan los siguientes estadísticos.

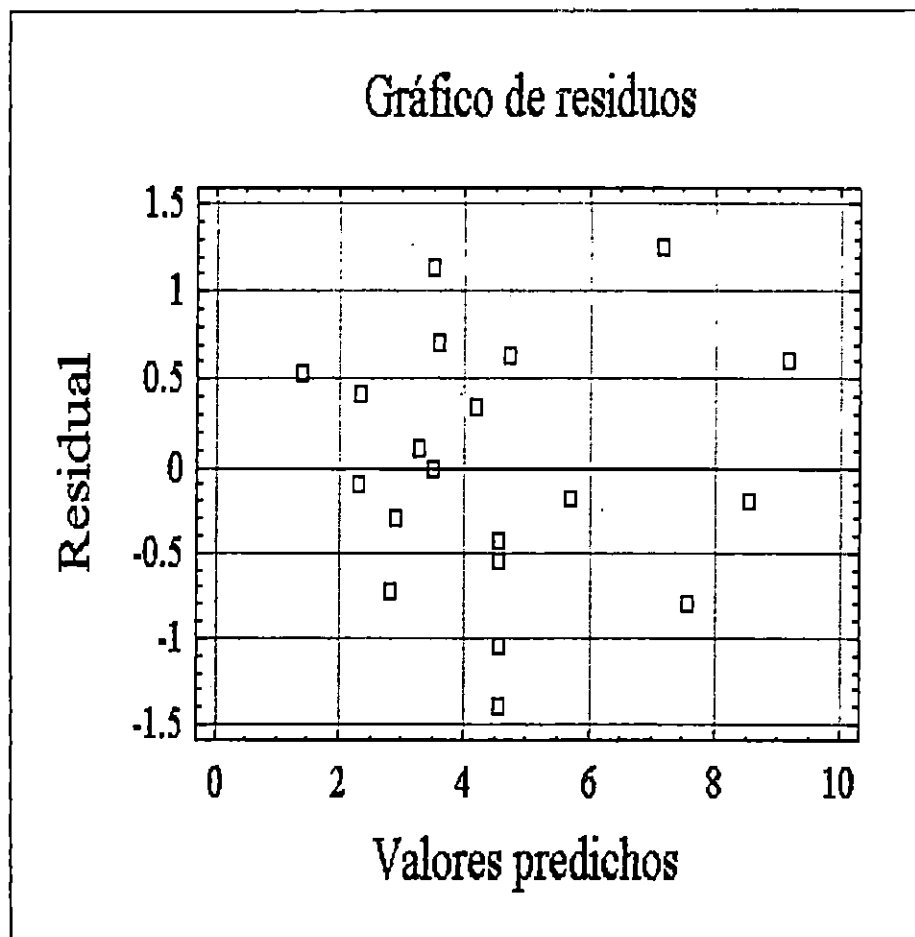


Fig. 6.4 Gráfica de tendencia de los Residuos

Para tener una noción del camino a seguir se realiza un test de curvatura, si hay evidencia de la existencia de esta, la siguiente estrategia sería el ajuste de un modelo cuadrático.

Se calculan los siguientes estadísticos:

- Varianza del modelo (S^2), la cual tiene el valor de $S^2 = 0.2036849$, siendo la desviación típica (S) de 0.4513146 ($S = \sqrt{S^2}$).
- El estadístico de contraste, t calculado, el cual se calcula a partir de la ecuación 6.2.

$$t_{\text{calculado}} = \frac{\bar{Y}_{\text{cubo}} - \bar{Y}_{\text{centro}}}{\sqrt{S^2/n_{\text{cubo}} + S^2/n_{\text{centro}}}} = \frac{4.7615375 - 3.6888}{\sqrt{0.2036849/16 + 0.2036849/4}} = 4.268 \quad (6.2)$$

Y que para esta prueba toma un valor de 4.268.

Este valor obtenido es comparado con la t- student de tablas ($t_{\text{tablas}} = 3.182$) leída para un nivel de significancia de 0.025 y con 3 grados de libertad.

Al comparar ambos valores ($t_{\text{calc.}} = 4.268 > t_{\text{tablas}} = 3.182$), se observa que el t calculado es mayor que el t de tablas por tanto puede concluirse que si existe un efecto de curvatura significativa. (Tal como se manifiesta en el análisis de residuos).

Debido a que existe efecto de curvatura el camino a seguir para acercarse a las condiciones óptimas de operación será una estrategia de segundo orden en la que se ajustará un modelo cuadrático.

Para adoptar los nuevos valores centrales, se realizará el Método de Máxima pendiente, el que nos servirá para encontrar el nuevo punto central para aplicar la estrategia de segundo orden.

Para adoptar los valores de los nuevos puntos centrales para el ajuste del modelo de segundo orden se aplicará el método de la máxima pendiente. La aplicación de este se presenta en la sección 6.1.3.

6.1.3 Método de máxima pendiente

En esta etapa del experimento, el modelo que se adoptará será el de experimentar a lo largo de la dirección de máximo crecimiento hasta que la conversión deje de aumentar.

Para obtener los nuevos puntos de experimentación se deriva la ecuación 6.1 del modelo lineal de primer orden, respecto a cada factor, obteniéndose:

- Para la concentración inicial de sacarosa (°Brix) :

$$\frac{dConv}{dBrix} = -0.0668$$

- Para la concentración del ácido clorhídrico (HCl):

$$\frac{dConv}{dHCl} = 0.06958$$

- Para la temperatura (Temp):

$$\frac{dConv}{dTemp} = 1.5449$$

- Para la longitud (Long):

$$\frac{dConv}{dLong} = 1.2556$$

Generando el vector: [-0.0668, 0.06958, 1.5449, 1.2556]

Sin embargo, es necesario el calculo del vector unitario para experimentar a distancias similares a las condiciones experimentales anteriormente utilizadas.

El vector unitario es por tanto:

$$u = \left[\frac{-0.068}{1.9966}, \frac{0.06958}{1.9966}, \frac{1.5449}{1.9966}, \frac{1.2556}{1.9966} \right]$$

$$u = [-0.0334, 0.0348, 0.7738, 0.6289]$$

$$N = \sqrt{(-0.0668)^2 + (0.06958)^2 + (1.5449)^2 + (1.2556)^2} = 1.9966$$

Donde 1.9966 es la norma del vector.

Para obtener los valores originales de las variables Brix, HCl, Temp y Long, basta con utilizar las expresiones siguientes:

$$Brix = 25 + 5x_1 \quad (6.3)$$

$$HCl = 0.06 + 0.01x_2 \quad (6.4)$$

$$Temp = 65 + 5x_3 \quad (6.5)$$

$$Long = 165 + 55x_4 \quad (6.6)$$

En la tabla 6.7 se presentan resultados resultados de experimentos adicionales hechos en la dirección de ascenso, con el objeto de definir el valor del nuevo punto central para el ajuste del modelo de segundo orden.

Cuadro 6.7 Experimentos adicionales en la dirección de máximo crecimiento

	Brix	HCl	Temp	Long	Conv
2u	25	0.05	73	210	12.395%
3u	25	0.05	75	275	14.448%
5u	25	0.05	77	330	12.619%

De acuerdo a los datos del cuadro 6.7 las condiciones de 25 Brix, 0.05 HCl , 75 °C y a 275 cm., se da un máximo de conversión (14.48 %), por tanto este punto será usado como punto central para las pruebas en la estrategia de segundo orden.

6.2 APLICACIÓN DE LA ESTRATEGIA DE SEGUNDO ORDEN PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL FUNCIONAMIENTO DEL REACTOR TUBULAR.

Para efectuar el ajuste del modelo de segundo orden se usará el diseño de experimentos de Box-Behnken, el cual además de satisfacer las condiciones de ortogonalidad y rotabilidad es eficiente en cuanto al número de ensayos (ver sección 2.2).

El diseño posee 3 puntos centrales y plantea en general 27 ensayos en los que se combinan los niveles de las variables involucradas.

En el cuadro 6.8 se presentan las variables y sus niveles de prueba, y en el cuadro 6.9 se presentan las condiciones de tratamiento para los 27 ensayos.

Cuadro 6.8 Niveles de los factores y sus codificaciones

Nivel (código)	factor			
	Concentración inicial de sólidos totales (°Brix)	Concentración de catalizador (HCl)	Temperatura de reacción (Temper)	Longitud del reactor (Long)
Mínimo (-)	20	0.04	70	220
Central (0)	25	0.05	75	275
Máximo (+)	30	0.06	80	330

Cuadro 6.9 Codificación de los factores en estudio para la estrategia de segundo orden.

No prueba	°Brix	HCl	Temperatura	Longitud
1	+	+	0	0
2	+	0	+	0
3	-	+	0	0
4	+	0	0	+
5	-	0	0	-
6	+	0	-	0
7	+	-	0	0
8	0	0	-	+
9	0	+	0	-
10	0	+	+	0
11	0	0	0	0
12	0	0	-	-
13	-	0	+	0
14	0	0	+	-
15	0	-	+	0
16	0	0	0	0
17	0	0	+	+
18	-	0	0	+
19	-	-	0	0
20	0	+	0	+
21	0	-	0	+
22	0	0	0	0
23	0	+	-	0
24	0	-	-	0
25	+	0	0	-
26	0	-	0	-
27	-	0	-	0

Después de haber elegido el modelo de segundo orden de Box Behnken, y realizado las pruebas aleatoriamente se obtuvieron los resultados que se muestran en el cuadro 6.10 .

Cuadro 6.10 Resultados obtenidos en la etapa de segundo orden

No prueba	A °Brix	B HCl	C Temperatura	D Longitud	Conversión
1	30	0.06	75	275	11.3340
2	30	0.05	80	275	21.7398
3	20	0.06	75	275	15.0364
4	30	0.05	75	330	11.3340
5	20	0.05	75	220	10.3458
6	30	0.05	70	275	8.3501
7	30	0.04	75	275	8.3500
8	25	0.05	70	330	11.5874
9	25	0.06	75	220	13.8898
10	25	0.06	80	275	26.7300
11	25	0.05	75	275	16.5212
12	25	0.05	70	220	8.8186
13	25	0.05	80	275	23.2931
14	25	0.05	80	220	20.3909
15	25	0.04	80	275	19.2623
16	25	0.05	75	275	17.7863
17	25	0.05	80	330	20.4700
18	20	0.05	75	330	11.6944
19	20	0.04	75	275	10.5898
20	25	0.06	75	330	12.6339
21	25	0.04	75	330	15.0911
22	25	0.05	75	275	17.1500
23	25	0.06	70	275	9.2849
24	25	0.04	70	275	8.9307
25	30	0.05	75	220	9.3776
26	25	0.04	75	220	13.8898
27	25	0.05	70	275	8.4119

El modelo de segundo orden ajustado a partir de los datos del cuadro 6.10 se presenta a continuación, ecuación 6.7

$$\begin{aligned}
 Conv = & 17.1532 - 0.740492 * Brix + 1.04173 * HCl + 6.35066 * Temper + 0.508192 * Longitud \\
 & - 3.61706 * Brix^2 - 0.36565 * Brix * HCl - 0.372875 * Brix * Temper + \\
 & 0.15195 * Brix * Longitud - 1.75816 * HCl^2 + 1.70472 * HCl * Temper - \\
 & 0.6143 * HCl * Longitud + 1.02272 * Temper^2 - 0.672425 * Temper * Longitud - \\
 & 2.40876 * Longitud^2
 \end{aligned}$$

El análisis de significancia de los parámetros del modelo se presenta en la tabla 6.11 y el análisis de significancia general del modelo de segundo orden ajustado se presenta en la tabla 6.12

Cuadro 6.11 Análisis de Superficie Respuesta

PARAMETROS	COEFICIENTES	ESTIMACION DEL ERROR	ESTADISTICO	NIVEL DE SIGNIFICANCIA
Constante	17.1532	1.06742	16.0698	0.0000
Brix	-0.740492	0.533708	-1.38745	0.1905
HCl	1.04173	0.533708	1.95186	0.0747
Longitud	0.508192	0.533708	0.952191	0.3598
Temperatura	6.35066	0.533708	11.8991	0.0000
Brix ²	-3.61706	0.800562	-4.51815	0.0007
HCl ²	-1.75816	0.800562	-2.19616	0.0485
Longitud ²	-2.40876	0.800562	-3.00884	0.0109
Temper ²	1.02272	0.800562	1.2775	0.2256
Brix*HCl	-0.36565	0.924409	-0.39555	0.6994
Brix*Longitud	0.15195	0.924409	0.164375	0.8722
Brix*Temper	-0.372875	0.924409	-0.403366	0.6938
HCl*Longitud	-0.6143	0.924409	-0.664533	0.5189
HCl*Temper	1.70472	0.924409	1.84412	0.0900
Longitud*Temper	-0.672425	0.924409	-0.727411	0.4809

Cuadro 6.12 Análisis de Varianza

Superficie	Suma de Cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	F-Ratio	Nivel de significancia
Modelo en General	646.023	14	46.1445	13.50	0.0000

R-cuadrático = 94.0298 %

R-cuadrático ajustado = 87.0646 %

Del cuadro 6.11 puede observarse cuales efectos son significativos y cuales no, siempre por comparación del nivel de significancia del cuadro (columna 5) con un $\alpha = 0.05$ de acuerdo a este cuadro, los efectos significativos son:

- El efecto lineal de la temperatura
- El efecto cuadrático de la concentración inicial de los sólidos totales (°Brix)
- El efecto cuadrático de la concentración inicial del catalizador (HCl)
- El efecto cuadrático de la longitud (Long)

Según el análisis de significancia, el modelo cuadrático es significativo a un $\alpha = 0.05$, y explica según el valor del R^2 ajustado, el 87.1 % de la variabilidad observada en la conversión de sacarosa.

El valor de R-cuadrado obtenido es bastante aceptable, lo cual respalda la adecuación del modelo cuadrático. Además como puede verse en la figura 6.6 (gráfico de residuos), no

existe ninguna tendencia apreciable en los residuos respecto a los valores predichos, lo que contribuye a la aceptación del modelo cuadrático planteado.

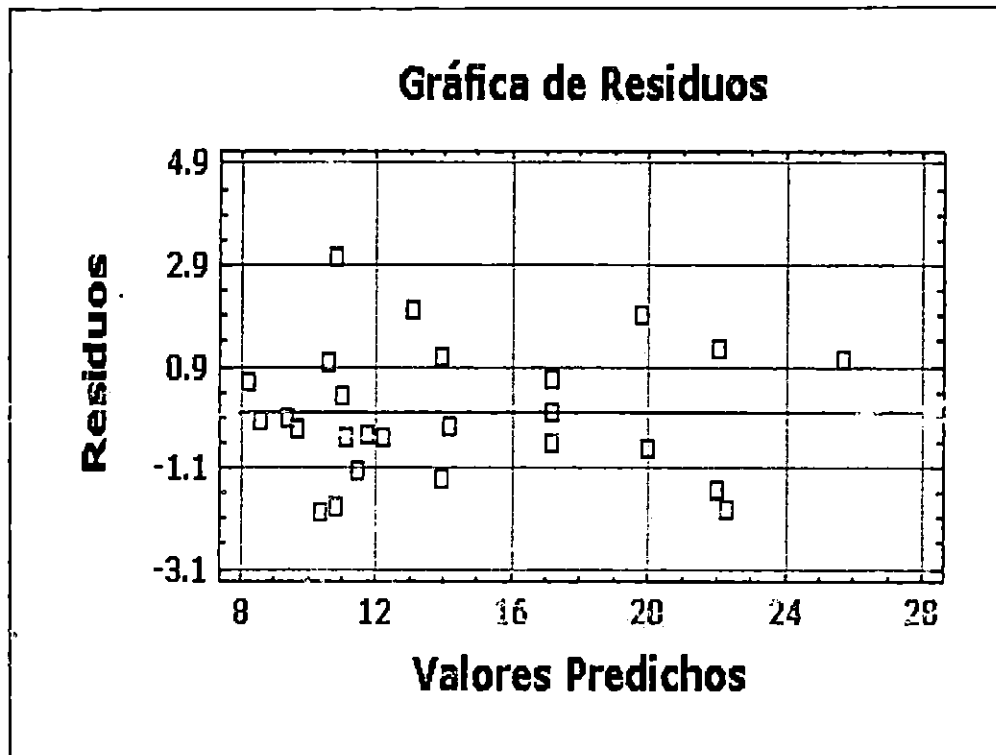


Fig. 6.6 Gráfica de tendencia de Residuos.

Comprobando la idoneidad del modelo, se procede a calcular la coordenada del punto estacionario (punto máximo, punto mínimo o punto de silla).

6.2.1 Localización del punto Estacionario.

Si se desea determinar el punto en el que los niveles de los efectos de las variables optimizan la operación del reactor, se tendrá que obtener el punto estacionario. Este punto puede ser un máximo, un mínimo o un punto de silla y se obtiene a partir de derivar parcialmente la función de conversión de sacarosa, respecto a cada variable e igualar a cero.

$$\frac{dConv}{dBrix} = 0 \quad ; \quad \frac{dConv}{dHCl} = 0 \quad ; \quad \frac{dConv}{dTemp} = 0 \quad ; \quad \frac{dConv}{dLong} = 0$$

Para obtener el punto estacionario se puede usar también una notación matricial para el modelo de segundo orden.

$$\hat{Y} = \hat{\beta}_0 + X'b + X'BX \quad (6.8)$$

En donde

$$X = \begin{pmatrix} X_1 \\ X_2 \\ X_3 \\ X_4 \end{pmatrix} \quad b = \begin{pmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \\ \beta_4 \end{pmatrix} \quad B = \begin{pmatrix} \beta_{11}, \beta_{12}/2, \dots, \beta_{1K}/2 \\ \beta_{2,1}, \beta_{22}, \dots, \beta_{2K}/2 \\ \dots \\ \beta_{K1}, \dots, \beta_{KK} \end{pmatrix}$$

En otras palabras, b es el vector ($K \times 1$) de coeficientes de regresión de primer orden, y B es una matriz simétrica ($K \times K$) cuya diagonal principal esta formada por los coeficientes de

los términos cuadráticos puros (β_{ii}), mientras que los elementos fuera de esta diagonal corresponden a un medio del valor de los coeficientes cuadráticos mixtos.

En el cuadro 6.13, se presentan los coeficientes del modelo de segundo orden.

Cuadro 6.13 Coeficientes de Regresión para el Modelo Cuadrático

Constante	17.1532	
A:Brix		-0.740492
B: HCl		1.04173
C: Temper		6.35066
D:Longitud		0.508192
AA	-3.61706	
AB	-0.36565	
AC	-0.372875	
AD	0.15195	
BB	-1.75816	
BC	1.70472	
BD	-0.6143	
CC	1.02272	
CD	-0.672425	
DD	-2.40876	

El punto estacionario puede calcularse a partir de (Montgomery, 1991)

$$X_o = -1/2 * B^{-1} b \quad (6.9)$$

Por tanto la respuesta predicha en el punto estacionario vendrá dada por (Montgomery, 1991):

$$\hat{Y}_o = \hat{\beta}_o \quad 1/2 X_o' b \quad (6.10)$$

Para nuestro análisis los coeficientes para elaborar las matrices b y B se obtienen de la ecuación 6.7 y del cuadro 6.13 .

$$b = \begin{pmatrix} -0.740492 \\ 1.04173 \\ 6.35066 \\ 0.508192 \end{pmatrix}$$

$$B = \begin{pmatrix} -3.61706 & -0.36565/2 & -0.372875/2 & 0.15195/2 \\ -0.36565/2 & -1.75816 & 1.70472/2 & -0.6143/2 \\ -0.372875/2 & 1.70472/2 & 1.02272 & -0.672425/2 \end{pmatrix}$$

$$B = \begin{pmatrix} -3.61706 & -0.182825 & -0.1864375 & 0.075975 \\ -0.182825 & -1.75816 & 0.85236 & -0.30715 \\ -0.1864375 & 0.85236 & 1.02272 & -0.3362125 \\ 0.075975 & -0.30715 & -0.33622125 & -2.40876 \end{pmatrix}$$

Resolviendo la ecuación 6.9, el punto estacionario es:

$$X_o = \begin{pmatrix} 0.065767 \\ -0.867509 \\ -2.197248 \\ 0.524872 \end{pmatrix}$$

La respuesta predicha se obtiene de la ecuación 6.10

$$\hat{Y}(conv) = 17.1532 + 1/2 X_o' b \quad (6.11)$$

$$Conv = 17.1532 - 7.319826$$

$$Conv = 9.83$$

En término de las variables reales el punto estacionario sería:

$$X_1 = \frac{Brix - 25}{5}$$

$$Brix = 5X_1 + 25 \quad (6.12)$$

$$Brix = 5 * 0.065767 + 25 = 25.32$$

$$X_2 = \frac{HCl - 0.05}{0.01} \quad HCl = 0.041325$$

$$X_3 = \frac{Temp - 75}{5} \quad Temp = 64.01$$

$$X_4 = \frac{Long - 275}{55} \quad Long = 303.87$$

En base al análisis hecho, el punto estacionario no puede considerarse como máximo o mínimo, podría plantearse como un minimax, ya que el vector da valores con signos negativos y positivos. Lo que se refleja en el rendimiento obtenido de 9.83%, este punto anda muy por debajo del valor máximo obtenido experimentalmente (%Conv=26.1408 a las condiciones de 25 °Brix, 0.06 HCl, 80 °C y 275 cm), lo anterior puede explicarse si se observa la figura 6.7

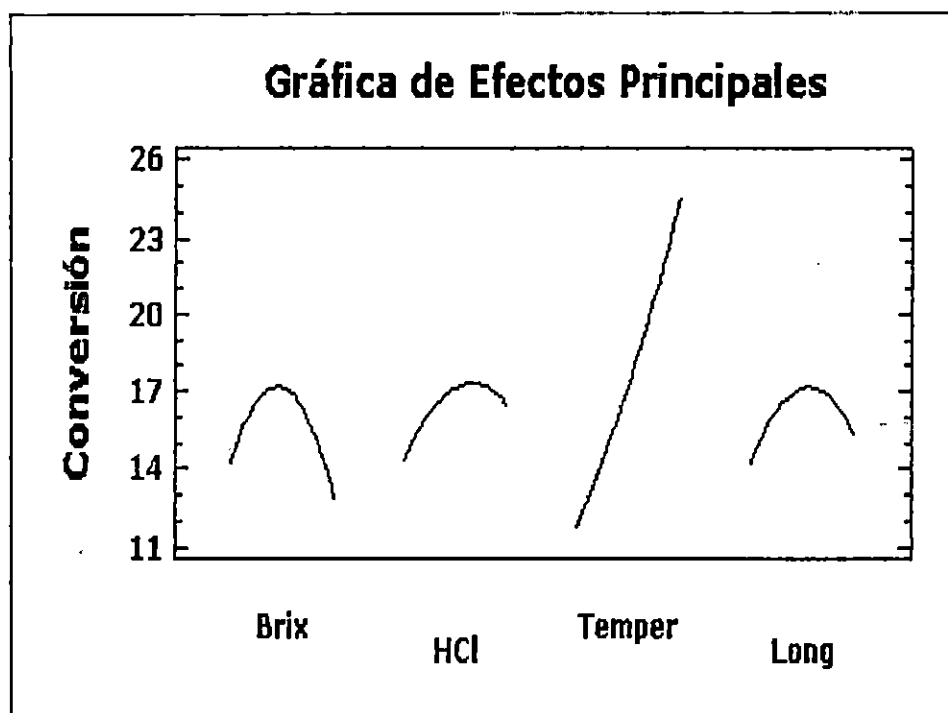


Fig.6.7. Tendencia de los efectos principales

Aquí el comportamiento de la conversión con respecto a los efectos estudiados está altamente influenciado con el comportamiento cuadrático y lineal de los efectos.

Para los efectos de concentración de HCl, concentración inicial de sólidos totales Brix y la longitud del reactor, la conversión máxima anda cercana al 17% (cercano al valor del punto central) que se contrapone al máximo valor de conversión alcanzado por el efecto de la temperatura.

Como puede verse en la figura 6.8 el efecto que mayor influencia tiene sobre el modelo es el de la temperatura, seguido por los efectos cuadráticos de la concentración de sólidos totales ($Brix^2$), longitud ($Longitud^2$) y la concentración del catalizador (HCl^2).

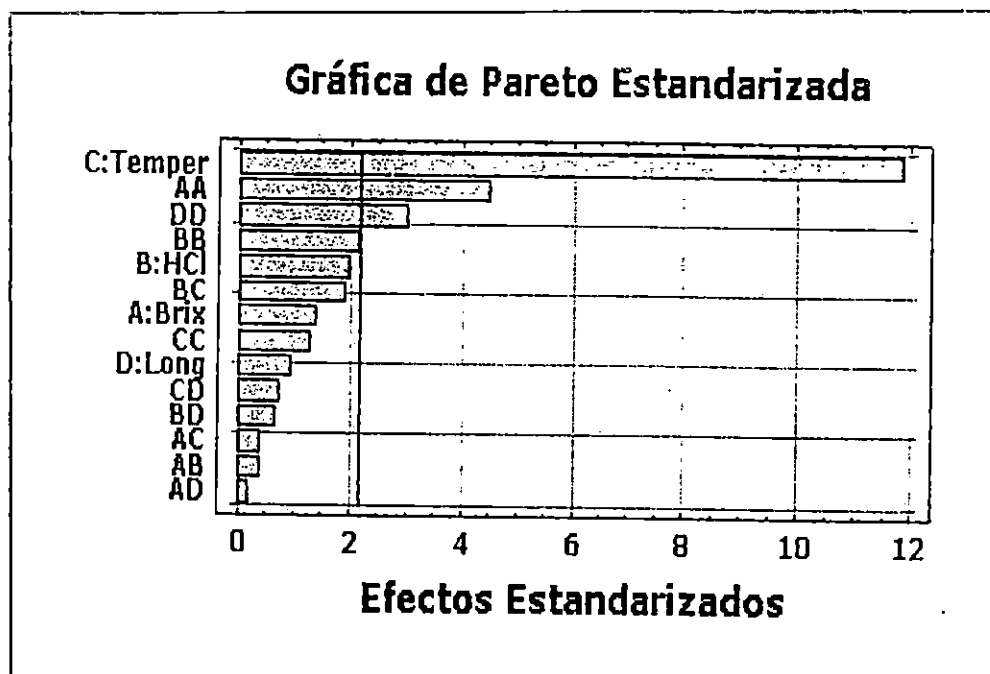


Fig.6.8 . Gráfico de Pareto

Considerando los cuadros 6.14 al 6.16, puede observarse que los valores de los efectos y de la variable respuesta que tienen lógica dentro del proceso, andan arrojando un rendimiento máximo cercano al 25%; si se toma en cuenta las limitantes del equipo que como máximo puede operar hasta una temperatura de 80 °C.

