

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

Ingeniería Química Experimental

LEM V y LEM VI

Autores:

Paula Álvarez Fernández

Margarita Castillo Agreda

Elvia Mayen Santos

Abigail Martínez Estrada

María Elena Quiroz Macías

Eligio Pastor Rivero Martínez

Celestino Silva Escalona

Ana María Sixto Berrocal



Edición **UNAM** **es** **FESC**

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA
SECCIÓN DE INGENIERÍA QUÍMICA

Ingeniería Química Experimental LEM V y LEM VI

Asignatura: Laboratorio Experimental Multidisciplinario V y VI
Clave de la asignatura: 1722-1862

Carrera: Ingeniería Química
Clave de la carrera: 10531

Autores:

Paula Álvarez Fernández
Margarita Castillo Agreda
Elvia Mayen Santos
Abigail Martínez Estrada
María Elena Quiroz Macías
Eligio Pastor Rivero Martínez
Celestino Silva Escalona
Ana María Sixto Berrocal

Revisión: julio de 2013

Índice

Presentación general	7
Evaluación.....	8
Medidas de seguridad en el LEM.....	11
LEM V.....	17
Presentación.....	19
Objetivo general.....	20
Contenido del curso.....	20
Curvas de secado.....	21
Secador rotatorio.....	27
Equilibrio líquido-vapor y destilación por lotes.....	33
Destilación en torre empacada.....	39
Torre de empaque estructurado.....	49
Destilación en torre de platos.....	55
Proyecto.....	61
Metodología para el proyecto de investigación.....	77
LEM VI	81
Presentación.....	83
Objetivo general.....	83
Contenido del curso.....	84
Equilibrio químico.....	85
Reactor por lotes.....	91
Reactor continuo de mezcla completa CSTR.....	97
Reactor continuo de flujo pistón.....	103
Distribución de tiempos de residencia en reactores reales.....	107
Proyecto.....	113
Metodología para el proyecto de investigación.....	125

Presentación general

Con el objetivo de que el estudiante adquiriera los conocimientos, capacidades y habilidades necesarias en forma progresiva y continua, hasta alcanzar una visión clara y lo más completa posible de los problemas que plantea el desarrollo de un proyecto y el funcionamiento de los equipos utilizados; para su desempeño profesional, se continúa con los cursos de LEM V y LEM VI donde se concluirán las bases teóricas y experimentales.

El LEM Ingeniería Química surgió como una necesidad de fortalecer la formación profesional de índole práctica del futuro ingeniero químico; así como contar con un espacio académico destinado a preparar al estudiante en la puesta a prueba de sus conocimientos teóricos en los cuatro LEM's anteriores, el alumno ha ido desarrollando y cumpliendo poco a poco los objetivos de cada área para los que fue creado el laboratorio (en el área práctica) y en muchos casos superarlos; esto al integrar de manera eficiente los conocimientos de asignaturas teóricas y experimentales.

Asimismo, el conocimiento de la tecnología y equipos que conforman el laboratorio le ha dado al alumno la suficiente experiencia a nivel de operación y estudio de los mismos; por lo que al concluir con estos dos últimos LEM's contará con las herramientas necesarias para desenvolverse adecuadamente en su vida profesional.

En la primera parte de los cursos de LEM V y VI el alumno seguirá la metodología de los anteriores LEM's donde se plantean sesiones experimentales a través de una serie de problemas que debe resolver de forma teórico práctico con la característica de que estos problemas se presentan de una forma estructurada, permitiendo al alumno la resolución de los mismos de manera cuantitativa.

Por otra parte, se utilizará la segunda mitad del curso para trabajar con base en proyectos. En estos, los alumnos tendrán la oportunidad de enfrentar un problema relacionado con temas específicos propuestos en cada LEM y abordarlo según sus propios intereses con la libertad de elegir el enfoque del proyecto, elaborar su plan de trabajo y una vez aprobado por el profesor, llevar a cabo la experimentación necesaria a fin de concluir sobre el problema planteado inicialmente.

Siguiendo la estructura de los manuales anteriores, a continuación se anexa el formato de los temas, lo referente a evaluación, formato de informe experimental, seguridad en el LEM y metodología para el proyecto de investigación.