Cuadro 6.14 .Comportamiento de la conversión al incrementar la longitud

Brix	HCl	Temper	Longitud	Conversión
25	0.05	75	275	17.15
32.93	0.026	34.85	330	57.78
42.6865	0.003	-2.747	385	267.95

Del cuadro 6.14 podemos ver que al realizar incrementos a partir del punto central, en el factor longitud, la conversión hasta la longitud de 330 es aceptable, pero no concuerda con las condiciones reales de operación de los demás factores, especialmente no es aceptable el decrecimiento de la temperatura ya que como se planteó anteriormente este es un efecto altamente influyente en la reacción.

Los resultados obtenidos del cuadro 6.15, muestran que al realizar incrementos en la variable temperatura, se obtienen conversiones mayores; sin embargo se necesitarían temperaturas arriba de las que puede operar el reactor, y por consiguiente la mejor conversión

obtenida para el reactor construido en promedio es de 25% a una temperatura de 80 °C, 0.052 N_{HCl}, 24.5 °Brix y 275 cm de longitud.

Cuadro 6.15. Comportamiento de la conversión al incrementar la temperatura

Brix	HCl	Temper	Longitud	Conversión
25	0.05	75	275	17.15
24.5	0.052	80	275	25.076
24.18	0.054	85	271.3	35.79
23.9	0.057	90	266.4	49.41
23.64	0.06	95	260.9	65.9261
23.4	0.063	100	255.1	85.3503

De los datos obtenidos en el cuadro 6.16, se puede observar que al realizar incrementos en el efecto de la concentración de HCl, se pueden obtener conversiones lógicas hasta la normalidad de 0.06, pero sin embargo se tiene el inconveniente que la temperatura a controlar en la reacción es mayor que la obtenida en el equipo construido.

Cuadro 6.16. Comportamiento de la conversión al incrementar la Normalidad del HCl

Brix	HCl	Temper	Longitud	Conversión
25	0.05	75	275	17.1532
23.61	0.06	95.5	260.62	67.6986
22.73	0.07	113.1	239.42	149.937

6.2.2 Obtención del mejor ajuste que describe el comportamiento de la conversión.

Esta contradicción en el cálculo del rendimiento óptimo puede contrarrestarse si se busca el mejor modelo para describir el comportamiento de la conversión de sacarosa en el reactor.

El mejor modelo ajustado se presenta en la ecuación 6.13

$$Conv = 18.0623 + 6.35066Temp - 3.95796Brix^2 - 2.09906HCl^2 - 2.74966Long^2 \quad (6.13)$$

En los cuadros 6.17 y 6.18 se presenta el análisis de significancia del modelo.

Cuadro 6.17. Análisis de regresión múltiple para el modelo ajustado

Variable dependiente : conversión				
Parámetros	Coefficientes	Error estándar	Estadístico T	Nivel de significancia
Constante	18.0623	0.847967	21.3007	0.0000
Temper	6.35066	0.568834	11.1643	0.0000
Brix ²	-3.95796	0.804454	-4.92007	0.0001
HCl ²	-2.09906	0.804452	-2.60931	0.0160
Longitud ²	-2.74966	0.804452	-3.41806	0.0025

Cuadro 6.18 Análisis de Varianza para el modelo ajustado.

Superficie	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de cuadrados	F-Ratio	Nivel de Significancia
Modelo	601.618	4	150.404	38.74	0.0000
Residuos	85.423	22	3.88266		
Total	687.04	26			

R-cuadrático = 87.5665

De la ecuación 6.13 y el análisis de significancia puede concluirse que los efectos influyentes son: el efecto lineal de la temperatura y los efectos cuadráticos de la concentración inicial de los sólidos totales ($Brix^2$), la concentración inicial del catalizador (HCl^2) y longitud del reactor ($Longitud^2$)

El modelo adquiere validez, ya que al observar el nivel de significancia de los parámetros y del modelo en sí, son menores que $\alpha = 0.01$.

Si se buscan los niveles más adecuados de estas variables para el sistema, puede obtenerse lo siguiente:

$$\frac{dConv}{dTemp} = 6.35066 \text{ (efecto lineal directamente proporcional, no hay un máximo)}$$

$$\frac{dConv}{dBrix} = 2(-3.95796) Brix \rightarrow Brix = 0 \text{ (punto central)}$$

$$\frac{dConv}{dHCl} = -2(2.099)HCl \rightarrow HCl = 0 \text{ (punto central)}$$

$$\frac{dConv}{dLong} = -2(2.74966)Long \rightarrow Long = 0 \text{ (punto central)}$$

Es decir, los niveles de las variables a mantener en el reactor para operar optimamente son:

- Concentración inicial de sólidos totales disueltos en agua = 25 °Brix
- Concentración de ácido clorhídrico (HCl) = 0.05 N
- Longitud del reactor = 275 cm
- Temperatura = la mas alta posible (efecto lineal proporcional)

De las deducciones anteriores puede concluirse que para operar optimamente el reactor, los valores de las variables concentración de sólidos totales, concentración de ácido clorhídrico y longitud del reactor deben mantenerse en sus valores centrales (25 °Brix, 0.05N, 275 cm) para asegurar que su efecto no se contraponga al efecto proporcional que el factor temperatura (Temp) tiene sobre la conversión de la sacarosa, en el reactor (ver figura 6.8).

Sin embargo, deben tomarse en consideración las limitaciones del equipo ya que por su diseño este, no puede operar a temperatura superiores a los 80 °C.

Para estas condiciones de operación del reactor (25 °Brix, 0.05 N, 275 cm, 80 °C) la concentración de sacarosa es del 25 %.

7.0 ANÁLISIS DE FUNCIONAMIENTO DEL REACTOR.

Una vez definidas las condiciones adecuadas de operación del reactor para que se lleve a cabo la reacción (Capítulo 6.0) es necesario determinar otros parámetros relativos al funcionamiento general del reactor.

Esto implica determinar:

- 1.0 Parámetros de transferencia de calor.
- 2.0 Las pérdidas hidráulicas en el reactor (coraza y tubo)
- 3.0 Las necesidades de transferencia de calor para mantener la operación isotérmica
- 4.0 El tiempo espacial en base a la conversión máxima. En las secciones 7.1 a 7.2 se presenta la determinación de estos parámetros.

7.1 OPERACIÓN DE TRANSFERENCIA DE CALOR.

En el reactor tubular a nivel de laboratorio, los tubos concéntricos de la figura 7.1 llevan dos corrientes, cada una conteniendo un coeficiente de película particular y cuyas temperaturas varían de la entrada a la salida.

El objetivo de esta sección es determinar estos coeficientes de película, las cuales dan una muestra de resistencia que cada película ofrece a la transferencia de calor. A continuación se presenta en forma general los cálculos y valores evaluados para estos coeficientes. (una descripción más detallada de la determinación de estos coeficientes se presenta en el anexo XI.

En la figura 7.1 se presenta el sistema de transferencia sobre el cual se hace el análisis y en el cuadro 7.1 se presentan las ecuaciones a utilizar para el cálculo de transferencia de calor.

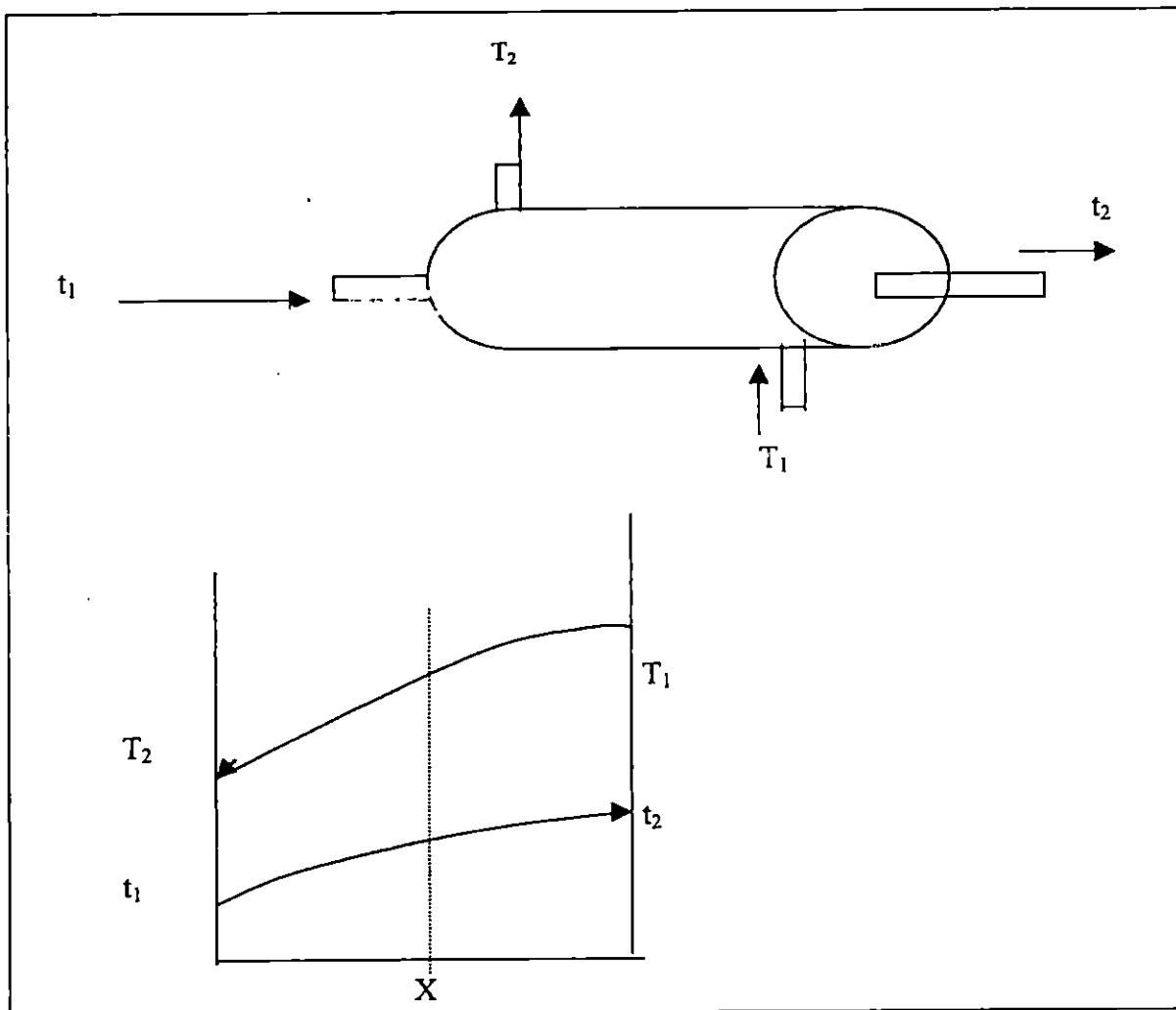


Fig. 7.1 Flujo en contracorriente

$$\Delta t_i = t_2 - t_1 \quad (7.1)$$

$$Q(t) = wc(t_2 - t_1) \quad (7.2)$$

$$MLDT = \frac{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_1)}{\ln \left[\frac{(T_1 - t_2)}{(T_2 - t_1)} \right]} \quad (7.3)$$

$$U_o = \frac{Q(t)}{A_o MLDT} \quad (7.4)$$

$$h_i = \frac{Q(t)}{A_i \Delta t_i} \quad (7.5)$$

$$\frac{1}{u} = \frac{1}{h_i \left(\frac{D_i}{D_o} \right)} + \frac{2.3 D_o}{2 K m} \log \left(\frac{D_o}{D_i} \right) + \frac{1}{h_o} \quad (7.6)$$

Cuadro N° 7.1 Ecuaciones para el cálculo de los coeficientes de transferencia de calor.

Donde:

Δt_i = Diferencia de temperatura interior

t_1, t_2 = Temperaturas de entrada y salida de flujo frío.

T_1, T_2 = Temperaturas de entrada y salida del fluido caliente.

- w, W = Flujo de Agua Fría y Caliente
 c, C = Capacidad calorífica del agua fría y caliente.
 $MLDT$ = Diferencia media logarítmico de temperatura.
 $Q(t)$ = Flujo de calor del fluido caliente de la carcasa hacia el interior del tubo al fluido frío.
 U_o = Coeficiente global de transferencia de calor.
 h_i, h_o = Coeficiente de película interior y exterior del tubo.

Para el uso de las ecuaciones es necesario contar con datos técnicos tales como:

- C = 1 Btu/lb °F
 c = 1 Btu/lb °F
 K_{acero} = 26 Btu/h pie² °F

Para el tubo interior..

- D_i = 2.9528×10^{-2} pie
 D_o = 4.1667×10^{-2} pie
 L = 1.3451 pie
 A_o = 0.1761 pie²
 A_i = 0.1248 pie²
 w = 1072 lb/h
 W = 1192.22 lb/h

Donde w y W son obtenidos experimentalmente.

Los resultados que se obtuvieron en la etapa experimental aplicando las ecuaciones anteriores son:

Cuadro 7.2 Resultados obtenidos en el cálculo de u , h_i y h_o

N	t_1 °F	t_2 °F	T_1 °F	T_2 °F	Δt_i	$Q(t)$ Btu/h	$Q(T)$ Btu/h	MLDT	U_o Btu/hpie ² °F	h_i Btu/hpie ² °F	h_o Btu/hpie ² °F
3	96.8	100.4	168.8	161.6	3.6	3859.2	8583.98	66.58	329.13	8589.74	384.84
4	93.20	96.8	168.8	161.6	3.6	3859.2	8583.98	70.18	312.26	8589.74	361.98
5	90.68	95	168.8	161.6	4.32	4631.04	8583.98	72.35	363.48	8589.74	432.66
6	88.7	92.3	168.8	160.7	3.6	3859.2	9656.98	74.23	295.23	8589.74	339.3
7	87.8	91.4	168.8	161.6	3.6	3859.2	8583.98	75.58	289.96	8589.74	332.35

Los valores del coeficiente global (U_o), el coeficiente de película interior (h_i) y el superficial (h_o) calculados para el reactor se presentan en el cuadro 7.3

Cuadro 7.3 Resumen de coeficientes de transferencia de calor para el reactor tubular.

Coeficiente	Símbolo	Valor	Udes.
Coeficiente global	U_o	318	$\frac{\text{Btu}}{\text{h pie}^2 \text{ °F}}$
Coeficiente de película interior	h_i	8589.74	$\frac{\text{Btu}}{\text{h pie}^2 \text{ °F}}$
Coeficiente de película exterior	h_o	370.23	$\frac{\text{Btu}}{\text{h pie}^2 \text{ °F}}$

7.1.2 Cálculo de las necesidades de transferencia de calor para mantener la operación isotérmica.

Es necesario conocer el calor involucrado en un proceso químico para diseñar equipos que funcionen a las condiciones requeridas.

De acuerdo al balance de energía para un reactor tubular, las necesidades de transferencia de calor vienen a partir de la ecuación 7.7.

$$\dot{Q} = C_p(t_2 - t_1) + C_p(t_2 - t_1)(1 - X_A) + \Delta H_r X_A \quad (7.7)$$

Si se considera una operación isotérmica, la ecuación se transforma en:

$$Q = \Delta H_r X_A \quad (7.8)$$

En donde:

ΔH_r = es el calor de la reacción a la temperatura de trabajo el cual puede evaluarse a partir de:

$$\Delta H_{rTOTAL} = \Delta H_{r298^{\circ}K} + \int_{t_1}^{t_2} C_{pmezcla} dT \quad (7.9)$$

y X_A es la fracción de conversión a la salida del reactor.

A continuación se presenta el cálculo de los requisitos de transferencia de calor para mantener las condiciones óptimas de temperatura en el reactor de 64.1 °C, a la cual corresponde un 9.83% de conversión.

◆ Cálculo de $\Delta H_{reacción}$ a 64.1 °C

De acuerdo a la ecuación 7.9

$$C_{p \text{ de mezcla}} = 1.14 \times 10^{-3} \text{ Kcal/mol } ^\circ\text{K (asumiendo solución ideal)}$$

$$\Delta H_{\text{reacción}, 298^\circ\text{K}} = -75 \text{ Kcal/mol}$$

Por tanto

$$\Delta H_{\text{reacción}, 64.1^\circ\text{C}} = \Delta H_r = -75 \text{ Kcal/mol} + \int_{298^\circ\text{K}}^{337.255^\circ\text{K}} 1.14 \times 10^{-3} dT$$

$$\Delta H_{\text{reacción}, 64.1^\circ\text{C}} = -74.955 \text{ Kcal/mol}$$

- ◆ Cálculo del calor transferido para mantener la operación isotérmica a 64.1 °C

Para ello es necesario contar con las condiciones técnicas siguientes:

$$\rho_{\text{solución}} = 1.103 \text{ g/ml}$$

$$\text{Caudal en el reactor } (\dot{Q}) = 6.36 \text{ ml/seg.}$$

$$\text{Peso molecular de sacarosa} = 342 \text{ g/gmol}$$

$$\text{Pureza de la sacarosa} = 0.996$$

- ◆ Flujo molar de la sacarosa = $\eta_{\text{sacarsa}} = \dot{Q} \rho (0.245)(0.996) \left(\frac{1}{342} \right)$ (7.10)

$$= (6.36) (1.103)(0.245)(0.996)(1/342)$$

- ◆ Flujo molar de la sacarosa (η_{sac}) = $5.005 \times 10^{-3} \text{ mol}_{\text{sacarosa}}/\text{seg.}$

El calor necesario a remover en una hora de operación y una conversión de 9.83 % es el siguiente:

$$Q = \eta_{\text{sac}} \Delta H_{r(337.25^{\circ}\text{K})} X_A * \frac{3600 \text{seg}}{1 \text{hora}} * \frac{3.9683 \text{Btu}}{1 \text{Kcal}} \quad (7.11)$$

$$Q = -526.86 \text{Btu/h}$$

7.2 DETERMINACIÓN DE LAS PÉRDIDAS HIDRÁULICAS.

7.2.1 Determinación de las pérdidas hidráulicas en la coraza.

Las unidades de reacción son seis intercambiadores de calor de coraza y tubo del mismo tamaño con un caudal de flujo de agua a través de la coraza de $3.859 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$. El esquema de la coraza para determinar las pérdidas hidráulicas se presenta en la figura 7.2

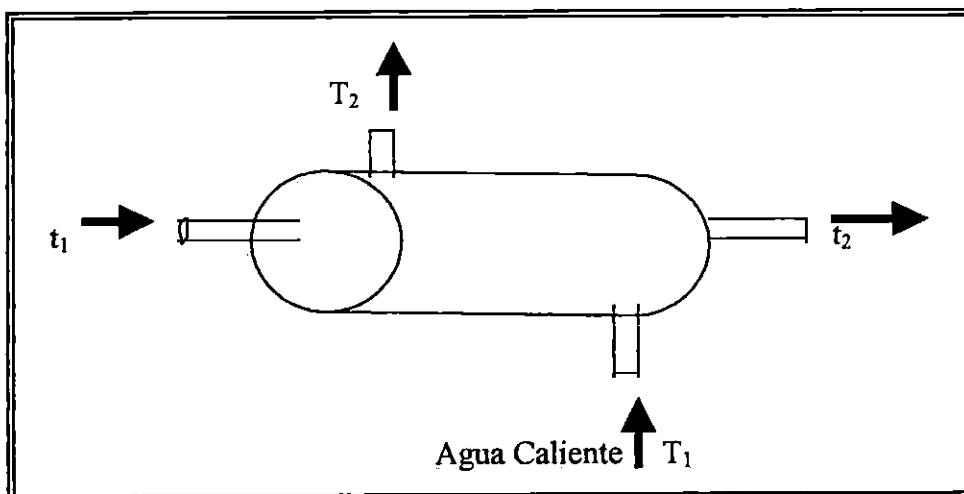


Figura 7.2 Flujo de Agua caliente en la coraza del reactor.

En la coraza del reactor están definidos los siguientes datos técnicos:

D_{ic} = Diámetro interior de la coraza = 0.045 m

D_{ot} = Diámetro exterior del tubo de reacción = 0.013 m

D_{eq} = Diámetro equivalente.

$D_{eq} = D_{ic} - D_{ot} = 0.032\text{m}$

Para calcular las pérdidas hidráulicas en la coraza del reactor, se aplica la ecuación:

$$H_{rp} = \lambda \frac{L V^2}{D 2g} \quad (7.12)$$

Donde:

γ (factor de fricción de Darcy) = 5.014×10^{-2}

L (Longitud del tubo) = 0.41 m

D (Diámetro equivalente) = 0.032 m

V (Velocidad del agua en la coraza) = 2.647×10^{-2} m/s

g (aceleración de la gravedad) = 9.8 m/s²

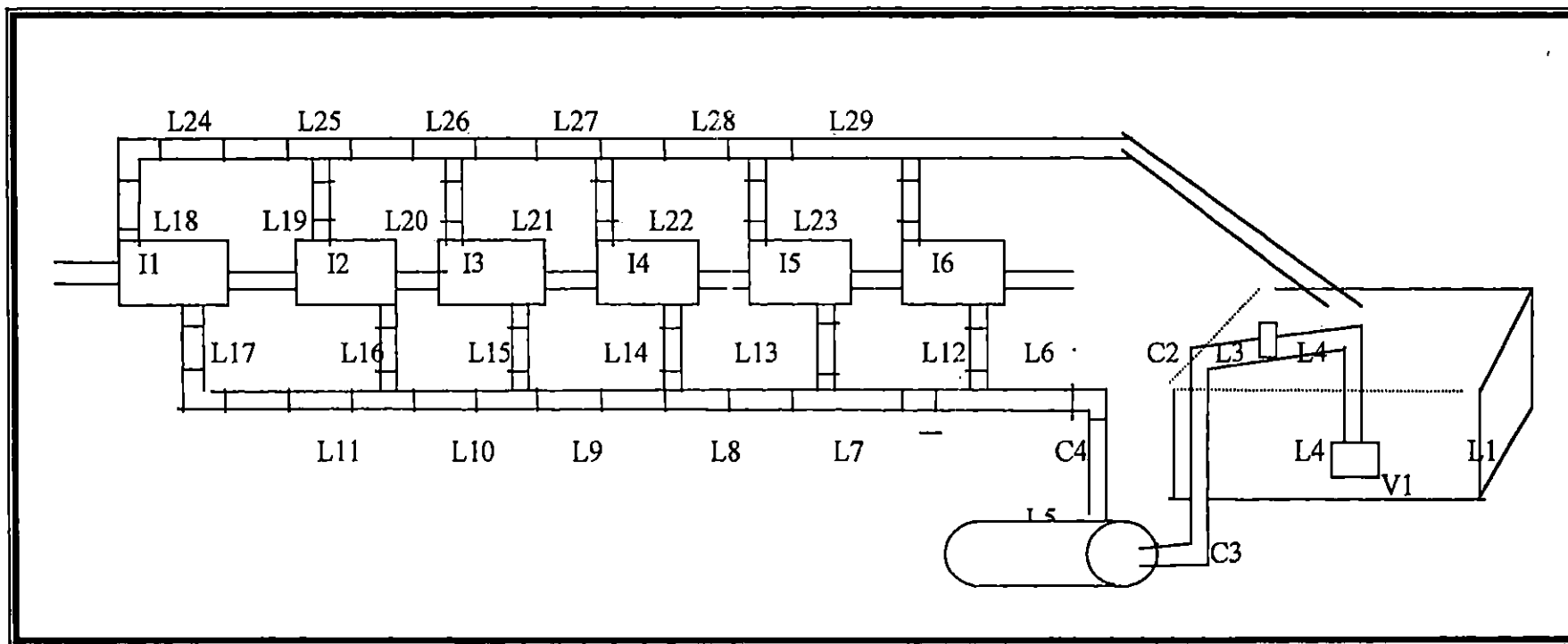


Fig. 7.3 Sistema general de calentamiento del reactor tubular

Como puede observarse la ecuación 7.12 es necesario evaluar el coeficiente de Darcy Weisbach el cual puede evaluarse a partir de la ecuación :

$$\frac{1}{\lambda^{0.5}} = -2 \log \left[\frac{(\varepsilon/D)}{3.7} + \frac{2.51}{Nre \lambda^{0.5}} \right] \quad (7.13)$$

En donde para el reactor

D (diámetro equivalente) = 0.032 m

ε/D (rugosidad relativa para hierro galvanizado y el diámetro de 0.032 m) = 0.0013.

Nre (número de Reynolds) = 2039.74

Sustituyendo en la ecuación 7.13 se obtiene un factor de Darcy-Weisbach (λ) igual a 5.014×10^{-2}

Por tanto sustituyendo valores en la ecuación 7.12 se tiene un valor de pérdidas en la coraza de 2.2965×10^{-5} m/por unidad de reactor.

7.2.3 Perdida de presión en el reactor tubular.

La pérdida de presión en un reactor tubular puede ser muy apreciable, particularmente cuando se trata de mezclas de líquidos o de soluciones.

En un reactor tubular casi nunca tienen importancia los diversos términos englobados en el balance de energía mecánica, tales como: la carga de altura y el trabajo de árbol, por consiguiente la pérdida de presión resulta igual a las pérdidas por fricción.

A lo largo de la longitud dL , se tiene:

$$dP = -f \frac{U^2}{2g_c D} dL \quad (7.14)$$

$$f = 0.046(\text{Re})^{-2} = 0.044 \frac{(\mu D)^{0.2}}{W} \quad (7.15)$$

$$W = 0.785 D^2 V \quad (7.16)$$

Sustituyendo en la ecuación (7.14) resulta:

$$dP = \frac{0.036 W^{1.8} \mu^{0.2} dL}{g_c D^{4.8}} \quad (7.17)$$

Considerando que la densidad y la viscosidad permanecen constantes, también lo hará el termino.

$$\frac{0.036 W^{1.8} \mu^{0.2}}{g_c D^{4.8}} \quad (7.18)$$

La pérdida de presión se calculará para una solución de 25° Brix.

Los datos técnicos necesarios para calcular la pérdida de presión se presentan a continuación:

$$D = 0.02953 \text{ pie}$$

$$g_c = 32.174 \frac{(\text{pie})(\text{Lbm})}{(\text{seg})^2 (\text{Lb})}$$

A una temperatura de 64°C la viscosidad y densidad de la solución son:

$$\mu = 0.4418 \times 10^{-3} \frac{\text{N} \cdot \text{s}}{\text{m}^2}$$

$$\rho = 69.05 \text{ Lb/pie}^3$$

Por otra parte, los demás valores de importancia son:

$$Q \text{ (caudal)} = 6.36 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$$

$$A \text{ (área transversal del tubo)} = 6.85 \times 10^{-4} \text{ pie}^2$$

$$V \text{ (velocidad)} = 9.28 \times 10^{-3} \text{ pie/s}$$

Sustituyendo en (W)

$$W \text{ (flujo másico)} = 4.39 \times 10^{-4} \text{ Lb/s}$$

Sustituyendo valores en la ecuación 7.18 se tiene:

$$\frac{0.036W^{1.8}\mu^{0.2}}{g_c D^{4.8}} = 6.88022 \times 10^{-5} \frac{\text{lbf}}{\text{Pie}^3}$$

Integrando la ecuación 7.17 de 0 a P y para una longitud de reactor tubular de 0 a 10.83 pie resulta una caída de presión (ΔP) de :

$$\Delta P = -7.449 \times 10^{-4} \frac{\text{Lbf}}{\text{Pie}^2}$$

7.3 CALCULO DE PARAMETROS CINETICOS.

Estos parámetros permiten realizar el diseño del reactor, uno de los parámetros que se ha utilizado comúnmente como medida de la capacidad del reactor es el tiempo espacial, el cual fue planteado en las secciones 1.4.2.1 y 1.4.2.3.

Haciendo uso de las ecuaciones de la 2.2 a la 2.5b de la sección 2.1.1 se procede a calcular el tiempo espacial para el reactor (τ)

Para calcular el tiempo espacial se hace uso de la ecuación 1.26 de la sección 1.4.2.1 la cual viene dada por:

$$\tau = \frac{C_{ao}V}{F_{ao}}$$

Para lo cual se deberá calcular el volumen del reactor $V = \pi r^2 h$

Donde:

r^2 = Radio del tubo en el que se da la reacción = 0.47625 cm

h = Es la longitud del reactor que para nuestro caso será de 303.87 cm debido de que es la longitud recomendada para obtener la mejor conversión = 9.83%

$$V = \pi * (0.47625)^2 (cm^2) * 303.87 cm = 216.52 cm^3 = 0.2165 litros$$

El flujo molar se calcula a partir del caudal volumétrico = 6.32 ml/seg

$$\text{Para obtenerlo en moles} = \left(0.8113 \frac{\text{moles}}{\text{litro}}\right) * \frac{1 \text{litro}}{1000 \text{ml}} * 6.32 \frac{\text{ml}}{\text{seg}} * \frac{60 \text{seg}}{1 \text{min}} = 0.3076 \frac{\text{moles}}{\text{min}}$$

Es decir que $F_{ao} = 0.3076$ moles/min

El tiempo espacial será por lo tanto:

$$\tau = \frac{0.2165 \text{lt} * 0.8113 \frac{\text{moles}}{\text{lt}}}{0.3076 \frac{\text{moles}}{\text{min}}} = 0.5709 \text{min}$$

Y la velocidad espacial de .

$$1/\tau = 1.7515 \text{min}^{-1}$$

Teniendo el tiempo espacial se procede a calcular la velocidad específica aparente de la reacción (k) para una temperatura de 64.1 °C.

A partir de la ecuación

$$k\tau = -\ln(1 - X_A) \quad (\text{Levenspiel, 1991}) \quad (7.19)$$

Para la cual se ha considerado que la reacción es a densidad constante, de esta forma operando a la conversión óptima de 9.83 %, se obtiene

$$k = \frac{-\ln(1 - 0.0983)}{0.57097} = 0.1812 \text{min}^{-1}$$

En el cuadro 7.4 se presentan los parámetros técnicos de operación del reactor tubular.

DATO TÉCNICO	VALOR	UNIDAD
Condiciones del punto de silla		
Conversión	9.83	%
Brix	25.32	
[HCl]	0.041325	Normal.
Temperatura	64.01	°C
Longitud	3.0387	m
Temperatura de entrada del agua a la coraza del Reactor tubular para mantener la reacción a 64°C.	63.7	°C
Temperatura de salida del agua del reactor tubular para mantener la 64°C	63.9	°C
Caudal en la coraza	3.859×10^{-5}	m ³ /s
Caudal en el tubo	6.32×10^{-6}	m ³ /s
Factor de Fricción de Darcy Weisbach en el tubo.	4.8070×10^{-2}	--
Factor de Fricción de Darcy Weisbach en la coraza.	5.014×10^{-2}	--
Temperatura Máxima de operación del reactor tubular.	80	°C
Conversión Máxima alcanzada.	25	%
Ecuación de funcionamiento.		
$Conv = 18.0623 + 6.35066Temp - 3.95796Brix^2 - 2.09906HCl^2 - 2.74966Long^2$		

Cuadro 7.4 Parámetros técnicos del Reactor Tubular

8.0 INSTALACION Y MANTENIMIENTO DEL REACTOR.

8.1 MANUAL DE INSTALACION DEL REACTOR TUBULAR.

A continuación se describe el proceso de instalación del reactor para futuras practicas de laboratorio en las que se usa el mismo.

Se colocan en línea recta seis soportes con sus respectivas pinzas, en cada pinza se coloca un condensador procurando que quede centrado, el primero de los condensadores quedará a una altura de 37.0 cm disminuyendo hasta que el último quede en una altura aproximada de 23.0 cm. Procurar que estos queden alineados y en disminución. Entre cada condensador colocar una llave de bureta (fig. 8.1)

En la parte inferior de los condensadores se coloca la tubería de CPVC con sus respectivas "T", se adaptan las entradas de cada condensador con esta tubería por medio de mangueras de plástico apretadas con abrazaderas de $\frac{1}{2}$ pulgada.

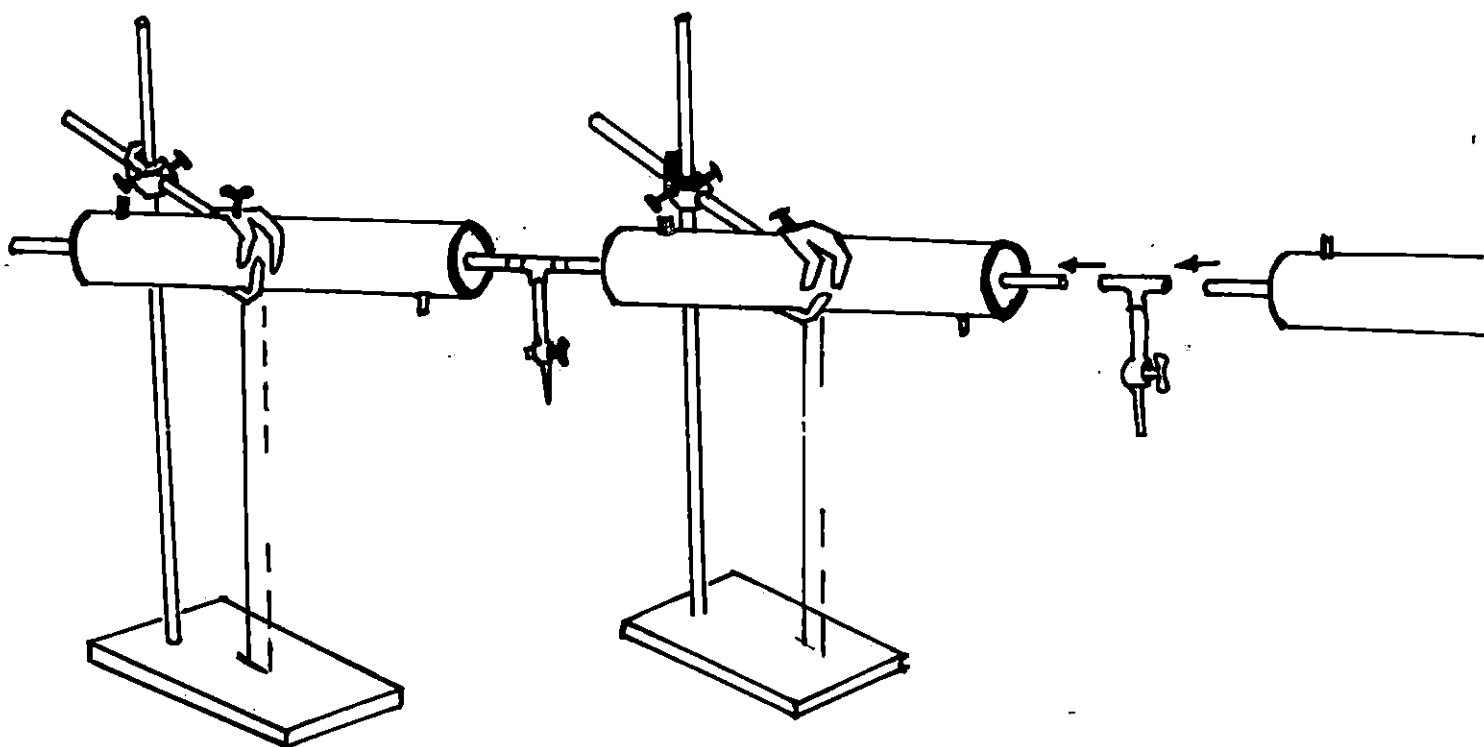


Fig. 8.1 Esquematzación de la instalación del reactor

En la parte superior se coloca el dispositivo para recircular el agua que sale de los condensadores, la cual se adapta a los condensadores de la misma manera que la tubería de CPVC. La salida de esta es hacia el extremo bajo en donde se encuentra el baño maría (fig. 8.2)

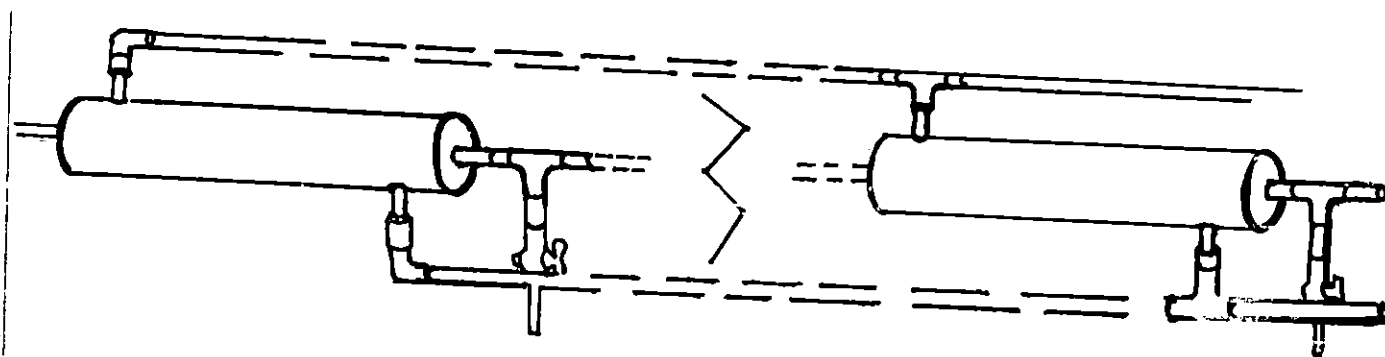


Fig. 8.2 Esquematación General del reactor.

En la parte baja del reactor, se adapta la bomba para químicos a la tubería de CPVC. Así mismo se adapta el sistema de bombeo y cebado de la bomba.

En el extremo opuesto a la bomba se colocan sobre un banco los recipientes en los que vertirán los reactivos. Estos están sujetos por 2 trípodes. Cada recipiente contiene una manguera con su respectiva válvula cuyos extremos se introducirán a un recipiente de unión, el cual se adaptará a la entrada del primer condensador.

Dentro de los recipientes se introducen los serpentines de acero inoxidable, los cuales tienen dos extremos, en un extremo se colocará la manguera que suministrará el agua y en el otro extremo se adaptará una manguera cuya salida la tendrá en el baño maría utilizado para calentar los reactivos. Los extremos de las mangueras que suministran el agua se adaptan con una "T" a la bomba de inmersión.

8.2 MANUAL DE MANTENIMIENTO DEL REACTOR.

Para lograr un tiempo de vida algo duradero del reactor es necesario tener presente las siguientes indicaciones:

- a) Tener cuidado que al momento de conectar los baños maría la corriente se encuentre en 110 voltios.
- b) Si se puede es mejor utilizar para el calentamiento del equipo de agua desmineralizada, lo cual permitirá evitará problemas de incrustaciones o utilizar químicos.
- c) Adaptar bien todas las diferentes partes del reactor, teniendo cuidado con las válvulas de buretas para evitar quebrantamiento de las mismas.
- d) Ceban adecuadamente la bomba para evitar que la cavitación deje en desuso esta.

Después de realizada la práctica tener presente:

- a) Inmediatamente terminada la prueba desconectar las bombas y los baño maría.

NOTA: Los baños maría primeramente se lleva la perilla a cero "0" , luego se le apaga y por último se desconecta.

- b) Desaguar los baños maría.
- c) Lavar con agua limpia todo el sistema de reacción, comenzando por agregar agua en los recipientes por lo menos dos veces.
- d) Desalojar el agua que ha quedado en los condensadores como en la bomba para químicos.
- e) Después de desmontado el equipo secar con un trapo los condensadores, separando toda aquella posible muestra de oxidación.

CONCLUSIONES

El reactor construido fue realizado para ampliar los conocimientos prácticos-didácticos de la asignatura Ingeniería de las Reacciones Químicas, aunque también puede ser usado en asignaturas como Balance de Materia y Energía por sus características de seguimiento en la conversión de un reactivo en particular.

El reactor diseñado como se dijo anteriormente es con fines didácticos y no se tiene como objetivo de tesis la comercialización de este, por lo que se verá que este es bastante sencillo sin mayor inversión y poco sofisticado, por lo que hay que aclarar que las conversiones que se puedan lograr en este servirán para rastrear el curso de una reacción, datos que servirán de base para el diseño de un reactor a escala mayor.

El reactor en sí puede ser utilizado para diferentes tipos de reacciones químicas en fase líquida, ya sean de primer orden o mayor, a decir:

- La oxidación del yoduro a yodo con persulfato (segundo orden).
- Sistema acetato de etilo-hidroxido de sodio (segundo orden).
- Sistema químico Cloruro ferrico-cloruro estannoso, catalizado con ácido clorhídrico (tercer orden).

Después de realizada la parte experimental y haber examinado los cuadros y gráficas del análisis estadístico en sus diferentes etapas se puede concluir:

- ✓ El análisis estadístico ha sido bastante complejo, ya que se realizaron varias etapas que contribuyeron a la obtención de los parámetros recomendados para obtener resultados favorables.
- ✓ Los resultados arrojados nos indican que el punto obtenido es un punto de silla, por lo cual no se podrá esperar una conversión máxima de operación.
- ✓ El efecto de mayor influencia en la reacción es la temperatura, debido a que esta presenta un comportamiento lineal, es directamente proporcional con la conversión obtenida, lo cual significa que si se incrementa la temperatura la conversión tendrá que aumentar. Como el equipo no ofrece las condiciones para elevar la temperatura a mayor rango, las pruebas solo pueden llevarse a cabo a una temperatura máxima de 80 °C.
- ✓ El punto óptimo que se pudo obtener y a las cuales el reactor operará con mayor grado de conversión se encuentra a las condiciones de 25 °Brix, 0.05 HCl, 80 °C y 275 cm de longitud.

Para estas condiciones la conversión será de 24.413 %

- ✓ Estas condiciones se obtuvieron ya que se examinó la fig. , de la gráfica de comportamiento de efectos principales, y se nota que los efectos de mayor significancia son: el comportamiento lineal de la temperatura y el comportamiento cuadrático de los ° Brix, Normalidad del HCl y la longitud. Teniendo en cuenta esto se ajustó la mejor tendencia de los resultados y se logró obtener los datos antes mencionados.

Los datos cinéticos obtenidos tomando como base la conversión en el punto de operación del reactor se tiene:

Tiempo de espacial= 0.5709min.

Velocidad Espacial = 1.7515 min^{-1}

Velocidad específica de la reacción = 0.1812 min^{-1}

RECOMENDACIONES

- 1) Antes de realizar las practicas de laboratorio, instalar el reactor tubular con uno o dos días de anticipación para verificar que no existan fugas que puedan afectar el proceso de reacción a estudiar.
- 2) Para lograr un calentamiento uniforme de los reactivos se recomienda mejorar el sistema adaptándole un sistema de agitación en los recipientes que contienen los reactivos a calentar.
- 3) Se recomienda la instalación y uso de bombas que controlen el flujo a manejar de cada uno de los reactivos para lograr un buen mezclado y mejores resultados. Estas bombas pueden ser de tipo peristálticas.
- 4) Al seleccionar la hidrólisis de la sacarosa como reacción a estudiar, para la cuantificación de la azúcar invertida se recomienda que la preparación de la solución de Fehling sea preparada un día antes de la prueba para que los resultados obtenidos sean confiables.

REFERENCIAS

1. Levenspiel, Octave. (1995) “Ingeniería de las Reacciones Químicas”. Segunda edición, editorial Reverté, S.A.
2. Rosales Cerezo, Francisco. (1984) ”Diseño de un reactor tubular tipo laboratorio para una reacción homogénea de primer orden”. Trabajo de graduación para optar por el título de Ingeniero Químico, Universidad de San Carlos , Guatemala.
3. Kirk Othmer. (1963) “Enciclopedia de Tecnología química “, 2º edición, tomo 2, página 916-920 New York.
4. Perry, Rober H. (1995) “Perry Manual del ingeniero Químico”. Sexta edición, capítulo 4, editorial McGraw-Hill, México.
5. Denbigh, K.G. , Turner, J.C.R. (1990) “Introducción a la teoría de los reactores químicos”. Primera edición, Editorial Limusa, S.A. de C.V., México.
6. Walas, S.M. (1965). “Cinética de reacciones químicas”. Primera edición en español, editorial Aguilar, S.A. , España.
7. Carberry, James. J. (1976).”Chemical and Catalytic reaction engineering”. Editorial McGraw-Hill, United States of America.

8. Montgomery, Douglas C. (1991). "Diseño y Análisis de experimento". Grupo editorial Iberoamérica S.A. de C.V., México.
9. Prat Bartés, Albert; Llabres,X; Grima Cintos, P.; Pozuela Fernández, L. (noviembre 1999). "Métodos Estadísticos, control y mejora de la Calidad", 2000 Alfaomega Grupo Editorial, S.A. de C.V. México,D.F.
10. Juran, J.M.; Gryna, F. (noviembre 1997). "Manual de control de calidad" 4 edición, volumen II, editorial McGraw Hill/Interamericana de España, S.A. Madrid , España.
11. Chen, Jame C.P. (1991), "Manual del azúcar de caña". Editorial Limusa, México.
12. Valiente Barderas, M.C.Antonio (1990) "Problema de flujo de fluido" , primera edición, Editorial Limusa, S.A de C.V. México D.F.

ANEXOS

CATEG.	ESQUEMA	Ecuación de velocidad V constante $\frac{1}{V_i} \frac{dx_i}{dt} = K \prod C_i^{n_i} = r$	Ecuación de velocidad V variable $\frac{C_{i0}}{1 + \epsilon_i x_i} \cdot \frac{1}{V_i} \frac{dx_i}{dt} = K \prod C_i^{n_i} = r$	EJEMP
1	aA → prod.	$r = K C_A$ $r = K C_{A0} (1 - x_A)$	$r = K C_{A0} \left(\frac{1 - x_A}{1 + \epsilon_A x_A} \right)$	pirólisis, descomposición del K_2O_5 , cracking del butano.
2	TIPO I aA → prod.	$r = K C_A^2$ $r = K C_{A0}^2 (1 - x_A)^2$	$r = K C_{A0}^2 \left(\frac{1 - x_A}{1 + \epsilon_A x_A} \right)^2$	Hidrólisis de ésteres orgánicos
	TIPO II aA + bB → prod.	$r = K C_A C_B$ $r = K C_{A0}^2 (1 - x_A) (M - x_A)$ $M = (C_{B0}/C_{A0}) \neq 1$ $C_B = C_{B0} + \left(\frac{\nu_B}{\nu_A} \right) C_{A0} x_A$	$r = K C_{A0}^2 \left(\frac{1 - x_A}{1 + \epsilon_A x_A} \right)^2$ si $C_{A0} = C_{B0}$	
3	TIPO I aA + bB + cC → prod	$r = K C_A C_B C_C$ $r = K C_{A0}^3 (1 - x_A) (M - x_A) (N - x_A)$ $M = (C_{B0}/C_{A0}) \neq 1; N = (C_{C0}/C_{A0}) \neq 1$ $C_j = C_{j0} + \left(\frac{\nu_j}{\nu_A} \right) C_{A0} x_A$		
	TIPO II aA + bB → prod.	$r = K C_A^2 C_B$ ó $r = K C_A C_B^2$ $r = K C_{A0}^3 (1 - x_A)^2 (M - \nu_B x_A)$ $r = K C_{A0} (1 - x_A) (M - \nu_B x_A)^2$ $M = (C_{B0}/C_{A0}) \neq 1$		

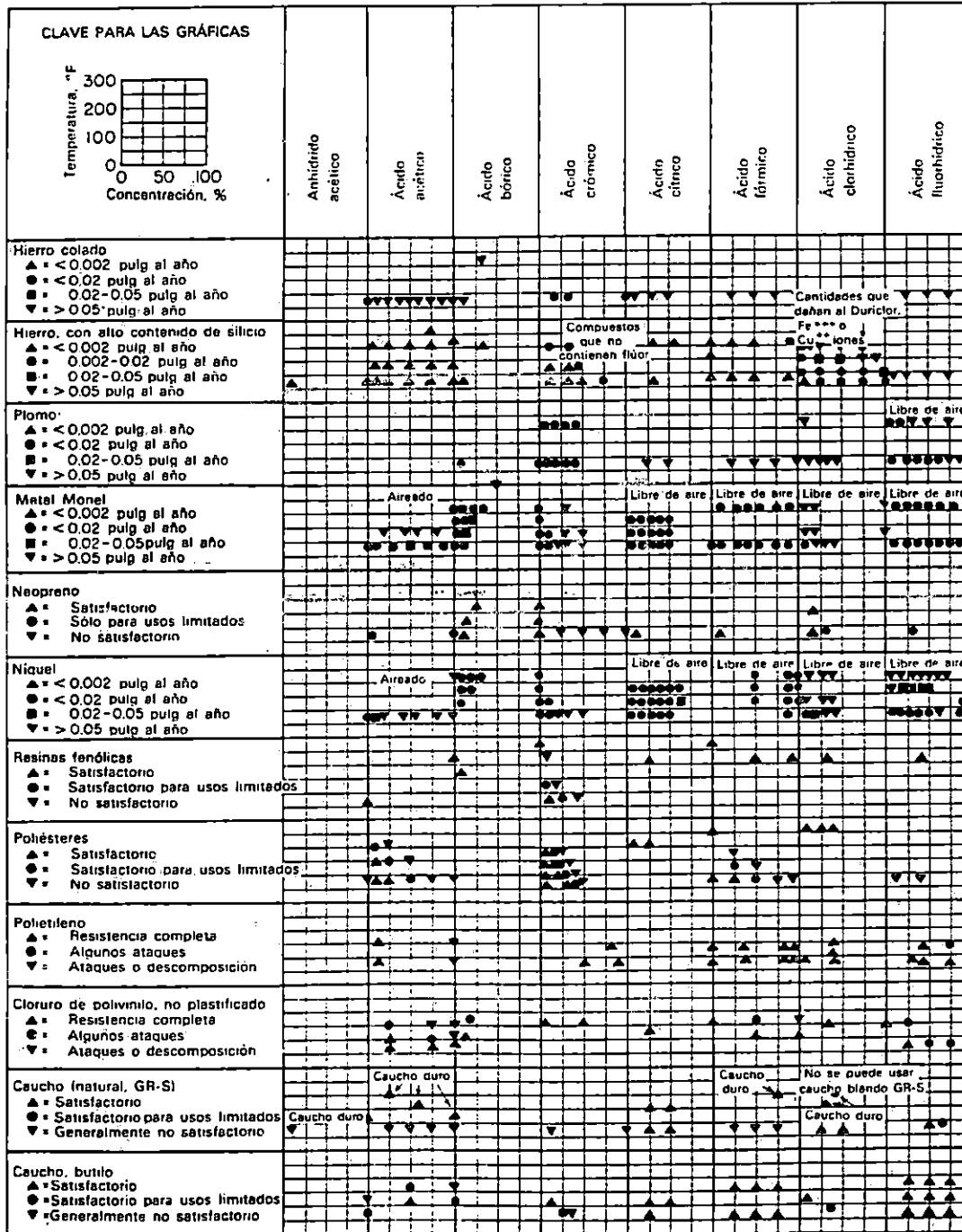
CARACTERIZACIÓN MATEMÁTICA DE FUNCIONES DE VELOCIDAD DE REACCIONES SIMPLES
(Continuación)

ORDEN	ESQUEMA	EQUACION DE VELOCIDAD V constante	EQUACION DE VELOCIDAD V variable	EJEMP
3	TIPO III aA → p p'.	$r = k C_A$ $r = k C_{A0} (1 - \alpha_A)$	$r = k C_{A0}^3 \left(\frac{1 - \alpha_A}{1 + \epsilon_A \alpha_A} \right)^3$	<p>En general, las reacciones de orden tres de cualquier tipo son muy escasas. Algunos ejemplos son: las reacciones con óxido nítrico, con cloro y oxígeno.</p>
n	aA → p p'.	$r = k C_A^n$ $r = k C_{A0}^n (1 - \alpha_A)^n$	$r = k C_{A0}^n \left(\frac{1 - \alpha_A}{1 + \epsilon_A \alpha_A} \right)^n$	<p>pirólisis del acetaldehído ($n=3/2$), formación del fosfógeno a partir de CO y Cl₂ $(r = k (Cl_2)^{3/2} (CO))$</p>
0	$r = k$			

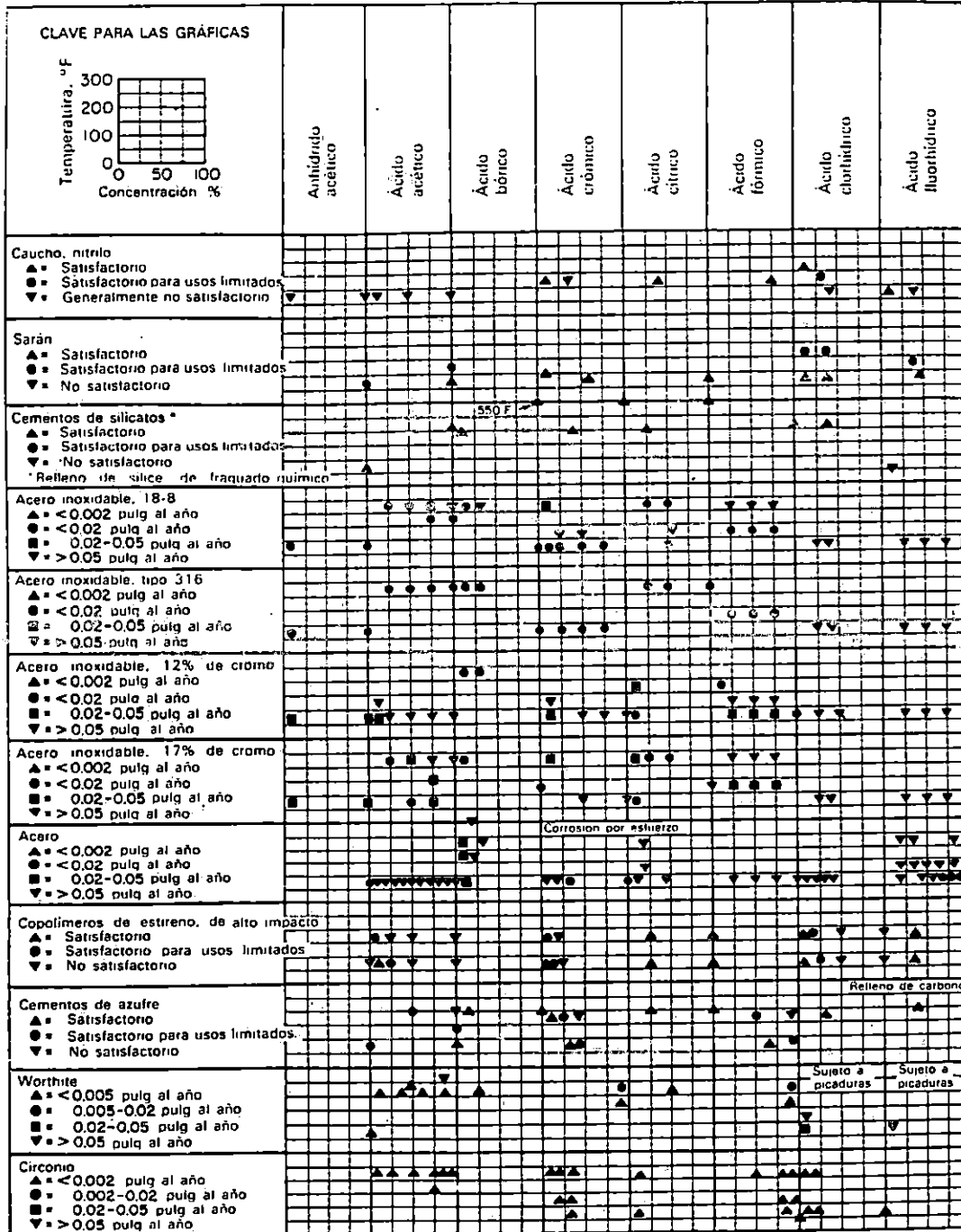
ANEXO II

PROPIEDADES DE LOS MATERIALES

Datos detallados de corrosión sobre materiales de construcción* - (Continúa)



Datos detallados de corrosión sobre materiales de construcción * - (Continúa)



ANEXO III

TEORIA GENERAL SOBRE ECUACIONES HOMOGENEAS CATALIZADAS

La catálisis se refiere generalmente a procesos químicos en los que las velocidades de las reacciones están sujetas a la influencia de sustancias que pueden o no cambiar su naturaleza química. Esta sustancia se conoce con el nombre de catalizador. Básicamente, se considera que el catalizador forma un compuesto intermedio con alguno de los reactivos que, a su vez, interactúa con los otros para formar los productos deseados y regenerar el catalizador. De esta manera, el catalizador permite el desarrollo de una reacción a una mayor velocidad siguiendo un mecanismo que requiere una menor energía de activación que la que se necesita en la reacción no catalizada.

La catálisis se clasifica por lo común en dos clases generales, esto es, reacciones catalíticas homogéneas y heterogéneas. En la primera, el catalizador forma una fase homogénea con la mezcla de reacción (Perry, 1995).

Catalisis homogénea

Se ha observado que las reacciones catalíticas homogéneas se desarrollan ya sea en la fase gaseosa o en la fase líquida. Se ha descubierto que gran número de catálisis de este género obedece a ecuaciones de velocidad que son de primer orden con respecto a la concentración del catalizador (Perry, 1995).

Integrando y teniendo en cuenta que la concentración del catalizador permanece constante resulta:

$$-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = -\ln(1 - X_A) = (k_1 + k_2 C_C) \dots t = k_{\text{observado}} \cdot t \quad (4)$$

Se puede calcular k_1 y k_2 haciendo una serie de experiencias con diferentes concentraciones de catalizador representando el valor de $k_{\text{observado}}$ como se indica en la figura 1. La pendiente de esta representación es k_2 y la ordenada en el origen k_1 (Levenspiel, 1995).

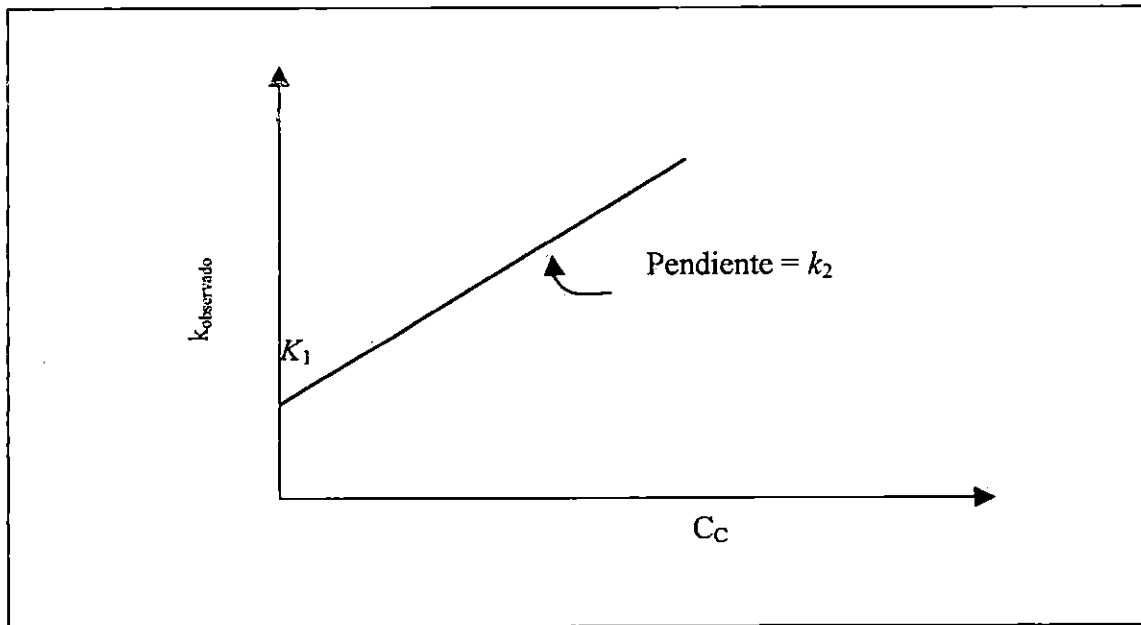
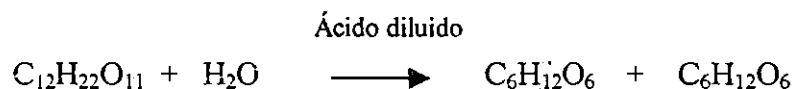


Fig. 1 Coeficientes cinéticos para una reacción homogénea catalizada a partir de una serie de experiencias con concentraciones diferenciales de catalizador

ANEXO IV

HIDROLISIS DE LA SACAROSA

Los primeros estudios cuantitativos sobre la velocidad de las reacciones fueron divulgados en 1,850 por el físico alemán, Ludwig- Wilhemy en 1,812-1,864 este investigador encontró que cuando la sacarosa se disuelve se convierte en una forma diferente de azúcar, que le llamó azúcar invertida, hoy sabemos que la sacarosa es un disacárido que se hidroliza al disolverse en una solución acuosa acidificada para formar dos monosacáridos: Glucosa y Fructosa.



El ácido aparece anotado sobre la flecha para indicar que se trata de un catalizador, no de un reactante, Wilhemy encontró que la velocidad con que desaparece la sacarosa es directamente proporcional a su concentración.

$$\text{Velocidad} = \frac{\text{Cambio de concentración}}{\text{Cambio de tiempo}}$$

$$r = \frac{dC_{\text{sacarosa}}}{dt} = KC_{\text{sacarosa}} \quad (1)$$

donde puede observarse en general un comportamiento de velocidad de primer orden para la hidrólisis y donde K es el coeficiente cinético que para el caso de este sistema de primer orden es función de la temperatura y de la concentración del catalizador.

La hidrólisis de la sacarosa en medio ácido es una reacción homogénea, con diferente concentración y su relación estequiométrica está de un mol de sacarosa por dos moles de azúcar invertida.

Cuando una solución de azúcar, que es un disacárido, es calentada en la presencia de un ácido, o, tratada con enzimas, el azúcar se divide en dos azúcares de una estructura química más simple, dos monosacáridos. Uno es la Glucosa y el otro Fructosa; esta mezcla de dextrosa y levulosa en partes iguales es conocida como azúcares simples que se combinan químicamente con agua durante la inversión. Como resultado hay una ganancia en peso de 2 a 26 libras de sólidos por cada 100 libras de azúcar original invertido; resiste la cristalización y retiene líquido. Se utilizan en forma de jarabes de azúcar invertido (Rosales Cerezo, 1984).

Propiedades físicas y químicas

Como se ha dicho antes, las propiedades físicas y químicas del azúcar invertido son las de una mezcla equimolecular de D- glucosa y D-fructosa. La figura 1 representa la formación del azúcar invertido en la hidrólisis de la sacarosa. El azúcar invertido se conserva siempre en forma líquida, puesto que la D-glucosa cristaliza en la mezcla más rápidamente que la D-fructosa por esta razón la solubilidad del azúcar invertido, depende de la solubilidad de la D-

glucosa en una solución de D-fructosa. La solubilidad del azúcar invertido y de la sacarosa se reduce cuando están juntas, pero el contenido total de azúcar en la solución aumenta, por ejemplo: un azúcar líquido de solubilidad máxima a 30°C contiene 33.56% de sacarosa y 45.44% de azúcar invertido para un contenido en azúcar total de 79.01% y está saturado de sacarosa y glucosa (Rosales Cerezo, 1984).

Análisis de azúcares

Para los fines del análisis, los azúcares se clasifican en reductores y no reductores. Todos los azúcares son compuestos polihidroxilados que contienen un grupo de aldosa o un grupo de cetosa, o son capaces de formar tal grupo por hidrólisis. Las aldosas y las cetosas se llaman azúcares reductores porque tienen poder reductor; y los otros son azúcares no reductores. Las soluciones de un azúcar reductor son mezclas de formas isómeras del azúcar, y las propiedades físicas y químicas de la solución dependen de la formación de un equilibrio. Los azúcares no reductores sólo existen en una forma: por consecuencia, sus soluciones son estables. La glucosa, la fructosa, la lactosa y la maltosa son azúcares reductores; la sacarosa no es reductora.

Métodos Físicos Generales

Todos los azúcares son sustancias blancas, cristalinas, solubles en agua. Las medidas de rotación óptica, densidad, índice de refracción y viscosidad de sus soluciones acuosas sirven para determinar la concentración de las soluciones del azúcar puro. Además, la rotación

óptica de soluciones de concentración conocida es un medio de identificar los azúcares individuales.

Métodos Químicos para azúcares reductores

La acción reductora de las aldosas y cetosas es la base de gran número de métodos para su determinación cuantitativa y cualitativa. Los reactivos son: soluciones cúpricas alcalinas estabilizadas por iones de tartrato, citrato o carbonato; acetato cúprico; ferrocianuro de potasio; wolframatos, y reactivos fenólicos en solución en ácido fuerte.

El reactivo de Fehling (tartrato cúprico alcalino) modificado por Soxhlet se emplea en cierto número de macrométodos. El ion complejo de tartrato cúprico soluble, presente en este reactivo, es de color azul intenso. El ion cuproso resultante de la reducción del cobre no forma un complejo con el tartrato, sino que es precipitado de la solución alcalina como óxido cuproso. —se han ideado varios métodos que emplean este reactivo. Difieren en el tiempo y temperatura de calentamiento, en la cantidad de reactivo empleado y en el método de determinación del cobre reducido totalmente. En los demás procedimientos se emplea un exceso de reactivo, y el óxido cuproso es separado por filtración y se determina después gravimétricamente o volumétricamente. El método de Lane y Eynon se expone a continuación en detalle. Aunque más rápido, este método da resultados cuya exactitud se compara favorablemente con otros procedimientos que emplean reactivo cúprico alcalino; en consecuencia, ha sido adoptado de modo general por la industria.

Azúcar invertido

El azúcar invertido, llamado así a causa de que la rotación óptica de una solución de sacarosa cambia o se invierte de dextrógira a levógira por hidrólisis, es una mezcla equimolar de D-glucosa y D- fructosa. Por consiguiente, sus propiedades resultan de la combinación de las propiedades de esos dos azúcares. Su utilidad reside en que es una fuente cómoda y relativamente barata de estos monosacáridos en los casos en que la presencia de uno de ellos no estorba la utilización del otro.

El azúcar invertido se vende en forma líquida (en algunos casos como una masa semisólida resultante de la cristalización de la D- glucosa), solo o mezclado con la sacarosa, con varios nombres registrados, tales como Flo – Sweet, Nulomoline, Liqua invert y Cascade. Se vende para uso medicinal como solución de 5 ó 10% en agua o suero fisiológico.

En la figura N° 1, se representa la formación del azúcar invertido en la hidrólisis de la sacarosa.

Existen varios métodos para la determinación del azúcar invertido solo o mezclado con otros azúcares. La mayor parte de ellos se fundan en la reducción de compuestos cúpricos por los grupos de aldehído y cetona de los azúcares o en la medida del poder rotatorio de la solución a dos temperaturas.

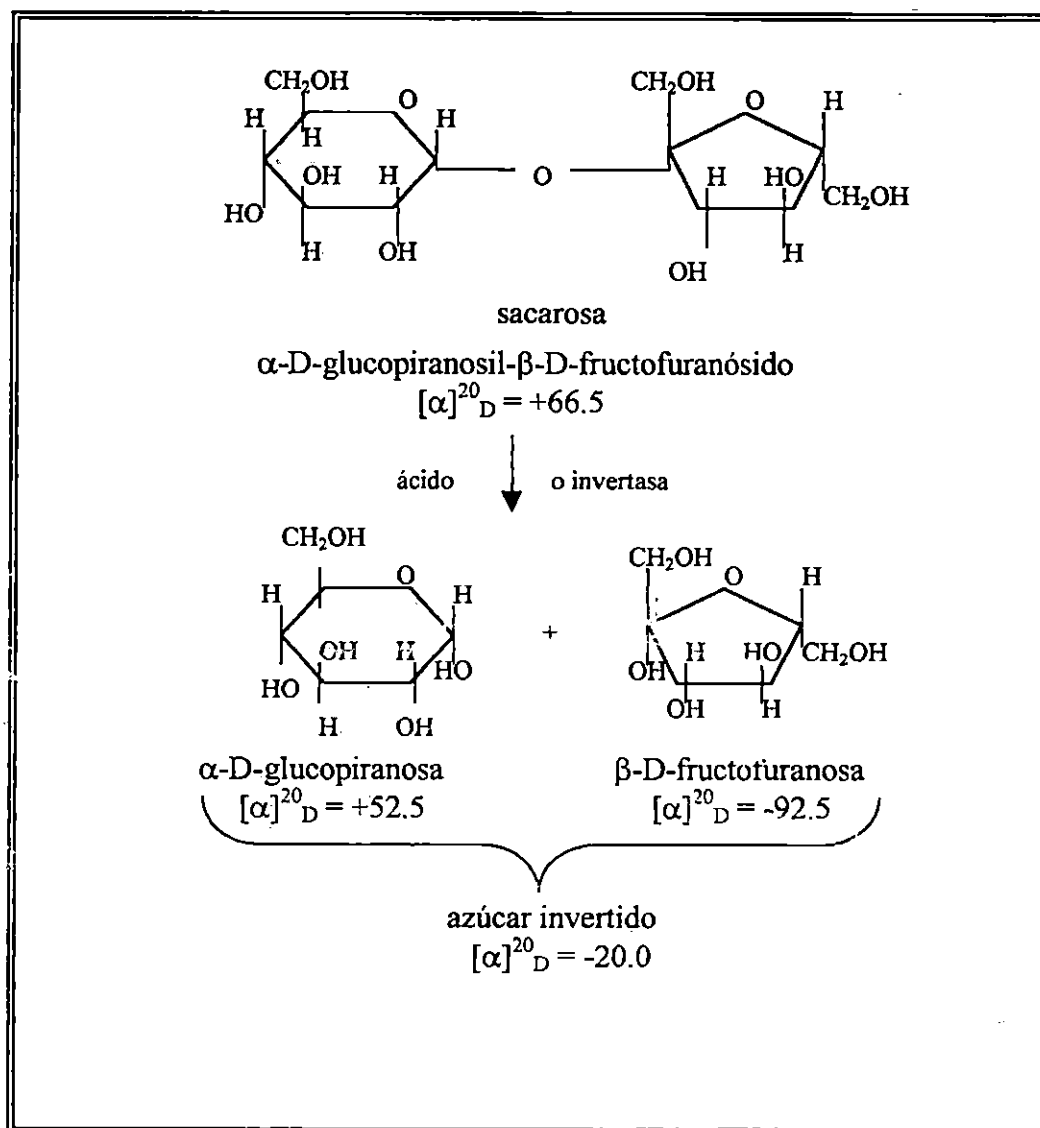


FIGURA N° 2.3 Formación del azúcar invertida en la Hidrólisis de la Sacarosa.

Los métodos por reducción del cobre más generalmente empleados son el de Lane y Eynon o el de Munson y Walker, en los cuales se usa la solución de Fehling modificada por Soxhlet.

Otros métodos de determinación del azúcar invertido en presencia de la sacarosa son el método de Herzfeld para cantidades de azúcar invertido menores de 1.5% y el método de Meissl y Hiller para mezclas en todas proporciones.

FABRICACIÓN DEL AZÚCAR INVERTIDO.

La manufactura del azúcar invertido se hace por tres métodos de hidrólisis de la sacarosa:

- a) Por ácidos inorgánicos fuertes o ácidos orgánicos débiles.
- b) Por la invertasa
- c) Por resinas de intercambio iónico

Existen muchas patentes para la inversión, pero todas ellas se fundan en una de estas tres reacciones de hidrólisis.

Hidrólisis ácida:

La hidrólisis con ácido ha sido, hasta hace poco tiempo, la práctica para la producción del azúcar invertido en escala industrial. Se calienta a 90°C una solución de sacarosa de 60°Brix, ajustada a un pH aproximado de 1.8 con ácido clorhídrico. La inversión se realiza en 30 minutos; después se eleva el pH hasta 5.0-5.5 con álcali diluido. Entonces puede añadirse una solución de sacarosa si se desea obtener una mezcla de sacarosa y azúcar invertido. A la temperatura de 115°C, y presión de 0.7 kg. / cm² puede completarse la inversión en un minuto con un pH de 2.3.

Hidrólisis con invertasa

La hidrólisis con invertasa se emplea frecuentemente para azúcares que contienen gran cantidad de cenizas, pues se necesitaría mucho ácido para vencer el efecto amortiguador de esas sales. Una solución de sacarosa de 45 a 50°Brix con un pH de 5.2 a 5.6, se mantiene a una temperatura de 55 a 60°C con la invertasa hasta que se obtiene el grado de hidrólisis que se desea. En estas condiciones, ocurre 95% de inversión en 24 horas; pero la hidrólisis puede interrumpirse en el punto conveniente elevando la temperatura de la solución hasta 70-80°C para inactiva la invertasa. Por consiguiente, el empleo de la invertasa es un buen método cuando se desea regular la hidrólisis. (Kirk, 1963)

Hidrólisis con resinas de intercambio de iones

La hidrólisis con resinas de intercambio de iones es el método de inversión más reciente. En este método, un líquido azucarado de gran densidad, clarificado y descolorado con carbón, pasa a través de una resina de intercambio de cationes del tipo sulfónico, y el efluente ácido se mantiene a la temperatura aproximada de 50°C hasta que se ha producido la hidrólisis en la proporción requerida. El líquido pasa entonces a través de una resina de intercambio de aniones débilmente básica. El producto resultante es una solución diáfana de sacarosa y de azúcar invertido, estable de color, libre de cenizas y libre de los productos de descomposición que impurifican el azúcar invertido preparado por inversión ácida de la sacarosa a altas temperaturas. (Kirk, 1963)

USOS DEL AZÚCAR INVERTIDO.

Las propiedades de retención de humedad, elevado grado de dulzor y alta solubilidad de la D-fructosa, y el retardo de la cristalización de la sacarosa en la mezcla, contribuyen al valor del azúcar invertido para varios usos alimenticios.

En confitería, se emplea el azúcar invertido para restringir la tendencia de los dulces a secarse y cristalizar por el reposo. En los caramelos fundentes y en los que tienen frutas incluidas, se producen a menudo centros ablandados o completamente licuados por adición de invertasa a la materia fundente, que origina la inversión lenta de la sacarosa.

El azúcar invertido se emplea en la preparación de jaleas y de fruta en conserva, en las que se produce inversión de la sacarosa durante la cocción, por la acción hidrolítica de los ácidos de las frutas. Esta inversión es la que evita el graneado rápido de las conservas. El azúcar invertido líquido comercial se emplea por los fabricantes de conservas y jaleas y por los productores de bebidas carbónicas. En los helados sustituye en menor grado a la sacarosa porque disminuye mucho la temperatura de congelación del producto final.

La industria de pastelería emplea con éxito el azúcar invertido para mantener los productos blandos y evitar agrietamiento.

El empleo del azúcar invertido líquido ha sido aconsejado en lugar del jarabe simple en las preparaciones farmacéuticas. El azúcar invertido ha encontrado importante empleo en vez de la glucosa en inyecciones intravenosas, en las que ha probado su eficacia en uso general y particularmente en ciertos estados patológicos, como la diabetes (Kirk, 1963).

ANEXO V

PREPARACION DEL REACTIVO DE FEHLING

El método es una modificación del método de Lane y Eynon, que consiste en reducir la modificación de Soxhlet de la solución de Fehling titulándola, en punto de ebullición, con una solución de los azúcares reductores, utilizando azul de metileno como indicador.

Este reactivo sirve para cuantificar el azúcares que se ha reducido.

Modificación de Soxhlet de la Solución de Fehling

SOLUCION A

Disolver 34.64 gramos de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua desulfada hasta obtener un litro de solución.

Conservar durante un día antes de proceder a la titulación.

SOLUCION B

Disolver 173 gramos de tartrato sódico-potásico y 50 gramos de NaOH en agua destilada hasta obtener un litro. Filtrar con un filtro preparado de asbesto.

SOLUCIÓN DE AZUL DE METILENO

Disolver 2 gramos en agua destilada y diluir hasta obtener un litro.

SOLUCIÓN PATRÓN DE AZÚCAR INVERTIDO

Pesar exactamente 4,75 gramos de sacarosa pura, añadir 5 ml de ácido clorhídrico (HCl puro al 36.5% p/p) y disolver en agua hasta obtener unos 100 ml; la solución acidificada se coloca en un baño de agua a 70°C, se agita por 3 minutos, luego se mantiene en reposo durante 4 minutos procurando que su temperatura no descienda de los 70°C.

Enfriar la solución acidificada con agua helada hasta la temperatura ambiente.

Añadir unas 3 gotas de solución al 1% de Fenolftaleína y neutralizar con hidróxido de sodio; enfriar la solución y diluir hasta 1 litro.

La solución de azúcar invertido así preparada, tendrá una concentración tal que 10 ml de la misma contendrán 0.05 gramos de azúcar invertido.

☞ Valoración de la solución de Fehling "A"

Transferir a un erlenmeyer de 250 ml, 5 ml de solución Fehling "A" y 5 ml de solución Fehling "B". Añadir 30 ml de agua destilada.

Llenar la bureta con la solución de azúcar invertido, y descargar de una sola vez 6 ml en el erlenmeyer que contiene la solución Fehling.

Poner el erlenmeyer de tal forma que comience a hervir a los 4 minutos aproximadamente. Tan pronto comience a hervir, mantener la ebullición durante 2 minutos, procurando que la ebullición sea suave. Agregar 3 gotas de azul de metileno.

Comenzar a titular con la solución de azúcar invertido contenida en la bureta, gota a gota dentro del erlenmeyer, mateniendo siempre la solución en el erlenmeyer hirviendo suavemente hasta que el color azul cambie a rojo ladrillo, lo cual marca el fin de la titulación.

NOTA: Nunca agite el erlenmeyer cuando esté realizando la titulación.

Anotar los mililitros consumidos de la solución de azúcar invertido, incluyendo los que se añadieron al recipiente de una sola vez.

Valor de la solución Fehling A:

Valor= ml de solución de azúcar invertido X 0.005

Este valor debe fijarse en la etiqueta del frasco de solución Fehling "A" y será el que se utilizará para los cálculos del % de azúcares reductores.

ANEXO VI

GUIA DE LABORATORIO

“Hidrólisis de la Sacarosa en un Reactor Tubular”

1.0 OBJETIVOS:

1.1 OBJETIVO GENERAL:

Aplicar los conocimientos adquiridos sobre los tipos de reactores y el funcionamiento de un reactor tubular, caso particular que se analizará en este laboratorio.

1.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

- a) Determinar la ecuación de velocidad para la reacción de hidrólisis de la sacarosa.
- b) Calcular los principales parámetros cinéticos que determinan la capacidad de un reactor.

2.0 TEORIA APLICADA:

Tipos de reactores de laboratorio

Orden de reacción y constante cinética.

Comportamiento del reactor tubular.

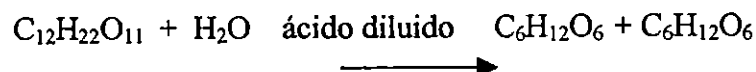
Hidrólisis de la sacarosa.

3.0 PARTE EXPERIMENTAL:

3.1 FUNDAMENTOS:

La parte experimental consistirá en monitorear el transcurso de la reacción de hidrólisis de la sacarosa, conforme aumenta el tamaño del reactor, recolectando datos que posteriormente brinden información de la conversión obtenida en dicha reacción.

La reacción con la que se experimentará es la siguiente:



Esta reacción es un buen modelo para seguir su evolución a través del reactor tubular, midiendo la concentración en función de la longitud que recorre el sistema reaccionante. El método a utilizar para la determinación de las concentraciones es el método de determinación de azúcares de Lane – Eynon, para detectar la cantidad de azúcar invertida.

3.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

Material y Equipo:

1 beaker de 1000 ml.
3 beakers de 250 ml
3 erlenmeyers de 250 ml
2 pipetas de 10 ml
2 agitadores
4 termómetros
1 bureta de 100 ml
1 bureta de 50 ml
1 probeta de 100 ml
1 probeta de 50 ml
2 soportes y pinzas para bureta
frasco lavador
pera
hot plate
reactor tubular

Reactivos:

Sacarosa 99.6% (azúcar comercial)
HCl
NaOH
Soluciones de Fehling A y B
Fenolftaleína

Azul de metileno

Agua destilada

3.2 PROCEDIMIENTO:

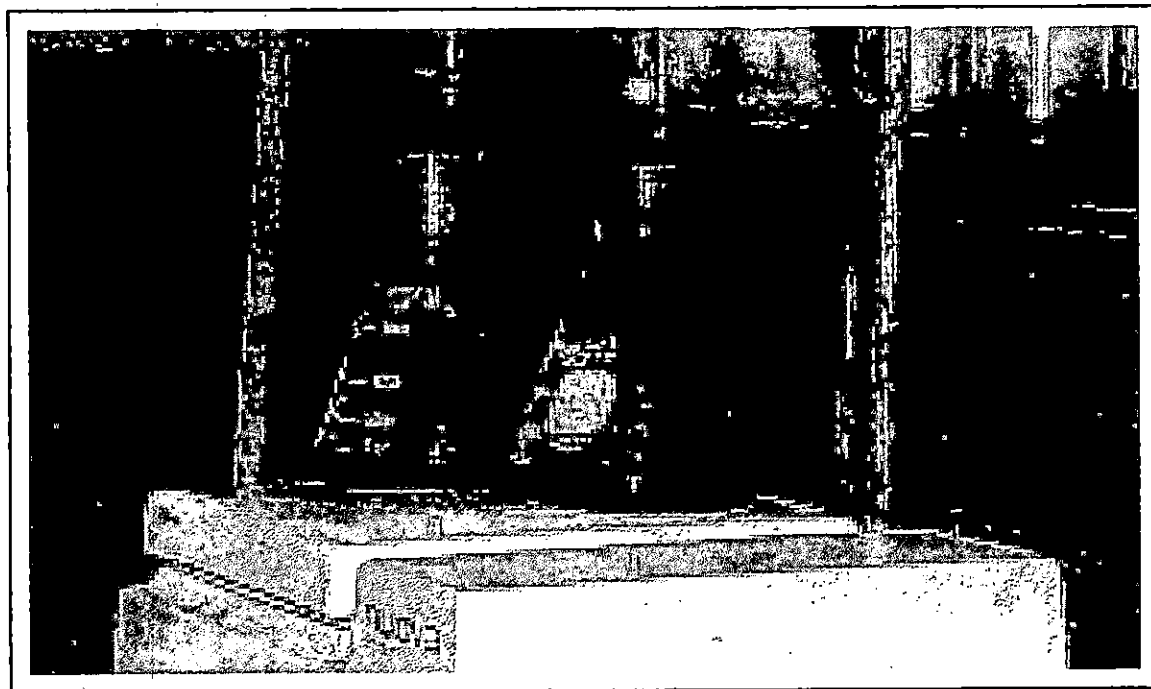
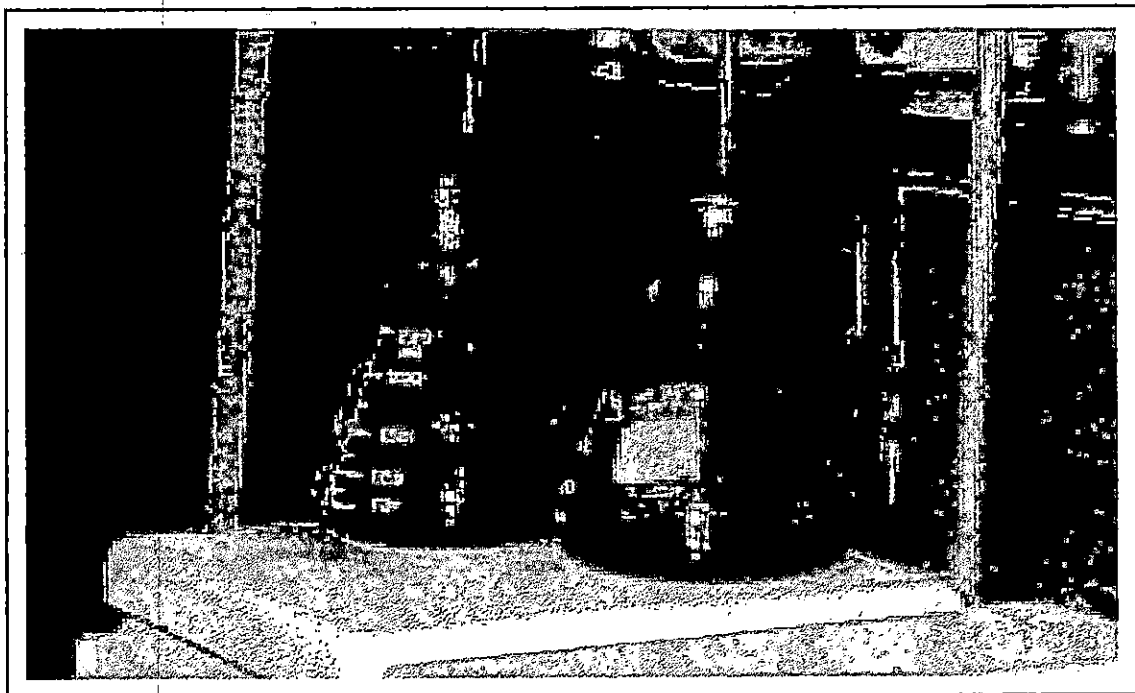
- Un día antes de realizar la practica se debe de preparar:
 - ✓ Armar el reactor tubular, verificando que todas sus piezas se encuentren bien adaptadas.
 - ✓ Prepar el reactivo de Fehling como se indica en el anexo V, no es necesario su valoración.
- El día de la realización encender los baños marías con anticipación para que estos estén a la temperatura requerida a la hora de la práctica.
- Preparar una solución de sacarosa a los grados brix que se llevará a cabo la reacción.
- Preparar una solución de HCl a la normalidad establecida para la reacción.
- Preparar una solución de NaOH, a una normalidad aproximadamente la mitad del ácido preparado.
- Estabilizar la temperatura de los sistemas de calentamiento. (Si la temperatura se ha pasado de la requerida agregar agua al tiempo y bajar el termostato)
- Ceban y encender las bombas de los dos sistemas de calentamiento.(es importante que las bombas sean debidamente cebadas para evitar su deterioro).
- Poner los reactivos en los recipientes del sistema de alimentación al reactor, y agitarlos hasta que alcancen la temperatura de trabajo. (NOTA, preferentemente los reactivos pueden ser preparados en el momento en que se conectan los baños de tal forma que estos

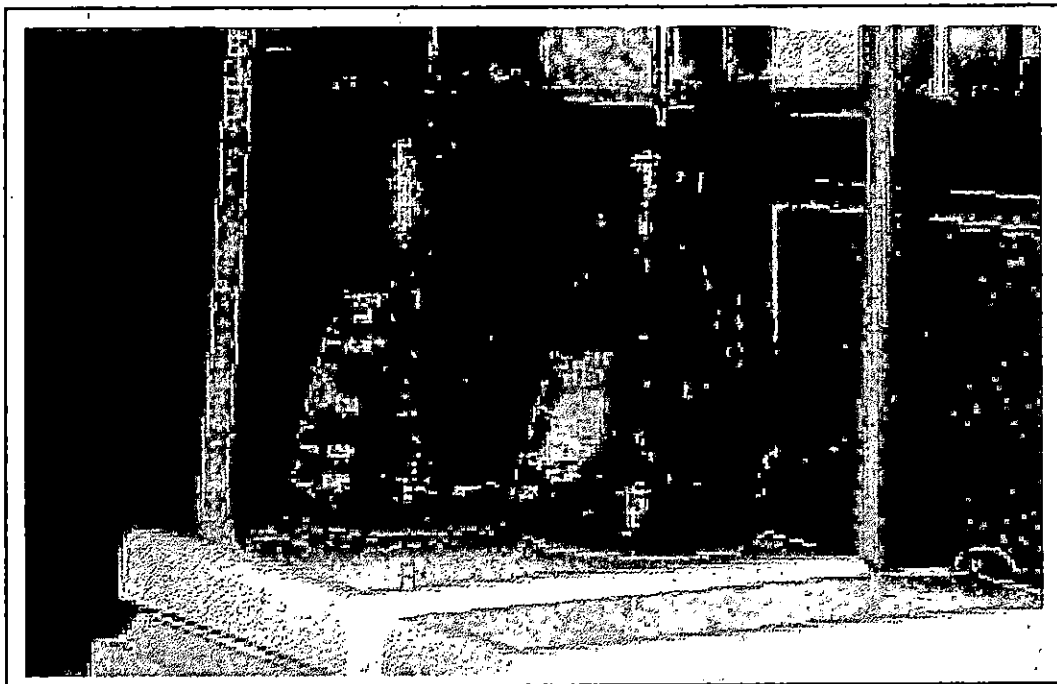
puedan ser calentados primeramente por medio de los baños de maría, luego agregar los reactivos en los recipientes del sistema de alimentación).

- Inmediatamente se alcanza la temperatura deseada, abrir las válvulas que permiten el ingreso de reactivos al reactor, teniendo cuidado que las aberturas permitan igual flujo de ambas corrientes de alimentación.
- Dejar que el sistema reaccionante se estabilice para luego tomar las muestras en los puntos seleccionados.
- Tomar muestras de 50 ml de la mezcla reaccionante y seguir el procedimiento siguiente:
 1. Colocar la muestra tomada en un erlenmeyer de 250 ml y agregar fenolftaleína.
 2. Neutralizar con NaOH, hasta alcanzar el vire rosado pálido. Anotar el volumen de NaOH gastado.
 3. Colocar la muestra neutralizada en la bureta de 100 ml y anotar el dato de volumen inicial.
- Preparar la solución de Fehling, agregando 5 ml de solución A y 5 ml de solución B en un erlenmeyer de 250 ml.
- Agregar 30 ml de agua destilada, y colocar el erlenmeyer en el hot plate, hasta que comience a hervir. DEJAR HERVIR POR 2 MINUTOS.
- NOTA: en esta titulación no agitar el erlenmeyer.
- Agregar azul de metileno como indicador y luego titular en caliente con la solución de azúcar contenida en la bureta, hasta observar un color rojo ladrillo permanente. Anotar la lectura del volumen final.
- Calcular la concentración de azúcar invertida, con las tablas de Lane –Eynon, o la ecuación

$$\text{Valor} = 0.05 * e^{1.08 \times 10^{-3}(X)} \quad (\text{Rosales Cerezo, 1984})$$

ANEXO VII





ANEXO VIII

Tabla de azúcar invertido para 10 ml de solución de Fehling (Método Lane-Eynon)

Además del azúcar invertido, las soluciones contienen:										
No sacarosa		1 g de sacarosa por 100 ml		5 g de sacarosa por 100 ml		10 g de sacarosa por 100 ml		25 g de sacarosa por 100 ml		
ml requeridos de solución de azúcar	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml
15	50.5	336	49.9	333	47.6	317	46.1	307	43.4	289
16	50.6	316	50.0	312	47.6	297	46.1	288	43.3	271
17	50.7	298	50.1	295	47.6	280	46.1	271	43.3	225
18	50.8	282	50.1	278	47.6	264	46.1	256	43.3	240
19	50.8	267	50.2	264	47.6	250	46.1	243	43.3	227
20	50.9	254.5	50.2	251.0	47.6	238.0	46.1	230.5	43.2	216
21	51.0	242.9	50.2	239.0	47.6	226.7	46.1	219.5	43.2	206
22	51.0	231.8	50.3	228.2	47.6	216.4	46.1	209.5	43.1	196
23	51.1	222.2	50.3	218.7	47.6	207.0	46.1	200.4	43.0	187
24	51.2	213.3	50.3	208.8	47.6	198.3	46.1	192.1	42.9	177
25	51.2	204.8	50.4	201.6	47.6	190.4	46.0	184.0	42.8	171
26	51.3	197.4	50.4	193.8	47.6	183.1	46.0	176.9	42.8	164
27	51.4	190.4	50.4	186.7	47.6	176.4	46.0	170.4	42.7	158
28	51.4	183.7	50.5	180.2	47.7	170.3	46.0	164.3	42.7	152
29	51.5	177.6	50.5	174.1	47.7	164.5	46.0	158.6	42.6	147

Además del azúcar invertido, las soluciones contienen:										
No sacarosa		1 g de sacarosa por 100 ml		5 g de sacarosa por 100 ml		10 g de sacarosa por 100 ml		25 g de sacarosa por 100 ml		
ml requeridos de solución de azúcar	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml	Factor del azúcar invertido ^a	mg de azúcar invertido por 100 ml
30	51.5	171.7	50.5	168.3	47.7	159.0	46.0	153.3	42.5	142
31	51.6	166.3	50.6	163.1	47.7	153.9	45.9	148.1	42.5	137
32	51.6	161.2	50.6	158.1	47.7	149.1	45.9	143.4	42.4	132
33	51.7	156.6	50.6	153.3	47.7	144.5	45.9	139.1	42.3	128
34	51.7	152.2	50.6	148.9	47.7	140.3	45.8	134.9	42.2	124
35	51.8	147.9	50.7	144.7	47.7	136.3	45.8	130.9	42.2	121
36	51.8	143.9	50.7	140.7	47.7	132.5	45.8	127.1	42.1	117
37	51.9	140.2	50.7	137.0	47.7	128.9	45.7	123.5	42.0	114
38	51.9	136.6	50.7	135.5	47.7	125.5	45.7	120.3	42.0	111
39	52.0	133.3	50.8	130.2	47.7	122.3	45.7	117.1	41.9	107
40	52.0	130.1	50.8	127.0	47.7	119.2	45.6	114.1	41.8	104
41	52.1	127.1	50.8	123.9	47.7	116.3	45.6	111.2	41.8	102
42	52.1	124.2	50.8	121.0	47.7	113.5	45.6	108.5	41.7	99
43	52.2	121.4	50.8	118.2	47.7	110.9	45.5	105.8	41.6	97
44	52.2	118.7	50.9	115.6	47.7	108.4	45.5	103.4	41.5	94

^a mg de azúcar invertido correspondientes a 10 ml de solución de Fehling

ANEXO IX

Tabla 19. Peso por unidad de volumen y peso de sólidos (o Brix) por unidad de volumen de las soluciones de azúcar a 20°C^a (Ampliada por Meade en 1943, a partir de la Tabla de Snyder y Hammond, NBS—C440, 1942, pág. 644).

Gra- do Brix	(2)		(3)		Gra- do Brix	(2)		(3)	
	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por	
	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal		1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal
0.0	62.253	8.322	0.000	0.000	6.0	63.727	8.519	3.824	.511
.2	62.298	8.328	.125	.017	.2	63.779	8.526	3.954	.529
.4	62.350	8.335	.249	.033	.4	63.834	8.532	4.085	.546
.6	62.395	8.341	.374	.050	.6	63.876	8.539	4.216	.564
.8	62.447	8.348	.500	.067	.8	63.929	8.546	4.347	.581
1.0	62.492	8.354	.625	.084	7.0	63.977	8.552	4.478	.599
.2	62.545	8.361	.751	.100	.2	64.026	8.559	4.610	.616
.4	62.590	8.367	.876	.117	.4	64.078	8.566	4.742	.634
.6	62.642	8.374	1.002	.134	.6	64.130	8.573	4.874	.652
.8	62.697	8.380	1.128	.151	.8	64.183	8.580	5.005	.669
2.0	62.753	8.387	1.255	.168	8.0	64.228	8.587	5.138	.687
.2	62.784	8.393	1.381	.185	.2	64.280	8.593	5.271	.705
.4	62.836	8.400	1.508	.202	.4	64.332	8.600	5.403	.722
.6	62.881	8.406	1.635	.219	.6	64.385	8.607	5.537	.740
.8	62.934	8.413	1.762	.236	.8	64.437	8.614	5.670	.758
3.0	62.978	8.419	1.889	.253	9.0	64.482	8.620	5.803	.776
.2	63.031	8.426	2.017	.270	.2	64.534	8.627	5.938	.794
.4	63.076	8.432	2.145	.287	.4	64.587	8.634	6.071	.812
.6	63.128	8.439	2.273	.304	.6	64.639	8.641	6.205	.829
.8	63.180	8.446	2.401	.321	.8	64.692	8.648	6.340	.848
4.0	63.225	8.452	2.529	.338	10.0	64.744	8.655	6.474	.866
.2	63.278	8.459	2.658	.355	.2	64.796	8.662	6.609	.883
.4	63.323	8.465	2.786	.372	.4	64.849	8.669	6.744	.902
.6	63.375	8.472	2.915	.390	.6	64.894	8.675	6.879	.920
.8	63.427	8.479	3.044	.407	.8	64.946	8.682	7.014	.938
5.0	63.472	8.485	3.174	.424	11.0	65.006	8.689	7.151	.956
.2	63.525	8.492	3.303	.442	.2	65.051	8.696	7.286	.974
.4	63.577	8.499	3.433	.459	.4	65.103	8.703	7.422	.992
.6	63.622	8.505	3.563	.476	.6	65.155	8.710	7.558	1.010
.8	63.674	8.512	3.693	.494	.8	65.208	8.717	7.695	1.029

1)	(2)		(3)		(1)	(2)		(3)		(1)	(2)		(3)		(1)	(2)		(3)							
	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Gra- do Brix	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por		Gra- do Brix	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por		Gra- do Brix	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por						
	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal			1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico			1 gal	1 pie cúbico	1 gal			1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal	
0.0	65.260	8.724	7.831	1.047	19.0	67.138	8.975	12.756	1.705	26.0	69.113	9.239	17.969	2.402	33.0	71.192	9.517	23.493	3.141						
.2	65.312	8.731	7.968	1.065		.2	67.198	8.983	12.902		1.725	.2	69.172	9.247		18.123	2.423	.2	71.252	9.525	23.656	3.162			
.4	65.365	8.738	8.105	1.083		.4	67.250	8.990	13.047		1.744	.4	69.232	9.255		18.277	2.443	.4	71.312	9.533	23.818	3.184			
.6	65.417	8.745	8.243	1.102		.6	67.302	8.997	13.191		1.763	.6	69.292	9.263		18.432	2.464	.6	71.372	9.541	23.981	3.206			
.8	65.470	8.752	8.380	1.120		.8	67.362	9.005	13.338		1.783	.8	69.344	9.270		18.584	2.484	.8	71.439	9.550	24.146	3.228			
0.0	65.522	8.759	8.518	1.139		20.0	67.414	9.012	13.483		1.802	27.0	69.404	9.278		18.739	2.505	34.0	71.499	9.558	24.310	3.250			
.2	65.574	8.766	8.656	1.157			.2	67.474	9.020		13.630		1.822	.2		69.464	9.286		18.894	2.526	.2	71.599	9.566	24.473	3.272
.4	65.627	8.773	8.794	1.176			.4	67.527	9.027		13.776		1.842	.4		69.524	9.294		19.050	2.547	.4	71.618	9.574	24.637	3.293
.6	65.686	8.781	8.933	1.194			.6	67.579	9.034		13.921		1.861	.6		69.584	9.302		19.205	2.567	.6	71.686	9.583	24.803	3.316
.8	65.739	8.788	9.072	1.213	.8		67.639	9.042	14.069	1.881	.8		69.636	9.309	19.359	2.588	.8		71.746	9.591	24.968	3.338			
0.0	65.791	8.795	9.211	1.231	21.0		67.691	9.049	14.215	1.900	28.0		69.696	9.317	19.515	2.609	35.0		71.806	9.599	25.132	3.368			
.2	65.844	8.802	9.350	1.250			.2	67.751	9.057	14.363			1.920	.2	69.756	9.325			19.671	2.630	.2	71.865	9.607	25.296	3.382
.4	65.896	8.809	9.489	1.268			.4	67.803	9.064	14.510			1.940	.4	69.816	9.333			19.828	2.651	.4	71.932	9.616	25.464	3.404
.6	65.948	8.816	9.628	1.287			.6	67.863	9.072	14.658			1.959	.6	69.876	9.341			19.985	2.672	.6	71.993	9.624	25.630	3.426
.8	66.001	8.823	9.768	1.306		.8	67.916	9.079	14.806	1.979		.8	69.935	9.349	20.141	2.692		.8	72.052	9.632	25.795	3.448			
0.0	66.053	8.830	9.908	1.325		22.0	67.975	9.087	14.955	1.999		29.0	69.995	9.357	20.299	2.714		36.0	72.112	9.640	25.960	3.470			
.2	66.105	8.837	10.048	1.343			.2	68.028	9.094	15.102			2.019	.2	70.055	9.365			20.456	2.735	.2	72.180	9.649	26.129	3.493
.4	66.165	8.845	10.189	1.362			.4	68.088	9.102	15.252			2.039	.4	70.107	9.372			20.611	2.755	.4	72.239	9.657	26.295	3.515
.6	66.218	8.852	10.330	1.381			.6	68.140	9.109	15.400			2.059	.6	70.167	9.380			20.769	2.776	.6	72.299	9.665	26.461	3.537
.8	66.270	8.859	10.471	1.400	.8		68.200	9.117	15.550	2.079	.8		70.227	9.388	20.928	2.798	.8		72.367	9.674	26.631	3.560			
0.0	66.322	8.866	10.612	1.419	23.0		68.260	9.125	15.700	2.099	30.0		70.287	9.396	21.086	2.819	37.0		72.426	9.682	26.798	3.582			
.2	66.375	8.873	10.753	1.437			.2	68.312	9.132	15.848			2.119	.2	70.347	9.404			21.244	2.840	.2	72.494	9.691	26.968	3.605
.4	66.434	8.881	10.895	1.456			.4	68.372	9.140	15.999			2.139	.4	70.407	9.412			21.404	2.861	.4	72.554	9.699	27.135	3.627
.6	66.487	8.888	11.037	1.475			.6	68.424	9.147	16.148			2.159	.6	70.466	9.420			21.563	2.883	.6	72.613	9.707	27.302	3.650
.8	66.539	8.895	11.179	1.494		.8	68.484	9.155	16.299	2.179		.8	70.526	9.428	21.722	2.904		.8	72.681	9.716	27.473	3.673			
0.0	66.592	8.902	11.321	1.513		24.0	68.544	9.163	16.451	2.199		31.0	70.586	9.436	21.882	2.925		38.0	72.741	9.724	27.642	3.695			
.2	66.644	8.909	11.463	1.532			.2	68.596	9.170	16.600			2.219	.2	70.646	9.444			22.042	2.947	.2	72.808	9.733	27.813	3.718
.4	66.704	8.917	11.606	1.551			.4	68.656	9.178	16.752			2.239	.4	70.706	9.452			22.202	2.968	.4	72.868	9.741	27.981	3.741
.6	66.756	8.924	11.749	1.571			.6	68.709	9.185	16.902			2.259	.6	70.766	9.460			22.362	2.989	.6	72.928	9.749	28.150	3.763
.8	66.809	8.931	11.892	1.590	.8		68.768	9.193	17.054	2.280	.8		70.826	9.468	22.523	3.011	.8		72.995	9.758	28.322	3.786			
0.0	66.868	8.939	12.036	1.609	25.0		68.828	9.201	17.207	2.300	32.0		70.893	9.477	22.686	3.033	39.0		73.055	9.766	28.491	3.809			
.2	66.921	8.946	12.180	1.628			.2	68.881	9.208	17.358			2.320	.2	70.953	9.485			22.847	3.054	.2	73.122	9.775	28.664	3.832
.4	66.973	8.953	12.323	1.647			.4	68.940	9.216	17.511			2.341	.4	71.013	9.493			23.008	3.076	.4	73.182	9.783	28.834	3.855
.6	67.033	8.961	12.468	1.667			.6	69.000	9.224	17.664			2.361	.6	71.072	9.501			23.169	3.097	.6	73.249	9.792	29.007	3.878
.8	67.085	8.968	12.612	1.686		.8	69.060	9.232	17.817	2.382		.8	71.132	9.509	23.331	3.119		.8	73.317	9.801	29.180	3.901			

Grado Brix	(2)		(3)		Grado Brix	(2)		(3)		Grado Brix	(2)		(3)		Grado Brix	(2)		(3)	
	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por	
	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal		1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal		1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal		1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal
40.0	73.376	9.809	29.350	3.924	47.0	75.673	10.116	35.566	4.754	54.0	78.089	10.439	42.168	5.637	61.0	80.618	10.777	49.177	6.574
.2	73.444	9.818	29.524	3.947	.2	75.740	10.125	35.749	4.779	.2	78.156	10.448	42.361	5.663	.2	80.685	10.786	49.379	6.601
.4	73.504	9.826	29.696	3.970	.4	75.808	10.134	35.933	4.804	.4	78.231	10.458	42.558	5.689	.4	80.760	10.796	49.587	6.629
.6	73.571	9.835	29.870	3.993	.6	75.875	10.143	36.117	4.828	.6	78.299	10.467	42.751	5.715	.6	80.834	10.806	49.794	6.656
.8	73.631	9.843	30.041	4.016	.8	75.942	10.152	36.300	4.853	.8	78.366	10.476	42.945	5.741	.8	80.909	10.816	50.002	6.684
48.0	73.698	9.852	30.216	4.039	48.0	76.017	10.162	36.488	4.878	55.0	78.441	10.486	43.143	5.767	62.0	80.984	10.826	50.210	6.712
.2	73.765	9.861	30.391	4.063	.2	76.077	10.170	36.669	4.902	.2	78.508	10.495	43.336	5.793	.2	81.059	10.836	50.419	6.740
.4	73.825	9.869	30.564	4.086	.4	76.144	10.179	36.854	4.927	.4	78.583	10.505	43.535	5.820	.4	81.134	10.846	50.628	6.768
.6	73.893	9.878	30.739	4.109	.6	76.219	10.189	37.042	4.952	.6	78.658	10.515	43.734	5.846	.6	81.209	10.856	50.837	6.796
.8	73.960	9.887	30.915	4.133	.8	76.286	10.198	37.228	4.977	.8	78.725	10.524	43.929	5.872	.8	81.283	10.866	51.046	6.824
49.0	74.020	9.895	31.088	4.156	49.0	76.354	10.207	37.413	5.001	56.0	78.800	10.534	44.128	5.899	63.0	81.358	10.876	51.256	6.852
.2	74.087	9.904	31.265	4.180	.2	76.421	10.216	37.599	5.026	.2	78.867	10.543	44.323	5.925	.2	81.443	10.886	51.472	6.881
.4	74.154	9.913	31.441	4.203	.4	76.488	10.225	37.785	5.051	.4	78.942	10.553	44.523	5.952	.4	81.508	10.896	51.676	6.908
.6	74.214	9.921	31.615	4.226	.6	76.556	10.234	37.972	5.076	.6	79.009	10.562	44.719	5.978	.6	81.583	10.906	51.887	6.936
.8	74.282	9.930	31.793	4.250	.8	76.623	10.243	38.158	5.101	.8	79.084	10.572	44.920	6.005	.8	81.657	10.916	52.097	6.964
50.0	74.349	9.939	31.970	4.274	50.0	76.690	10.252	38.345	5.126	57.0	79.151	10.581	45.116	6.031	64.0	81.732	10.926	52.308	6.993
.2	74.416	9.948	32.148	4.298	.2	76.765	10.262	38.536	5.152	.2	79.226	10.591	45.317	6.058	.2	81.807	10.936	52.520	7.021
.4	74.476	9.956	32.323	4.321	.4	76.832	10.271	38.723	5.177	.4	79.301	10.601	45.519	6.085	.4	81.882	10.946	52.732	7.049
.6	74.543	9.965	32.501	4.345	.6	76.900	10.280	38.911	5.202	.6	79.368	10.610	45.716	6.111	.6	81.957	10.956	52.944	7.078
.8	74.611	9.974	32.680	4.369	.8	76.975	10.290	39.103	5.225	.8	79.443	10.620	45.918	6.138	.8	82.039	10.967	53.161	7.107
51.0	74.678	9.983	32.858	4.392	51.0	77.042	10.299	39.291	5.252	58.0	79.518	10.630	46.120	6.165	65.0	82.114	10.977	53.374	7.135
.2	74.745	9.992	33.037	4.416	.2	77.109	10.308	39.480	5.278	.2	79.593	10.640	46.323	6.192	.2	82.188	10.987	53.587	7.164
.4	74.805	10.000	33.213	4.440	.4	77.177	10.317	39.669	5.303	.4	79.660	10.649	46.521	6.219	.4	82.263	10.997	53.800	7.192
.6	74.873	10.009	33.393	4.464	.6	77.244	10.326	39.858	5.328	.6	79.735	10.659	46.725	6.246	.6	82.338	11.007	54.014	7.221
.8	74.940	10.018	33.573	4.488	.8	77.319	10.336	40.051	5.354	.8	79.810	10.669	46.928	6.273	.8	82.413	11.017	54.227	7.249
52.0	75.007	10.027	33.753	4.512	52.0	77.386	10.345	40.241	5.379	59.0	79.877	10.678	47.127	6.300	66.0	82.488	11.027	54.442	7.278
.2	75.074	10.036	33.933	4.536	.2	77.453	10.354	40.430	5.405	.2	79.952	10.688	47.332	6.327	.2	82.570	11.038	54.661	7.307
.4	75.142	10.045	34.114	4.560	.4	77.528	10.364	40.625	5.431	.4	80.027	10.698	47.536	6.355	.4	82.645	11.048	54.876	7.336
.6	75.209	10.054	34.296	4.585	.6	77.595	10.373	40.815	5.456	.6	80.101	10.708	47.740	6.382	.6	82.720	11.058	55.092	7.365
.8	75.276	10.063	34.476	4.609	.8	77.663	10.382	41.006	5.482	.8	80.176	10.718	47.945	6.409	.8	82.794	11.068	55.306	7.393
53.0	75.336	10.071	34.655	4.633	53.0	77.738	10.392	41.201	5.508	60.0	80.244	10.727	48.146	6.436	67.0	82.877	11.079	55.528	7.423
.2	75.404	10.080	34.837	4.657	.2	77.805	10.401	41.392	5.533	.2	80.318	10.737	48.351	6.464	.2	82.951	11.089	55.743	7.452
.4	75.471	10.089	35.019	4.681	.4	77.872	10.410	41.583	5.559	.4	80.393	10.747	48.557	6.491	.4	83.026	11.099	55.960	7.481
.6	75.538	10.098	35.201	4.706	.6	77.947	10.420	41.780	5.585	.6	80.468	10.757	48.763	6.519	.6	83.109	11.110	56.182	7.510
.8	75.606	10.107	35.384	4.730	.8	78.014	10.429	41.972	5.611	.8	80.543	10.767	48.970	6.546	.8	83.183	11.120	56.398	7.539

Grado Brix	(2)		(3)		Grado Brix	(2)		(3)	
	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por	
	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal		1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal
0	83.258	11.130	56.615	7.568	75.0	86.018	11.499	64.514	8.624
.2	83.333	11.140	56.833	7.597	.2	86.101	11.510	64.748	8.656
.4	83.415	11.151	57.056	7.627	.4	86.183	11.521	64.982	8.687
.6	83.490	11.161	57.274	7.656	.6	86.265	11.532	65.216	8.718
.8	83.572	11.172	57.498	7.686	.8	86.348	11.543	65.452	8.750
0	83.647	11.182	57.716	7.716	76.0	86.430	11.554	65.687	8.781
.2	83.722	11.192	57.936	7.745	.2	86.505	11.564	65.917	8.812
.4	83.804	11.203	58.160	7.775	.4	86.587	11.575	66.146	8.842
.6	83.879	11.213	58.380	7.804	.6	86.669	11.586	66.388	8.875
.8	83.961	11.224	58.605	7.834	.8	86.752	11.597	66.626	8.907
0	84.036	11.234	58.825	7.864	77.0	86.834	11.608	66.862	8.938
.2	84.118	11.245	59.050	7.894	.2	86.916	11.619	67.099	8.970
.4	84.193	11.255	59.272	7.924	.4	86.998	11.630	67.336	9.002
.6	84.268	11.265	59.493	7.953	.6	87.081	11.641	67.575	9.033
.8	84.350	11.276	59.720	7.983	.8	87.163	11.652	67.813	9.065
0	84.425	11.286	59.942	8.013	78.0	87.238	11.663	68.046	9.096
.2	84.507	11.297	60.169	8.043	.2	87.320	11.673	68.284	9.128
.4	84.590	11.308	60.397	8.074	.4	87.402	11.684	68.523	9.160
.6	84.664	11.318	60.619	8.104	.6	87.485	11.695	68.763	9.192
.8	84.747	11.329	60.848	8.134	.8	87.567	11.706	69.003	9.224
0	84.822	11.339	61.072	8.164	79.0	87.647	11.717	69.243	9.256
.2	84.904	11.350	61.301	8.195	.2	87.732	11.728	69.484	9.289
.4	84.979	11.360	61.525	8.225	.4	87.821	11.740	69.730	9.322
.6	85.061	11.371	61.754	8.255	.6	87.904	11.751	69.972	9.354
.8	85.143	11.382	61.984	8.286	.8	87.986	11.762	70.213	9.386
0	85.218	11.392	62.209	8.316	80.0	88.068	11.773	70.454	9.418
.2	85.300	11.403	62.440	8.347	.2	88.150	11.784	70.696	9.451
.4	85.383	11.414	62.671	8.378	.4	88.233	11.795	70.939	9.483
.6	85.457	11.424	62.896	8.408	.6	88.315	11.806	71.181	9.516
.8	85.540	11.435	63.129	8.439	.8	88.397	11.817	71.425	9.548
0	85.622	11.446	63.360	8.470	81.0	88.480	11.828	71.669	9.581
.2	85.697	11.456	63.587	8.500	.2	88.562	11.839	71.912	9.613
.4	85.779	11.467	63.820	8.531	.4	88.652	11.851	72.163	9.645
.6	85.861	11.478	64.052	8.563	.6	88.732	11.862	72.405	9.677
.8	85.944	11.489	64.286	8.594	.8	88.816	11.873	72.651	9.710

Grado Brix	(2)		(3)		Grado Brix	(2)		(3)	
	Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por			Peso (lb) en el aire de		Libras de sólidos (o Brix) por	
	1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal		1 pie cúbico	1 gal	1 pie cúbico	1 gal
82.0	88.898	11.884	72.896	9.745	89.0	91.891	12.284	81.783	10.933
.2	88.981	11.895	73.142	9.778	.2	91.980	12.296	82.046	10.968
.4	89.071	11.907	73.395	9.811	.4	92.063	12.307	82.304	11.002
.6	89.153	11.918	73.640	9.844	.6	92.153	12.319	82.569	11.038
.8	89.235	11.929	73.887	9.877	.8	92.242	12.331	82.833	11.073
83.0	89.317	11.940	74.133	9.910	90.0	92.325	12.342	83.092	11.108
.2	89.407	11.952	74.387	9.944	.2	92.414	12.354	83.357	11.143
.4	89.489	11.963	74.634	9.977	.4	92.504	12.366	83.624	11.179
.6	89.572	11.974	74.882	10.010	.6	92.594	12.378	83.890	11.214
.8	89.662	11.986	75.137	10.044	.8	92.676	12.389	84.150	11.249
84.0	89.744	11.997	75.385	10.078	91.0	92.766	12.401	84.417	11.285
.2	89.826	12.008	75.633	10.111	.2	92.856	12.413	84.685	11.321
.4	89.916	12.020	75.889	10.145	.4	92.945	12.425	84.952	11.356
.6	89.998	12.031	76.138	10.178	.6	93.035	12.437	85.220	11.392
.8	90.080	12.042	76.388	10.212	.8	93.118	12.448	85.482	11.427
85.0	90.170	12.054	76.645	10.246	92.0	93.207	12.460	85.750	11.463
.2	90.252	12.065	76.895	10.279	.2	93.297	12.472	86.020	11.499
.4	90.342	12.077	77.152	10.314	.4	93.387	12.484	86.289	11.535
.6	90.425	12.088	77.404	10.347	.6	93.477	12.496	86.560	11.571
.8	90.507	12.099	77.655	10.381	.8	93.559	12.507	86.823	11.607
86.0	90.597	12.111	77.913	10.415	93.0	93.649	12.519	87.094	11.643
.2	90.679	12.122	78.165	10.449	.2	93.738	12.531	87.364	11.679
.4	90.769	12.134	78.424	10.484	.4	93.828	12.543	87.635	11.715
.6	90.851	12.145	78.677	10.518	.6	93.918	12.555	87.907	11.750
.8	90.941	12.157	78.937	10.552	.8	94.008	12.567	88.180	11.788
87.0	91.023	12.168	79.190	10.586	94.0	94.097	12.579	88.451	11.824
.2	91.113	12.180	79.451	10.621	.2	94.187	12.591	88.724	11.861
.4	91.195	12.191	79.704	10.655	.4	94.277	12.603	88.997	11.895
.6	91.285	12.203	79.966	10.690	.6	94.367	12.615	89.271	11.934
.8	91.375	12.215	80.227	10.725	.8	94.457	12.627	89.545	11.971
88.0	91.457	12.226	80.482	10.759	95.0	94.546	12.639	89.819	12.007
.2	91.547	12.238	80.744	10.794					
.4	91.639	12.249	81.009	10.829					
.6	91.719	12.261	81.263	10.863					
.8	91.808	12.273	81.526	10.898					

* Las columnas 1 y 2 se han ampliado a partir de la tabla original. La columna 3 = peso por pie cúbico y peso por galón respectivamente (columna 2) multiplicado por la columna 1.

ANEXO X

Tabla 16. Brx, densidad aparente, densidad relativa aparente, gramos de sacarosa por 100 ml y grados Baumé de soluciones de azúcar a 20°C (Tomada de NBS—C440, pág. 632, C44, 1918)^a

Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C/20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml, pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (modulo) (45) (5)	Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C/20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml, pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (modulo) (45) (5)
0.0	0.99717	1.00000	0.000	0.00	5.0	1.01680	1.01968	5.089	2.79
.1	.99756	.00039	.100	0.06	.1	.01719	.02008	.193	2.85
.2	.99795	.00078	.200	0.11	.2	.01759	.02048	.297	2.91
.3	.99834	.00117	.300	0.17	.3	.01799	.02088	.401	2.96
.4	.99872	.00156	.400	0.22	.4	.01839	.02128	.506	3.02
.5	.99911	.00194	.500	0.28	.5	.01879	.02168	.609	3.07
.6	.99950	.00233	.600	0.34	.6	.01919	.02208	.713	3.13
.7	.99989	.00272	.701	0.39	.7	.01959	.02248	.818	3.18
.8	1.00028	.00312	.801	0.45	.8	.01999	.02289	.922	3.24
.9	.00067	.00351	.902	0.51	.9	.02040	.02329	6.027	3.30
1.0	1.00106	1.00390	1.002	0.56	6.0	1.02080	1.02369	6.131	3.35
.1	.00145	.00429	1.103	0.62	.1	.02120	.02409	.236	3.41
.2	.00184	.00468	.203	0.67	.2	.02160	.02450	.340	3.46
.3	.00223	.00507	.304	0.73	.3	.02200	.02490	.445	3.52
.4	.00261	.00546	.405	0.79	.4	.02241	.02530	.550	3.57
.5	.00300	.00585	.506	0.84	.5	.02281	.02571	.655	3.63
.6	.00339	.00624	.607	0.90	.6	.02321	.02611	.760	3.69
.7	.00378	.00663	.708	0.95	.7	.02362	.02652	.865	3.74
.8	.00417	.00702	.809	1.01	.8	.02402	.02692	.971	3.80
.9	.00456	.00741	.911	1.07	.9	.02442	.02733	7.076	3.85
2.0	1.00495	1.00780	2.012	1.12	7.0	1.02483	1.02773	7.181	3.91
.1	.00534	.00819	.113	1.18	.1	.02523	.02814	.287	3.96
.2	.00574	.00859	.215	1.23	.2	.02564	.02854	.392	4.02
.3	.00613	.00898	.317	1.29	.3	.02604	.02895	.498	4.08
.4	.00652	.00937	.418	1.34	.4	.02645	.02936	.604	4.13
.5	.00691	.00977	.520	1.40	.5	.02685	.02976	.709	4.19
.6	.00730	.01016	.622	1.46	.6	.02726	.03017	.815	4.24
.7	.00769	.01055	.724	1.51	.7	.02766	.03058	.921	4.30
.8	.00809	.01094	.826	1.57	.8	.02807	.03098	8.027	4.35
.9	.00848	.01134	.928	1.62	.9	.02848	.03139	1.133	4.41
3.0	1.00887	1.01173	3.030	1.68	8.0	1.02888	1.03180	8.240	4.46
.1	.00927	.01213	.132	1.74	.1	.02929	.03221	.346	4.52
.2	.00966	.01252	.234	1.79	.2	.02970	.03262	.452	4.58
.3	.01006	.01292	.337	1.85	.3	.03011	.03303	.559	4.63
.4	.01045	.01331	.439	1.90	.4	.03052	.03344	.665	4.69
.5	.01084	.01371	.542	1.96	.5	.03093	.03385	.772	4.74
.6	.01124	.01410	.644	2.02	.6	.03133	.03426	.879	4.80
.7	.01163	.01450	.747	2.07	.7	.03174	.03467	.985	4.85
.8	.01203	.01490	.850	2.13	.8	.03215	.03508	9.092	4.91
.9	.01243	.01529	.953	2.18	.9	.03256	.03549	1.199	4.96
4.0	1.01282	1.01569	4.056	2.24	9.0	1.03297	1.03590	9.306	5.02
.1	.01322	.01609	.159	2.29	.1	.03338	.03631	.413	5.07
.2	.01361	.01649	.262	2.35	.2	.03379	.03672	.521	5.13
.3	.01401	.01688	.365	2.40	.3	.03420	.03713	.628	5.19
.4	.01441	.01728	.468	2.46	.4	.03461	.03755	.735	5.24
.5	.01480	.01768	.571	2.52	.5	.03503	.03796	.843	5.30
.6	.01520	.01808	.675	2.57	.6	.03544	.03837	.950	5.35
.7	.01560	.01848	.778	2.63	.7	.03585	.03879	10.058	5.41
.8	.01600	.01888	.882	2.68					
.9	.01640	.01928	.986	2.74					

Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C/20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml. pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (módulo 145) (5)	Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C/20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml. pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (módulo 145) (5)
.8	.03626	.03920	.166	5.46	.7	.05683	.05982	.551	8.18
.9	.03667	.03961	.274	5.52	.8	.05726	.06025	.663	8.23
10.0	1.03709	1.04003	10.381	5.57	.9	.05768	.06068	.775	8.29
.1	.03750	.04044	.489	5.63	15.0	1.05811	1.06111	15.887	8.34
.2	.03791	.04086	.597	5.68	.1	.05854	.06154	16.000	8.40
.3	.03833	.04127	.706	5.74	.2	.05897	.06197	.112	8.45
.4	.03874	.04169	.814	5.80	.3	.05940	.06240	.225	8.51
.5	.03916	.04210	.922	5.85	.4	.05983	.06283	.338	8.56
.6	.03957	.04252	11.031	5.91	.5	.06026	.06326	.450	8.62
.7	.03999	.04293	.139	5.96	.6	.06069	.06369	.563	8.67
.8	1.04040	.04335	.248	6.02	.7	.06112	.06412	.676	8.73
.9	.04082	.04377	.356	6.07	.8	.06155	.06455	.789	8.78
11.0	1.04123	1.04418	11.465	6.13	.9	.06198	.06499	.902	8.84
.1	.04165	.04460	.574	6.18	16.0	1.06241	1.06542	17.015	8.89
.2	.04207	.04502	.683	6.24	.1	.06284	.06585	.129	8.95
.3	.04248	.04544	.792	6.30	.2	.06327	.06629	.242	9.00
.4	.04290	.04585	.901	6.35	.3	.06370	.06672	.356	9.06
.5	.04332	.04627	12.010	6.41	.4	.06414	.06715	.469	9.11
.6	.04373	.04669	.120	6.46	.5	.06457	.06759	.583	9.17
.7	.04415	.04711	.229	6.52	.6	.06500	.06802	.697	9.22
.8	.04457	.04753	.338	6.57	.7	.06544	.06845	.810	9.28
.9	.04499	.04795	.448	6.63	.8	.06587	.06889	.924	9.33
12.0	1.04541	1.04837	12.558	6.68	.9	.06630	.06933	18.038	9.39
.1	.04583	.04879	.667	6.74	17.0	1.06674	1.06976	18.152	9.45
.2	.04625	.04921	.777	6.79	.1	.06717	.07020	.267	9.50
.3	.04667	.04963	.887	6.85	.2	.06761	.07063	.381	9.56
.4	.04709	.05005	.997	6.90	.3	.06804	.07107	.495	9.61
.5	.04750	.05047	13.107	6.96	.4	.06848	.07151	.610	9.67
.6	.04793	.05090	.217	7.02	.5	.06891	.07194	.724	9.72
.7	.04835	.05132	.327	7.07	.6	.06935	.07238	.839	9.78
.8	.04877	.05174	.438	7.13	.7	.06978	.07282	.954	9.83
.9	.04919	.05216	.548	7.18	.8	.07022	.07325	19.069	9.89
13.0	1.04961	1.05259	13.659	7.24	.9	.07066	.07369	.184	9.94
.1	.05003	.05301	.769	7.29	18.0	1.07110	1.07413	19.299	10.00
.2	.05046	.05343	.880	7.35	.1	.07153	.07457	.414	10.05
.3	.05088	.05386	.991	7.40	.2	.07197	.07501	.529	10.11
.4	.05130	.05428	14.102	7.46	.3	.07241	.07545	.644	10.16
.5	.05172	.05470	.213	7.51	.4	.07285	.07589	.760	10.22
.6	.05215	.05513	.324	7.57	.5	.07329	.07633	.875	10.27
.7	.05257	.05556	.435	7.62	.6	.07373	.07677	.991	10.33
.8	.05300	.05598	.546	7.68	.7	.07417	.07721	20.107	10.38
.9	.05342	.05641	.657	7.73	.8	.07461	.07765	.022	10.44
14.0	1.05385	1.05683	14.769	7.79	.9	.07505	.07809	.338	10.49
.1	.05427	.05726	.880	7.84	19.0	1.07549	1.07853	20.454	10.55
.2	.05470	.05769	.992	7.90	.1	.07593	.07898	.570	10.60
.3	.05512	.05811	15.103	7.96	.2	.07637	.07942	.686	10.66
.4	.05555	.05854	.215	8.01	.3	.07681	.07986	.803	10.71
.5	.05598	.05897	.327	8.07	.4	.07725	.08030	.919	10.77
.6	.05640	.05940	.439	8.12	.5	.07769	.08075	21.036	10.82

Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C, 20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml. pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (módulo) (45) (5)	Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C, 20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml. pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (módulo) (45) (5)
.6	.07814	.08119	.152	10.88	5	.10021	.10333	.081	13.57
.7	.07858	.08164	.269	10.93	6	.10067	.10379	.27.102	13.62
.8	.07902	.08208	.385	10.99	7	.10113	.10425	.224	13.67
.9	.07947	.08252	.502	11.04	8	.10159	.10471	.345	13.73
20.0	1.07991	1.08297	21.619	11.10	9	.10205	.10517	.467	13.78
1	.08035	.08342	.736	11.15	25.0	1.10251	1.10564	27.589	13.84
2	.08080	.08386	.853	11.21	1	.10297	.10610	.710	13.89
3	.08124	.08431	.971	11.26	2	.10343	.10656	.833	13.95
4	.08169	.08475	22.088	11.32	3	.10389	.10702	.955	14.00
5	.08213	.08520	.205	11.37	4	.10435	.10748	28.077	14.06
6	.08258	.08565	.323	11.43	5	.10482	.10795	.199	14.11
7	.08302	.08609	.440	11.48	6	.10528	.10841	.322	14.17
8	.08347	.08654	.558	11.54	7	.10574	.10887	.444	14.22
9	.08392	.08699	.676	11.59	8	.10620	.10934	.567	14.28
21.0	1.08436	1.08744	22.794	11.65	9	.10667	.10980	.690	14.33
1	.08481	.08789	.912	11.70	26.0	1.10713	1.11027	28.813	14.39
2	.08526	.08834	23.030	11.76	1	.10759	.11073	.935	14.44
3	.08571	.08879	.148	11.81	2	.10806	.11120	29.059	14.49
4	.08616	.08923	.266	11.87	3	.10852	.11166	.182	14.55
5	.08660	.08968	.385	11.92	4	.10899	.11213	.305	14.60
6	.08705	.09013	.503	11.98	5	.10945	.11260	.428	14.66
7	.08750	.09058	.622	12.03	6	.10992	.11306	.552	14.71
8	.08795	.09103	.740	12.09	7	.11038	.11353	.675	14.77
9	.08840	.09149	.859	12.14	8	.11085	.11400	.799	14.82
22.0	1.08885	1.09194	23.978	12.20	9	.11131	.11447	.923	14.88
1	.08930	.09239	24.097	12.25	27.0	1.11178	1.11493	30.046	14.93
2	.08975	.09284	.216	12.31	1	.11225	.11540	.170	14.99
3	.09020	.09329	.335	12.36	2	.11272	.11587	.294	15.04
4	.09066	.09375	.454	12.42	3	.11318	.11634	.418	15.09
5	.09111	.09420	.573	12.47	4	.11365	.11681	.543	15.15
6	.09156	.09465	.693	12.52	5	.11412	.11728	.667	15.20
7	.09201	.09511	.812	12.58	6	.11459	.11775	.792	15.26
8	.09247	.09556	.932	12.63	7	.11506	.11822	.916	15.31
9	.09292	.09602	1.052	12.69	8	.11553	.11869	31.041	15.37
23.0	1.09337	1.09647	25.172	12.74	9	.11600	.11916	.165	15.42
1	.09383	.09693	.292	12.80	28.0	1.11647	1.11963	31.290	15.48
2	.09428	.09738	.412	12.85	1	.11694	.12010	.415	15.53
3	.09473	.09784	.532	12.91	2	.11741	.12058	.540	15.59
4	.09519	.09829	.652	12.96	3	.11788	.12105	.666	15.64
5	.09564	.09875	.772	13.02	4	.11835	.12152	.791	15.69
6	.09610	.09921	.893	13.07	5	.11882	.12199	.916	15.75
7	.09656	.09966	26.013	13.13	6	.11929	.12247	32.042	15.80
8	.09701	.10012	.134	13.18	7	.11977	.12294	.167	15.86
9	.09747	.10058	.255	13.24	8	.12024	.12341	.293	15.91
24.0	1.09792	1.10104	26.375	13.29	9	.12071	.12389	.419	15.97
1	.09838	.10149	.496	13.35	29.0	1.12119	1.12436	32.545	16.02
2	.09884	.10195	.617	13.40	1	.12166	.12484	.671	16.08
3	.09930	.10241	.738	13.46	2	.12214	.12532	.797	16.13
4	.09976	.10287	.860	13.51	3	.12261	.12579	.923	16.18

Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C/20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml. pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (módulo 145) (5)	Porcentaje de sacarosa por peso (°Brix) (1)	Densidad aparente a 20°C (2)	Densidad relativa aparente a 20°C/20°C (3)	Gramos de sacarosa por 100 ml. pesada in vacuo (4)	Grados Baumé (módulo 145) (5)
.4	.12308	.12627	33.049	16.24	.3	.14678	.15003	.370	18.90
.5	.12356	.12674	.176	16.29	.4	.14727	.15052	.502	18.95
.6	.12404	.12722	.302	16.35	.5	.14776	.15102	.634	19.00
.7	.12451	.12770	.429	16.40	.6	.14826	.15151	.767	19.06
.8	.12499	.12817	.556	16.46	.7	.14875	.15201	.898	19.11
.9	.12546	.12865	.683	16.51	.8	.14925	.15250	40.030	19.17
30.0	1.12594	1.12913	33.810	16.57	.9	.14974	.15300	.162	19.22
.1	.12642	.12961	.937	16.62	35.0	1.15024	1.15350	40.295	19.28
.2	.12690	.13009	34.064	16.67	.1	.15073	.15399	.427	19.33
.3	.12737	.13057	.191	16.73	.2	.15123	.15449	.560	19.38
.4	.12785	.13105	.318	16.78	.3	.15172	.15498	.692	19.44
.5	.12833	.13153	.446	16.84	.4	.15222	.15548	.825	19.49
.6	.12881	.13201	.574	16.90	.5	.15271	.15598	.958	19.55
.7	.12929	.13249	.701	16.95	.6	.15321	.15648	41.091	19.60
.8	.12977	.13297	.829	17.00	.7	.15371	.15698	.124	19.65
.9	.13025	.13345	.957	17.05	.8	.15420	.15747	.358	19.71
31.0	1.13073	1.13394	35.085	17.11	.9	.15470	.15797	.491	19.76
.1	.13121	.13442	.213	17.16	36.0	1.15520	1.15847	41.625	19.81
.2	.13169	.13490	.341	17.22	.1	.15570	.15897	.758	19.87
.3	.13217	.13538	.470	17.27	.2	.15620	.15947	.092	19.92
.4	.13266	.13587	.598	17.33	.3	.15669	.15997	42.026	19.98
.5	.13314	.13635	.727	17.38	.4	.15719	.16047	.160	20.03
.6	.13362	.13683	.855	17.43	.5	.15769	.16098	.294	20.08
.7	.13410	.13732	.984	17.49	.6	.15819	.16148	.428	20.14
.8	.13459	.13780	36.113	17.54	.7	.15869	.16198	.562	20.19
.9	.13507	.13829	.242	17.60	.8	.15919	.16248	.697	20.25
32.0	1.13555	1.13877	36.371	17.65	.9	.15970	.16298	.831	20.30
.1	.13604	.13926	.500	17.70	37.0	1.16020	1.16349	42.966	20.35
.2	.13652	.13974	.630	17.76	.1	.16070	.16399	43.100	20.41
.3	.13701	.14023	.759	17.81	.2	.16120	.16449	.235	20.36
.4	.13749	.14072	.889	17.87	.3	.16170	.16500	.370	20.52
.5	.13798	.14120	.918	17.92	.4	.16221	.16550	.505	20.57
.6	.13846	.14169	.948	17.98	.5	.16271	.16601	.641	20.62
.7	.13895	.14218	.278	18.03	.6	.16321	.16651	.776	20.68
.8	.13944	.14267	.408	18.08	.7	.16372	.16702	.911	20.73
.9	.13992	.14316	.538	18.14	.8	.16422	.16752	44.047	20.78
33.0	.14041	1.14364	37.668	18.19	.9	.16473	.16803	.182	20.84
.1	.14090	.14413	.798	18.25	38.0	1.16523	1.16853	44.318	20.89
.2	.14139	.14462	.929	18.30	.1	.16574	.16904	.454	20.94
.3	.14188	.14511	38.059	18.36	.2	.16624	.16955	.590	21.00
.4	.14236	.14560	.190	18.41	.3	.16675	.17006	.726	21.05
.5	.14285	.14609	.320	18.46	.4	.16726	.17056	.862	21.11
.6	.14334	.14658	.451	18.52	.5	.16776	.17107	.999	21.16
.7	.14383	.14708	.582	18.57	.6	.16827	.17158	45.135	21.21
.8	.14432	.14757	.713	18.63	.7	.16878	.17209	.272	21.27
.9	.14481	.14806	.844	18.68	.8	.16929	.17260	.408	21.32
34.0	1.14530	1.14855	38.976	18.73	.9	.16979	.17311	.545	21.38
.1	.14580	.14904	39.107	18.79	39.0	1.17030	1.17362	45.682	21.43
.2	.14629	.14954	.239	18.84	.1	.17081	.17413	.819	21.48
					.2	.17132	.17464	.956	21.54

ANEXO XI

TRANSFERENCIA DE CALOR

Por conveniencia el método para calcular la diferencia de temperatura entre los dos puntos, deberá emplear únicamente las temperaturas de proceso, ya que son las únicas conocidas.

En el caso de dos tubos concéntricos, siendo el interior muy delgado, las resistencias encontradas son la resistencia de película del fluido en el tubo, la resistencia de la pared del tubo L_m / K_m , y la resistencia de la película del fluido en el centro. Puesto que el calor, Q es igual a $\Delta t / \sum R$ y como tenemos:

$$\sum R = \frac{1}{h_i} + \frac{L_m}{K_m} + \frac{1}{h_o} \quad (\text{XI.1})$$

Donde $\sum R$ es la resistencia total. Es costumbre sustituir $\sum R$ por $\frac{1}{U_o}$, donde U_o se llama coeficiente total de transferencia de calor.

Los coeficientes h_i y h_o son los coeficientes de transferencia de calor en general para fluido interior y fluido exterior respectivamente en unidades de $\frac{BTU}{h - pie^2 - ^\circ F}$.

Para una tubería con pared gruesa, la ecuación (7.1) se transforma en:

$$\frac{1}{uU_o} = \frac{1}{h_i \left(\frac{A_i}{A} \right)} + \frac{2.3D_o}{2K_m} \text{Log} \left(\frac{D_o}{D_i} \right) + \frac{1}{h_o} \quad (\text{XI.2.a})$$

$$\frac{1}{U_o} = \frac{1}{h_i \left(\frac{D_i}{D_o} \right)} + \frac{2.3 D_o}{2 K_m} \text{Log} \left(\frac{D_o}{D_i} \right) + \frac{1}{h_o} \quad (\text{XI.2.b})$$

La forma integrada de la ecuación de Fourier para el estado estable puede escribirse:

$$Q = U_o A \Delta t \quad (\text{XI.3})$$

Donde Δt es la diferencia de temperatura entre las dos corrientes para la superficie total A.

En lo sucesivo la ecuación (7.3) se referirá como ecuación de Fourier.

Usando la simplificación de que la resistencia de la pared del tubo delgado es despreciable, la ecuación (7.2.a) se transforma en:

$$\frac{1}{U_o} = \frac{1}{h_i \left(\frac{A_i}{A_o} \right)} + \frac{1}{h_o} \quad (\text{XI.4})$$

h_i se puede obtener de:

$$h_i = \frac{Q}{A_i \Delta t_i} \quad (\text{XI.5})$$

donde:

$\Delta t_i = t_2 - t_1$, y así u puede ser obtenida de $U_o = \frac{Q}{A \Delta t}$ usando las temperaturas del proceso

solamente.

En este experimento que involucra transferencia de calor sensible entre dos fluidos se pueden usar las ecuaciones (7.2) y (7.4) para obtener h_o a partir del coeficiente total u y h_i .

Cuando se especifican las temperaturas de proceso el calor transferido Q (BTU/h) también se especifica de la forma: $Q = w c (t_2 - t_1) = W C (T_1 - T_2)$.

Promedio Logarítmico de la diferencia de temperatura. Flujo en contracorriente.

Generalmente ambos fluidos experimentan variación de temperatura que no son línea recta cuando las temperaturas se grafican contra longitudes, como en la figura XI.1.

Para la derivación de la diferencia de temperatura entre dos fluidos de la figura XI.1, en contracorriente se considera lo siguiente:

1. El coeficiente total de transferencia de calor u es constante en toda la trayectoria.
2. Las libras por hora de fluido que fluyen son constantes obedeciendo los requerimientos del estado estable.
3. El calor específico es constante sobre toda la trayectoria.
4. No hay cambios parciales de fase en el sistema, por ejemplo vaporización o condensación.
5. Las pérdidas de calor son despreciables.

Aplicando la forma diferencial de la ecuación de estado estable:

$$dQ = U_o (T - t) a'' dL \quad (XI.6)$$

donde a'' son los pie^2 de superficie por pie de longitud de tubo, es decir:

$$a'' dL = dA \quad (\text{XI.7})$$

De un balance diferencial de calor, obtenemos:

$$dQ = WC dT = w c dt \quad (\text{XI.8})$$

donde Q es el límite cuando dQ varía de cero a Q .

En cualquier punto en el tubo de izquierda a derecha el calor ganado por el fluido frío es igual al calor cedido por el fluido caliente.

Haciendo un balance desde una longitud inicial a una longitud final x , tenemos:

$$WC (T - T_2) = w c (t - t_1) \quad (\text{XI.9})$$

$$T = T_2 + \frac{wc}{WC} (t - t_1) \quad (\text{XI.10})$$

De las ecuaciones (7.6) y (7.8), sustituyendo por T :

$$dQ = w c dt = U_o \left[T_2 + \frac{wc}{WC} (t - t_1) - t \right] a'' dL$$

t y T son las únicas variables y agrupando términos, resulta:

$$\int \frac{u a'' dL}{wc} = \int \frac{dt}{T_2 - \frac{wc}{WC} t_1 + \left(\frac{wc}{WC} - 1 \right) t} \quad (\text{XI.11})$$

Resolviendo la integral , se obtiene:

$$\frac{U_o A}{wc} = \frac{1}{\left(\frac{wc}{WC} - 1\right)} \text{Ln} \frac{T_2 - \frac{wc}{WC} t_1 + \left(\frac{wc}{WC} - 1\right) t_2}{T_2 \frac{wc}{WC} t_1 + \left(\frac{wc}{WC} - 1\right) t_1} \quad (\text{XI.12})$$

Para simplificar esta expresión, se sustituye para T_2 en el numerador la expresión de la ecuación (7.9), desarrollando el denominador y calculando términos:

$$\frac{U_o A}{wc} = \frac{1}{\left(\frac{wc}{WC} - 1\right)} \text{Ln} \left(\frac{T_1 - t_2}{T_2 - t_1} \right) \quad (\text{XI.13})$$

sustituyendo para wc / WC , la expresión de la ecuación (7.9) y arreglando términos:

$$\frac{U_o A}{wc} = \frac{t_2 - t_1}{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_1)} \text{Ln} \left(\frac{T_1 - t_2}{T_2 - t_1} \right) \quad (\text{XI.14})$$

Puesto que $wc (t_2 - t_1) = Q$, y sustituyendo Δt_2 y Δt_1 para las temperaturas terminales caliente ($T_1 - t_2$) y fría ($T_2 - t_1$):

$$Q = U_o A \left(\frac{\Delta t_2 - \Delta t_1}{\text{Ln} \Delta t_2 / \Delta t_1} \right) \quad (\text{XI.15})$$

Si la diferencia entre las dos terminales Δt_2 y Δt_1 se escribe de manera que sea positiva, entonces la razón de las dos terminales tomadas en el mismo orden es numéricamente mayor que uno, eliminándose cualquier confusión debido a signos negativos.

La expresión entre paréntesis en la ecuación (7.15) es la Media Logarítmica de la diferencia de temperaturas y se abrevia MLDT.

La ecuación (7.15) para flujos a contracorriente puede ser escrita:

$$Q = U_o A \Delta t = U_o A (\text{MLDT})$$

$$\Delta t = \text{MLDT} = \frac{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_1)}{\ln \frac{(T_1 - t_2) / (T_2 - t_1)}{\Delta t_2 / \Delta t_1}} = \frac{\Delta t_2 - \Delta t_1}{\ln(\Delta t_2 / \Delta t_1)} \quad (\text{XI.16})$$

Cuadro XI.1 Datos experimentales para caudal frío

N	Volumen (ml)	Tiempo (segundos)	Caudal (ml / seg)
1	990	7.34	134.88
2	990	7.87	125.79
3	970	7.58	127.97
4	960	6.73	142.64
5	940	6.82	137.83
6	988	7.39	133.70
7	988	7.36	134.24
8	1000	7.28	137.36
9	990	7.29	135.8
10	980	6.97	140.6

Caudal promedio = 135.081 ml / seg

Caudal máximo = 142.64 ml / seg

Caudal mínimo = 125.79 ml / seg

Cuadro XI.2 Datos experimentales para caudal caliente

N	Volumen (ml)	Tiempo (segundos)	Caudal (ml / seg)
1	1040	6.75	154.07
2	990	6.34	156.15
3	1000	6.32	158.23
4	1000	6.14	162.87
5	1000	6.36	157.23
6	980	7.17	136.68
7	980	6.73	145.62
8	975	6.84	142.54
9	980	6.80	144.12
10	990	6.84	144.74

Caudal promedio = 150.23 ml / seg

Caudal total = 1502.2 ml / seg

Caudal máximo = 162.87 ml / seg

Caudal mínimo = 136.68 ml / seg

Cuadro XI.3 Variaciones de temperatura

No. Prueba	t1 (° C)	t2 (° C)	T1 (° C)	T2 (° C)
1	34.5	36	76	72
2	36.5	39	76	72
3	36	38	76	72
4	34	36	76	72
5	32.6	35	76	72
6	31.5	33.5	76	71.5
7	31	33	76	72
8	30	32.5	77	73
9	30	32	77	73
10	29.9	32	77	73

- Determinación de datos anómalos (Prueba t)

$$t \text{ calculado} = \frac{(x - \bar{x})}{r}$$

donde:

x = valor sospechoso

\bar{x} = media muestral

r = rango muestral

Para n = 10

t crítico = 0.58

Si t calculado $>$ t crítico , se rechaza el dato

Cuadro XI.4 Valores de t para caudal frío

N	t calculado
1	-1.93×10^{-2}
2	-0.5514
3	-0.4486
4	0.4486
5	0.1631
6	-0.0819
7	-0.0499
8	0.135
9	0.0427
10	0.3275

Cuadro XI.5 Valores de t para caudal caliente

N	T calculado
1	0.1466
2	0.2260
3	0.3055
4	0.4826
5	0.2673
6	-0.5174
7	-0.176
8	-0.2936
9	-0.2333
10	-0.2096

Conclusión: No se rechazó ningún dato parra caudales, ya que todos están dentro del rango permitido.

Caudal frío : $Q1 = 135.08 \text{ ml / seg}$

Caudal caliente : $Q2 = 150.23 \text{ ml / seg}$

Cuadro XL6 Análisis estadístico para las temperaturas (n=20 datos)

	t1	t2	T1	T2
Media	32.6	34.7	76.3	72.3
σ	2.5148	2.5078	0.4830	0.5375
S^2	6.3244	6.2889	0.2333	0.2889
Total	326	347	763	723
Máximo	36.5	39	77	73
Mínimo	29.9	32	76	71.5
Rango	6.6	7	1	1.5

- Determinación de temperaturas anómalas

Prueba t

$n = 10$

t crítico = 0.58

Cuadro XI.7 Determinación de temperaturas anómalas

No. Prueba	t1	t2	T1	T2
1	0.2879	0.1857	-0.3	-0.2
2	0.5909	0.6143	-0.3	-0.2
3	0.5151	0.4714	-0.3	-0.2
4	0.2121	0.1857	-0.3	-0.2
5	0.0	0.04286	-0.3	-0.2
6	-0.1667	-0.1714	-0.3	-0.53
7	-0.2424	-0.2428	-0.3	-0.2
8	-0.3939	-0.3143	0.7	0.4667
9	-0.3939	-0.3857	0.7	0.4667
10	-0.4091	-0.3857	0.7	0.4667

Conclusión: con el criterio de la prueba t se rechaza la prueba 2,8, 9 y 10.

Datos técnicos para la determinación de los coeficientes totales:

$$C = 1 \text{ BTU} / \text{lb } ^\circ\text{F}$$

$$c = 1 \text{ BTU} / \text{lb } ^\circ\text{F}$$

$$K \text{ acero} = 26 \text{ BTU} / \text{h} - \text{pie}^2 - ^\circ\text{F}$$

Para el tubo interior:

$$D_i = 2.9528 \times 10^{-2} \text{ pie}$$

$$D_o = 4.1667 \times 10^{-2} \text{ pie}$$

$$L = 1.3451 \text{ pie}$$

$$A_o = 0.1761 \text{ pie}^2$$

$$A_i = 0.1248 \text{ pie}^2$$

$$w = 1072 \text{ lb / h}$$

$$W = 1192.22 \text{ lb / h}$$

Cuadro XI.8 Resultados obtenidos en el cálculo de u, hi y ho

No.	t1	t2	T1	T2	Δt_i	Q(t)	Q(T)	MLDT	Uo	Hi	ho
3	96.8	100.4	168.8	161.6	3.6	3859.2	8583.98	66.58	329.13	8589.74	384.85
4	93.2	96.8	168.8	161.6	3.6	3859.2	8583.98	70.18	312.26	8589.74	361.98
5	90.68	95	168.8	161.6	4.32	4631.04	8583.98	72.35	363.48	8589.74	432.56
6	88.7	92.3	168.8	160.7	3.6	3859.2	9656.98	74.23	295.23	8589.74	339.3
7	87.8	91.4	168.8	161.6	3.6	3859.2	8583.98	75.58	289.96	8589.74	332.35

Los coeficientes totales calculados son:

$$U_o = 318 \text{ BTU / h - pie}^2 \text{ - } ^\circ\text{F}$$

$$h_i = 8589.74 \text{ BTU / h - pie}^2 \text{ - } ^\circ\text{F}$$

$$h_o = 370.23 \text{ BTU / h - pie}^2 \text{ - } ^\circ\text{F}$$

Ejemplo de cálculo:

Para la prueba 3

$$\Delta t_i = t_2 - t_1 = 100.4 - 96.8 = 3.6 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$\begin{aligned}
 Q(t) &= w c (t_2 - t_1) \\
 &= (1072 \text{ lb/h}) (1 \text{ BTU/lb } ^\circ\text{F}) (100.4 - 96.8) ^\circ\text{F} \\
 &= 3859.2 \text{ BTU/h}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 Q(T) &= W C (T_2 - T) \\
 &= (1192.22 \text{ lb/h}) (1 \text{ BTU/lb } ^\circ\text{F}) (168.8 - 161.6) ^\circ\text{F} \\
 &= 8583.98 \text{ BTU/h}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{MLDT} &= \frac{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_1)}{\ln\left(\frac{(T_1 - t_2)}{(T_2 - t_1)}\right)} \\
 &= \frac{(168.8 - 100.4) - (161.6 - 96.8)}{\ln\left(\frac{(168.8 - 100.4)}{(161.6 - 96.8)}\right)} \\
 &= 66.58 ^\circ\text{F}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 U_o &= Q(t) / A_o \text{MLDT} \\
 &= (3859.2 \text{ BTU/h}) / (0.1761 \text{ pie}^2) (66.58 ^\circ\text{F}) \\
 &= 329.13 \text{ BTU/h - pie}^2 \text{ - } ^\circ\text{F}
 \end{aligned}$$

$$h_i = Q(t) / A_i \Delta t_i$$

$$= \frac{3859.2 \text{ BTU/h}}{0.1248 \text{ pie}^2 (3.6^\circ \text{F})}$$

$$= 8589.74 \text{ BTU/h} - \text{pie}^2 - ^\circ \text{F}$$

$$\frac{1}{h_o} = \frac{1}{u} - \frac{1}{h_i \left(\frac{D_i}{D_o} \right)} - \frac{2.3 D_o}{2 K_w} \text{Log} \left(\frac{D_o}{D_i} \right)$$

$$\frac{1}{h_o} = \frac{1}{32.13} - \frac{1}{8589.74 \left(\frac{2.9528 \times 10^{-2}}{4.1667 \times 10^{-2}} \right)} - \frac{2.3 \left(4.1667 \times 10^{-2} \right)}{2(26)} \text{Log} \left(\frac{4.1667 \times 10^{-2}}{2.9528 \times 10^{-2}} \right)$$

$$\frac{1}{h_o} = 2.5984 \times 10^{-3}$$

$$h_o = 384.85 \text{ BTU/h} - \text{pie}^2 - ^\circ \text{F}$$

ANEXO XII

CALCULO DE PÉRDIDAS EN EL SISTEMA DE CALENTAMIENTO DEL REACTOR.

El sistema de calentamiento se esquematiza de la siguiente manera:

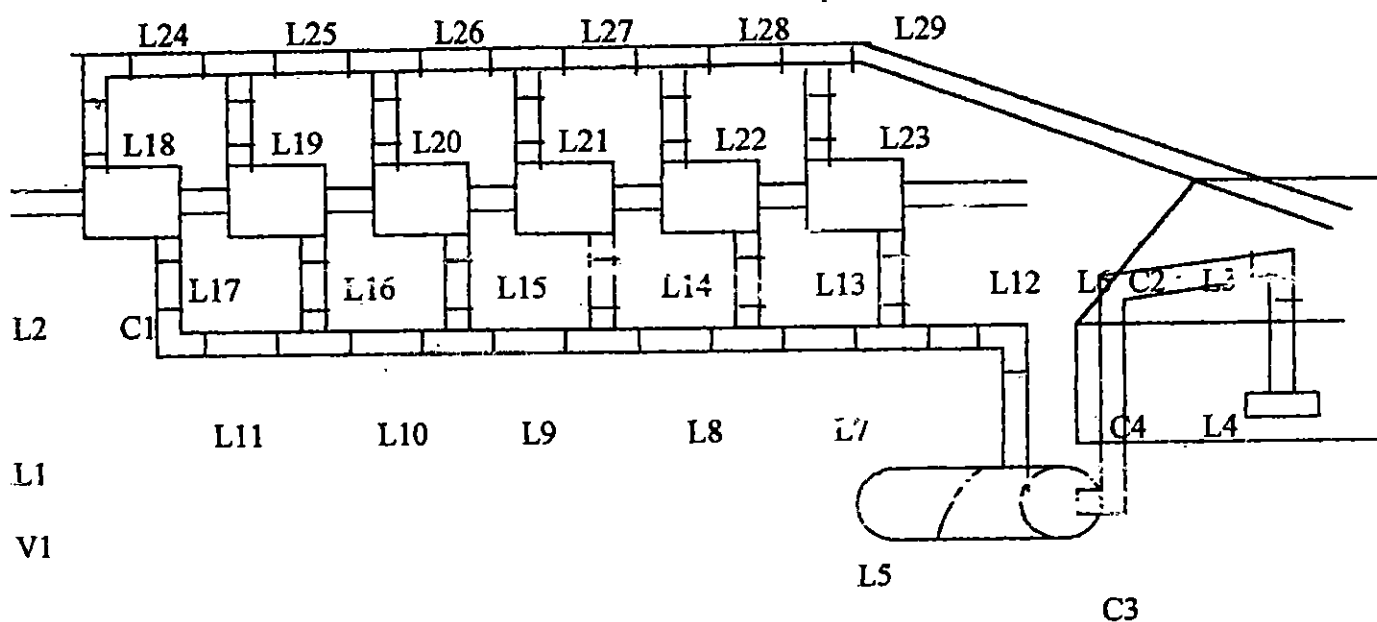


Figura XII.1 Esquema general del sistema de calentamiento.

La ecuación generalizada de Bernoulli se plantea de la siguiente manera:

$$\frac{P_1}{\gamma} + \frac{V_1^2}{2g} + h_1 - \sum Hr + \sum Hb - \sum Ht = \frac{P_2}{\gamma} + \frac{V_2^2}{2g} + h_2 \quad (\text{XII.1})$$

Donde:

$\frac{P}{\gamma}$ = Altura Piezo Métrica

γ

$h = \text{altura}$

$$\frac{V^2}{2g} = \text{altura dinámica}$$

$$\sum_{1}^2 H_r = \text{altura de pérdidas de 1 a 2}$$

$$\sum_{1}^2 H_b = \text{Altura de Bomba}$$

$$\sum_{1} H_t = \text{Altura de turbina}$$

Por supuesto que este sistema es simple donde no existen turbinas; además, si se asume que la altura en el punto 1 es igual a la altura en el punto 2, la velocidad en el punto 1 es despreciable y la presión en el punto 1 y 2 corresponden a la atmosférica. La ecuación de Bernoulli se simplifica de la siguiente manera:

$$-\sum H_r + \sum H_b = \frac{V_2^2}{2g} \quad (\text{XII.2})$$

Las pérdidas se dividen en primarias y secundarias.

$$\sum_{1}^2 H_r = \sum_{1} H_{rp} + \sum_{1} H_{rs} \quad (\text{XII.3})$$

$$\sum_{1} H_{rp} = \lambda \frac{L}{D} \cdot \frac{V^2}{2g} \quad (\text{XII.4})$$

$$\sum_{1}^2 H_{rs} = \lambda \frac{(\sum L_e)}{D} \cdot \frac{V^2}{2g} \quad (\text{XII.5})$$

Donde:

$$\sum_{1}^2 H_r = \text{Pérdidas totales del punto 1 al punto 2}$$

$$\sum_{1}^{2} H_{rp} = \text{Pérdidas primarias del punto 1 al punto 2}$$

$$\sum_{1}^{2} H_{rs} = \text{Pérdidas secundarias del punto 1 al punto 2.}$$

λ = Factor de fricción de Darcy

L = Longitud

D = Diámetro

V = Velocidad de la corriente de agua.

g = Gravedad

$\sum L_e$ = Sumatoria de longitudes equivalentes.

Es necesario aclarar que se adopta el Sistema Internacional de Unidades para todos los cálculos.

Para calcular se deben tomar en cuenta los siguientes criterios:

a) Flujo Laminar

a.1) Conducto liso.

a.2) Conducto rugoso.

b) Flujo Turbulento

b.1) Conducto liso.

b.2) Conducto rugoso.

a) FLUJO LAMINAR ($Nre < 2000$)

a.1) Conducto Liso

$$Nre = \frac{64\mu}{VD} = \frac{64}{Nre} \quad (XII.6)$$

a.2) Conducto Rugoso

$$\lambda = \frac{64\mu}{\rho VD} = \frac{64}{Nre} \quad (XII.7)$$

b) FLUJO TURBULENTO

b.1) Conducto Liso

$$\frac{1}{\lambda^{0.5}} = 1.99 \text{ Log } (Nre \lambda^{0.5}) - 1.02 \quad (XII.8)$$

Cuando $4000 < Nre < 100,000$

Se aplica la ecuación de Blasius

$$\lambda = \frac{0.316}{(Nre)^{0.25}} \quad (XII.9)$$

Cuando $Nre > 100,000$

$$\frac{1}{\lambda^{0.50}} = 2 \text{ Log } (Nre \lambda^{0.50}) - 0.8 \quad (XII.10)$$

b.2) Tubería Rugosa

Zona de Transición

$$2000 < Nre < 3000$$

Ecuación de Colebrook – White

$$\frac{1}{\lambda^{0.5}} = -2 \operatorname{Log} \left[\frac{\epsilon/D}{3.7} + \frac{2.51}{Nre \lambda^{0.5}} \right] \quad (\text{XII.11})$$

Turbulencia completa

$$Nre > 3000$$

Ecuación de Colebrook-White

$$\frac{1}{\lambda^{0.5}} = 2 \operatorname{Log} \left(\frac{D}{\epsilon} \right) + 1.14 \quad (\text{XII.12})$$

$$Nre = \frac{\rho V D}{\mu} \quad (\text{XII.13})$$

Donde:

λ = Factor de fricción de Darcy

μ = Viscosidad absoluta

ϵ = Rugosidad

V = Velocidad

D = Diámetro

ρ = Densidad

Nre = Número de Reynold

A 70 °C las propiedades del agua son:

$$\mu = 0.4061 \times 10^{-3} \frac{\text{N} \cdot \text{s}}{\text{m}^2} \text{ Según el apéndice 14 de Valiente Barderas}$$

$$\rho = 977.8 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \text{ Según el apéndice de Valiente Barderas}$$

Datos Técnicos

Manguera

$$D_i = 0.012 \text{ m}$$

$$D_o = 0.015 \text{ m}$$

$$\text{Área interna transversal} = 1.130973 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

Tubería de PVC

$$D_i = 0.012 \text{ m}$$

$$D_o = 0.016 \text{ m}$$

$$\text{Área interna transversal} = 1.130973 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

Tubería de Acero Inoxidable

$$D_i = 0.009 \text{ m}$$

$$D_o = 0.013 \text{ m}$$

$$\text{Área interna transversal} = 6.361725 \times 10^{-5} \text{ m}^2$$

CARCASA

$$D_{oc} = 0.049 \text{ m}$$

$$D_{ic} = 0.045 \text{ m}$$

$$D_{ot} = 0.013 \text{ m}$$

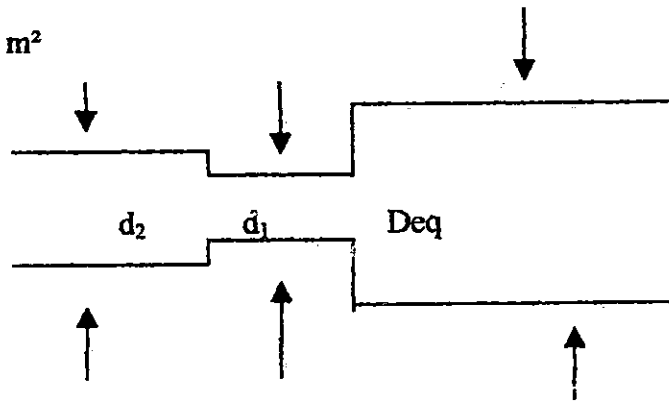
$$D_{eq} = 0.032 \text{ m}$$

Área libre transversal = $2.953097 \times 10^{-4} \text{ m}^2$
Entrada a la carcasa

$$d_2 = 0.012 \text{ m}$$

$$d_1 = 0.06 \text{ m}$$

$$\text{Deq} = 0.032 \text{ m}$$



Salida de la Carcasa

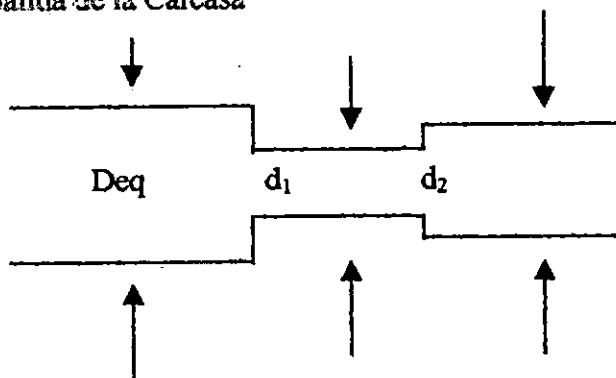


Tabla resumen del análisis del cálculo de pérdidas primarias.

L (M)	A(M ²)x10 ⁴	Q(M ³ /S)	V(M/S)	Re	λ	Hrp (M)
L ₁ = 0.1	1.130973	2.3155x10 ⁻⁴	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	3.83472x10 ⁻²
L ₂ = 0.067	"	2.3155x10 ⁻⁴	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	2.5693x10 ⁻²
L ₃ = 0.075	"	"	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	2.8760x10 ⁻²
L ₄ = 0.207	"	"	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	7.9379x10 ⁻²
L ₅ = 0.09	"	"	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	3.4512x10 ⁻²
L ₆ = 0.126	"	"	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	4.8317x10 ⁻²
L ₇ = 0.48	"	1.9296x10 ⁻⁴	1.7061	59,155.52	2.2426x10 ⁻²	0.13322
L ₈ = 0.48	"	1.5437x10 ⁻⁴	1.3649	49,296.69	2.3616x10 ⁻²	8.9787x10 ⁻²
L ₉ = 0.0483	"	1.1577x10 ⁻⁴	1.0286	39,437.86	2.529034x10 ⁻²	5.4949x10 ⁻²
L ₁₀ = 0.478	"	7.718x10 ⁻⁵	0.6824	29,576.48	2.5261x10 ⁻²	2.3907x10 ⁻²
L ₁₁ = 0.479	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.3537x10 ⁻²	
L ₁₂ = 0.035	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	5.8099x10 ⁻⁴
L ₁₃ = 0.04	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	6.6399x10 ⁻⁴
L ₁₄ = 0.05	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	8.29984x10 ⁻⁴
L ₁₅ = 0.042	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	6.9719x10 ⁻⁴
L ₁₆ = 0.05	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	8.2984x10 ⁻⁴
L ₁₇ = 0.05	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	8.2984x10 ⁻⁴
L ₁₈ = 0.03	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,838.83	3.35366x10 ⁻²	4.9799x10 ⁻⁴
L ₁₉ = 0.02	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,838.83	3.35366x10 ⁻²	3.3199x10 ⁻⁴
L ₂₀ = 0.02	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,838.83	3.35366x10 ⁻²	3.3199x10 ⁻⁴
L ₂₁ = 0.02	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	3.3199x10 ⁻⁴
L ₂₂ = 0.02	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	3.3199x10 ⁻⁴
L ₂₃ = 0.02	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	3.3199x10 ⁻⁴
L ₂₄ = 0.48	"	3.859x10 ⁻⁵	0.3412	9,858.83	3.35366x10 ⁻²	7.96785x10 ⁻³
L ₂₅ = 0.485	"	7.718x10 ⁻⁵	0.6824	19,717.66	2.7955x10 ⁻²	1.35596x10 ⁻²
L ₂₆ = 0.475	"	1.1577x10 ⁻⁴	1.0237	29,599.04	2.528798x10 ⁻²	5.35242x10 ⁻²
L ₂₇ = 0.49	"	1.5437x10 ⁻⁴	1.3649	39,437.87	2.3616x10 ⁻²	9.1657x10 ⁻²
L ₂₈ = 0.48	"	1.9296x10 ⁻⁴	1.7061	49,296.69	2.2425x10 ⁻²	0.133217
L ₂₉ = 0.64	"	2.3155x10 ⁻⁴	2.0474	59,155.52	2.15162x10 ⁻²	0.245422

$$\Sigma \text{Hrp} = 1.1158 \text{ m}$$

Ejemplos de cálculo para L₁

$$T = 70^\circ\text{C}$$

Se adopta el sistema internacional de unidades.

$$L_1 = 0.1 \text{ m} \quad A = 1.130973 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

$$Q = 2.3155 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$$

$$V = Q/A = 2.0474 \text{ m/s}$$

$$Nre = \frac{\rho V D}{\mu}$$

$$\rho = 977.81 \text{ Kg/m}^3$$

$$D = 0.012 \text{ m}$$

$$\mu = 0.4061 \times 10^{-3} \frac{\text{N-S}}{\text{m}^2}$$

Sustituyendo en Nre

$$Nre = 59,156.90$$

λ

Cálculo de λ (Factor de Fricción de Darcy)

Para flujo turbulento conducto liso.

$$\frac{1}{\lambda^{0.5}} = 1.99 \text{ Log} (Nre \lambda^{0.5}) - 1.02$$

$$Nre = 59,156.90$$

Sustituyendo en la ecuación anterior y resolviendo a prueba y error en calculadora HP48G

$$\lambda = 2.15162 \times 10^{-2}$$

2

$$\sum_{1} H_{rp}$$

1

Cálculo de las pérdidas primarias.

2

$$\sum_{1} H_{rp} = \lambda \left(\frac{L}{D} \right) \left(\frac{V^2}{2g} \right)$$

$$\lambda = 2.15162 \times 10^{-2}$$

$$L = 0.1 \text{ m}$$

$$D = 0.012 \text{ m}$$

$$V = 2.0474 \text{ m/s}$$

$$g = 9.8 \text{ m/s}$$

Sustituyendo

$$\sum_{1}^{2} H_{rp} = 3.83472 \text{ m}$$

Accesorio	Le (m)	A (m ²)	Q(m ³ /s)	V(m/s)	Nre	λ	$\sum_{1}^{2} \text{Hrs}$
V	3.6	$1.130974 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	1.3805
C ₁	0.5	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	0.1917
C ₂	0.5	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	0.1917
C ₃	0.5	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	0.1917
C ₄	0.5	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	0.1917
C ₅	0.5	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$3.859 \cdot 10^{-5}$	0.3412	9,858	$3.35366 \cdot 10^{-2}$	$8.2998 \cdot 10^{-3}$
C ₆	0.5	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$3.859 \cdot 10^{-5}$	0.3412	9,858	$3.35366 \cdot 10^{-2}$	$8.2998 \cdot 10^{-3}$
T ₁	0.3	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1588 \cdot 10^{-2}$	0.11504
T ₂	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	0.3835
T ₃	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.9296 \cdot 10^{-4}$	1.7061	49,296.69	$2.24257 \cdot 10^{-2}$	0.2775
T ₄	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.5437 \cdot 10^{-4}$	1.3649	39,437.86	$2.3616 \cdot 10^{-2}$	0.1871
T ₅	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.1577 \cdot 10^{-4}$	1.0236	29,576.48	$2.52705 \cdot 10^{-2}$	0.1127
T ₆	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$7.718 \cdot 10^{-5}$	0.6824	19,717.65	$2.19547 \cdot 10^{-2}$	0.05346
T ₇	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.1578 \cdot 10^{-4}$	0.6824	19,717.65	$2.77541 \cdot 10^{-2}$	$5.5346 \cdot 10^{-2}$
T ₈	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.5437 \cdot 10^{-4}$	1.0237	29,579.04	$2.529 \cdot 10^{-2}$	0.11288
T ₉	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.5437 \cdot 10^{-4}$	1.3647	39,431.86	$2.36162 \cdot 10^{-2}$	0.18706
T ₁₀	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$1.9296 \cdot 10^{-4}$	1.7061	49,296.69	$2.2426 \cdot 10^{-2}$	0.27794
T ₁₁	1	$1.130973 \cdot 10^{-4}$	$2.3155 \cdot 10^{-4}$	2.0474	59,155.52	$2.1516 \cdot 10^{-2}$	0.38347

Ejemplos de cálculo de pérdidas secundarias.

Para la válvula chec.

$$L_e = 3.6 \text{ m}$$

$$Q = 2.3155 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$$

$$A = 1.130973 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

$$V = Q/A = 2.0474 \text{ m/s}$$

$$Nre = \frac{\rho VD}{\mu}$$

De apéndice II de Valiente Banderas a 70 °C

$$\rho = 977.81 \text{ Kg/m}^3$$

$$\mu_{\text{H}_2\text{O}/70^\circ\text{C}} = 0.4061 \times 10^{-4} \frac{\text{N} \cdot \text{s}}{\text{m}^2}$$

Apéndice XIV Valiente Banderas

$$D = 0.012 \text{ m}$$

Sustituyendo

$$Nre = 59,155.52 \quad \text{Flujo Turbulento.}$$

Cálculo del Factor de Fricción de darcy (λ) para flujo turbulento y tubería lisa

$$\frac{1}{\lambda^{0.5}} = 1.99 \text{ Log}(Nre \lambda^{0.5}) - 1.02$$

$$Nre = 59,155.52$$

Resolviendo la ecuación por un proceso de prueba y error en calculadora HP48G

$$\lambda = 2.196 \times 10^{-2}$$

Cálculo de la Pérdida de Altura.

$$\sum_{1}^{2} H_{rs} = \lambda \left(\frac{\sum L_e}{D} \right) \frac{V^2}{2g}$$

$$\lambda = 2.196 \times 10^{-2}$$

$$\sum L_e = 3.6 \text{ m}$$

$$D = 0.012 \text{ m}$$

$$V = 2.0474 \text{ m/s}$$

$$g = 9.8 \text{ m/s}^2$$

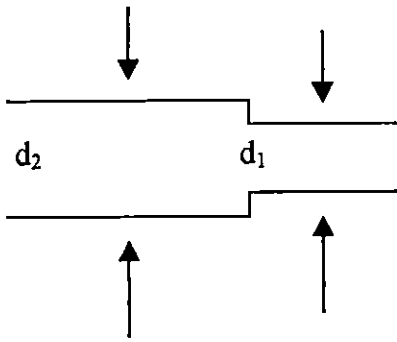
Sustituyendo en Ecuación

$$\sum H_{rs} = 1.3805 \text{ m}$$

CALCULO DE PÉRDIDAS POR REDUCCIONES Y EXPANSIONES SÚBITAS.

- Seis Reducciones súbitas por entrada a carcasa del reactor.
- Seis reducciones súbitas por salida de carcasa del reactor
- Seis expansiones súbitas por entrada a carcasa del reactor.
- Seis expansiones súbitas por salida de carcasa del reactor.

REDUCCIONES POR ENTRADA A CARCASA DEL REACTOR (CONTRACCIÓN SÚBITA)



$$d_1 = 0.006 \text{ m}$$

$$d_2 = 0.012 \text{ m}$$

$$d_1 / d_2 = 0.5$$

De apéndice XXIX de Valiente Barderas

$$K = 0.33$$

$$Hrs = K \frac{V^2}{2g}$$

(XII.14)

$$Q = 3.859 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{S}$$

$$D = 0.006 \text{ m}$$

$$A = 2.8274 \times 10^{-5} \text{ m}^2$$

$$V = 1.3648 \text{ m/s}$$

$$g = 9.8 \text{ m/s}^2$$

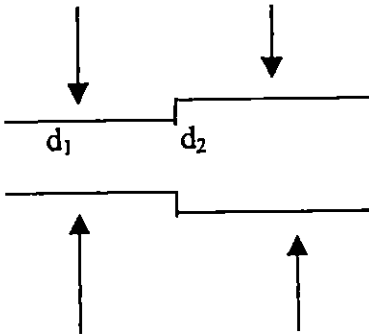
Sustituyendo en fórmula

$$Hrs = 3.14 \times 10^{-2} \text{ m}$$

Pérdidas totales por entrada

$$6 \text{ Hrs} = 0.1882$$

PERDIDAS POR REDUCCIÓN SÚBITA DE SALIDA DE CARCASA DEL REACTOR.



$$d_1 = 0.006 \text{ m}$$

$$d_2 = D_{eq} = 0.032 \text{ m}$$

$$D_{eq} = D \text{ in Carcasa} - D \text{ exterior tubo interno}$$

$$\frac{d_1}{d_2} = 0.1875$$

De apéndice XXIX de Valiente Bardenas.

$$K = 0.46$$

$$\sum H_{rs} = K \frac{V^2}{2g}$$

$$V = 1.3648 \text{ m/s}$$

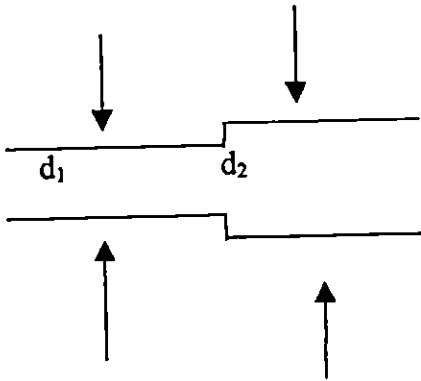
$$g = 9.8 \text{ m/s}^2$$

$$H_{rs} = 0.0437 \text{ m}$$

Pérdidas para las seis reducciones

$$6 H_{rs} = 0.2623 \text{ m}$$

PERDIDAS POR EXPANSIÓN SÚBITA A LA ENTRADA DE LA CARCASA DEL REACTOR.



$$d_1 = 0.006 \text{ m}$$

$$d_2 = 0.032 \text{ m}$$

$$d_1/d_2 = 0.1875$$

De apéndice XXIX de Valiente Bardenas.

$$K = 0.95$$

$$Hrs = K \frac{V^2}{2g}$$

$$V = 1.3648 \text{ m/s}$$

$$g = 9.8 \text{ m/s}^2$$

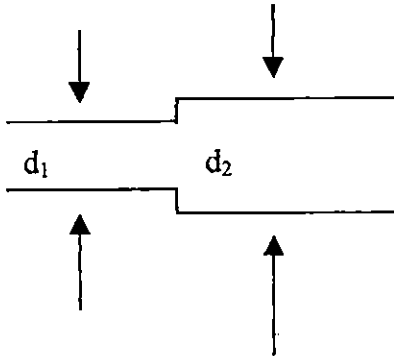
Sustituyendo

$$Hrs = 0.0903 \text{ m}$$

Para las seis expansiones

$$6 \text{ Hrs} = 0.5417 \text{ m}$$

PERDIDAS POR EXPANSIÓN SÚBITA A LA SALIDA DE LA CARCASA DEL REACTOR.



$$D_1 = 0.006 \text{ m}$$

$$D_2 = 0.012 \text{ m}$$

$$d_1/d_2 = 0.5$$

De apéndice XXIX de Valiente Barderas.

$$K = 0.56$$

$$V = 1.3648 \text{ m/s.}$$

$$g = 9.8 \text{ m/s}^2.$$

$$\Sigma H_{rs} = \frac{K \cdot V^2}{2 \cdot g}$$

Sustituyendo:

$$\Sigma H_{rs} = 5.322 \text{E-}2 \text{ m.}$$

Para las seis expansiones:

$$6 \cdot \Sigma H_{rs} = 0.3193 \text{ m.}$$

El valor total de las pérdidas hidráulicas primarias es de 1.1168 m y el de las pérdidas hidráulicas secundarias de 5.62153 m.

ANEXO XIII

Apéndice II. Densidad del agua.

T °C	ρ kg/l	T °C	ρ kg/l
0	0.99987	33	0.99473
1	0.99993	34	0.99440
2	0.99997	35	0.99406
3	0.99999	36	0.99371
4	1.00000	37	0.99336
5	0.99999	38	0.99300
6	0.99997	39	0.99263
7	0.99993	40	0.99225
8	0.99988	41	0.99187
9	0.99981	42	0.99147
10	0.99973	43	0.99107
11	0.99963	44	0.99066
12	0.99952	45	0.99025
13	0.99940	46	0.98982
14	0.99927	47	0.98940
15	0.99913	48	0.98896
16	0.99897	49	0.98852
17	0.99880	50	0.98807
18	0.99862	51	0.98762
19	0.99843	52	0.98715
20	<u>0.99823</u>	53	0.98669
21	0.99802	54	0.98621
22	0.99780	55	0.98573
23	0.99757	60	0.98324
24	0.99733	65	0.98059
25	0.99708	70	0.97781
26	0.99682	75	<u>0.97489</u>
27	0.99655	80	0.97183
28	0.99627	85	0.96865
29	0.99598	90	0.96534
30	0.99568	95	0.96192
31	0.99537	100	0.95838
32	0.99506		

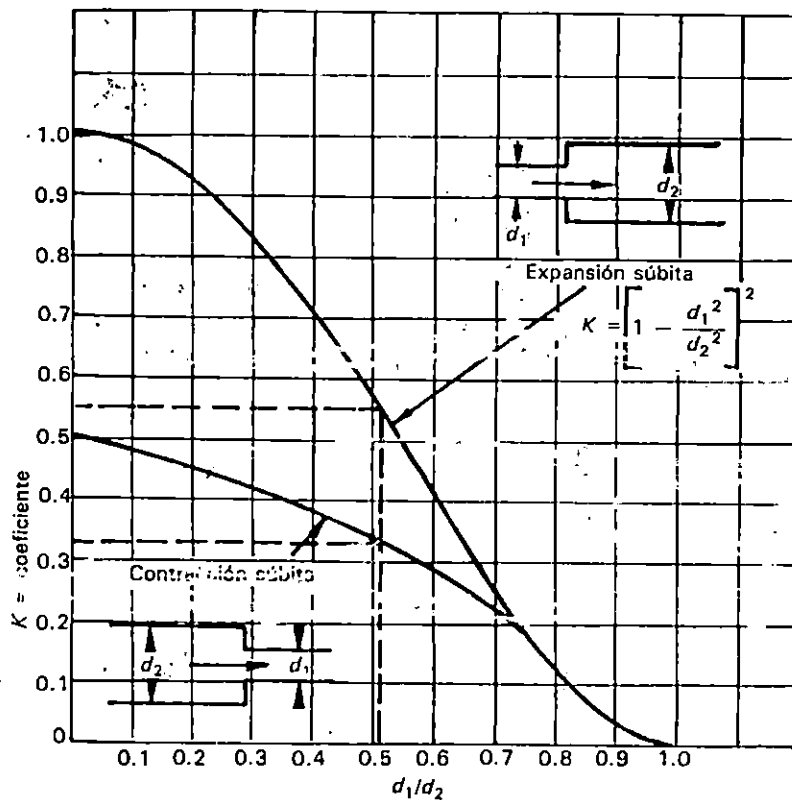
ANEXO XIV

Apéndice XIV. Viscosidades del agua líquida.

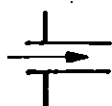
Temperatura °C	Viscosidad en Cp	Temperatura °C	Viscosidad en Cp	Temperatura °C	Viscosidad en Cp
0	1.792	33	0.7523	67	0.4233
1	1.731	34	0.7371	68	0.4174
2	1.673	35	0.7225	69	0.4117
3	1.619	36	0.7085	70	0.4061
4	1.567	37	0.6947	71	0.4006
5	1.519	38	0.6814	72	0.3952
6	1.473	39	0.6685	73	0.3900
7	1.428	40	0.6560	74	0.3849
8	1.386	41	0.6439	75	0.3799
9	1.346	42	0.6321	76	0.3750
10	1.308	43	0.6207	77	0.3702
11	1.271	44	0.6097	78	0.3655
12	1.236	45	0.5988	79	0.3610
13	1.203	46	0.5883	80	0.3565
14	1.171	47	0.5782	81	0.3521
15	1.140	48	0.5683	82	0.3478
16	1.111	49	0.5588	83	0.3436
17	1.083	50	0.5494	84	0.3395
18	1.056	51	0.5401	85	0.3355
19	1.030	52	0.5315	86	0.3315
20	1.005	53	0.5229	87	0.3276
20.2	1.000	54	0.5146	88	0.3239
21	0.9810	55	0.5064	89	0.3203
22	0.9579	56	0.4985	90	0.3165
23	0.9358	57	0.4907	91	0.3130
24	0.9142	58	0.4832	92	0.3095
25	0.8937	59	0.4759	93	0.3060
26	0.8737	60	0.4688	94	0.3027
27	0.8545	61	0.4618	95	0.2994
28	0.8360	62	0.4550	96	0.2962
29	0.8180	63	0.4483	97	0.2930
30	0.8007	64	0.4418	98	0.2899
31	0.7840	65	0.4355	99	0.2868
32	0.7679	66	0.4293	100	0.2838

ANEXO XV

Apéndice XXIX. Resistencias debidas a contracciones y expansiones.



Resistencias debidas a entradas y salidas



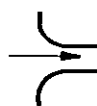
$$K = 0.78$$



$$K = 0.50$$



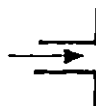
$$K = 0.23$$



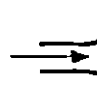
$$K = 0.04$$



$$K = 1.0$$



$$K = 1.0$$



$$K = 1.0$$