Cada uno de los temas presentados tendrá el siguiente formato:

1. Tema e introducción.
2. Objetivos generales.
3. Problema experimental (cuando no se trate de un proyecto en donde el alumno será quien lo especifique).
4. Material, servicios y equipo.
5. Conocimientos y actividades previas (son las bases de conocimientos teóricos que el alumno debe tener para realizar el tema propuesto).
6. Indicaciones experimentales (modo de operar correctamente el equipo, recomendaciones de trabajo y de seguridad que se deben tener).
7. Puntos importantes que deben ser incluidos en el informe (cálculos y hojas de datos que deben incluirse en el reporte además de lo básico en un informe).
8. Bibliografía complementaria.

Evaluación

Para la calificación final se considera el promedio de las prácticas (50 %) y el proyecto (50 %).

Cada práctica o proyecto será evaluado de acuerdo con los siguientes parámetros:

- A. Conocimientos y actividades previas y/o planeación
- B. Trabajo experimental
- C. Informe de resultados experimentales

A cada uno de estos parámetros se le asignará un porcentaje de la calificación total, de la siguiente manera:

a) Conocimientos y actividades previos y/o planeación 30 %

Quando se entregue un trabajo por escrito en forma individual, este parámetro, valdrá el 30 % de la calificación final.

Durante o antes de la sesión, el profesor cuestionará a los alumnos en relación a los conceptos básicos para comprender el problema experimental y obtener los resultados propuestos.

b) Trabajo experimental 30 %

El desarrollo de la práctica o proyecto en el laboratorio corresponderá al mayor porcentaje de la evaluación. Se evaluará sobre todo la organización para el empleo óptimo de todos los recursos disponibles (humano, tecnológico, temporal, material, etc.) por parte del equipo integrado por los alumnos.

Se evaluarán los siguientes aspectos:

- Planeación del experimento
- Distribución del trabajo
- Medición adecuada de todas las variables para obtener los diferentes resultados que posteriormente serán interpretados y analizados.
- Estado del equipo (orden y limpieza)

c) Informe experimental 40 %

Le corresponderá el 35 % y también contemplará aspectos tales como: presentación oral del proyecto, que corresponderá al % de contenido, discusión de resultados y conclusiones.

Formato para la elaboración del informe experimental

1. Hoja de presentación. Deberá incluir LEM correspondiente, título de la práctica, nombres de los integrantes, nombre del profesor y fecha.
2. Índice (opcional).
3. Introducción. Mencionar brevemente la importancia de la práctica y su aplicación a nivel industrial.
4. Generalidades. Breve resumen de los fundamentos teóricos requeridos para las técnicas de equipos o instrumentos utilizados, según sea el caso.

5. Descripción de actividades realizadas. Explicar detalladamente los pasos que se siguieron durante la experimentación. Incluir el diagrama de flujo y/o montaje experimental. Además, debe contener el número de repeticiones realizadas; identificación de variables.
6. Presentación de resultados. Tablas de datos obtenidos en la experimentación, gráficos y esquemas que se sugieren en los puntos importantes mencionados en el formato correspondiente a la práctica realizada.
7. Observaciones y análisis de resultados. A partir de las tablas y gráficas presentadas en los resultados, verificar si el comportamiento de los datos experimentales corresponden a los que se reportan en la literatura; anotar posibles desviaciones y explicar las causas que las originaron.
8. Memoria de cálculo (según sea el caso). Incluir las ecuaciones necesarias de manera secuencial. Descripción de cada uno de sus términos y unidades.
9. Conclusiones. Mencionar si se cumplieron los objetivos planteados en la práctica; sino es así se deberá justificar. Por otro lado; si es que aplica, corroborar las tendencias de los datos experimentales con la literatura correspondiente.
10. Bibliografía. Escribirla completa y en orden alfabético.

Nota: Cuidar la ortografía, limpieza y orden.

Si se requiere de más información para la elaboración del informe se sugiere la siguiente bibliografía:

- Agg, Thomas Radford, No.1878. *The preparation of engineering reports*, New York McGraw Hill, (1995).
- Miller Irwin; *Probabilidad y estadística para ingenieros*, Ed. Reverté, México, (1992).
- Montgomery C. Douglas. *Diseño y analisis de experimentos*, Ed. Iberoamericana, México, (1998).
- *Scientific and thechnical reports: organization, preparation, and production*, New York: American National Standards Institute, (1987).

Medidas de seguridad en el LEM

- A continuación se describen brevemente las recomendaciones generales a seguir para prevenir o evitar la exposición a los riesgos que se pueden originar dentro del LEM, así como aquellas prácticas seguras que minimizan su potencial para producir daños. El cumplimiento de las mismas constituirá uno de los mejores medios para lograr unas condiciones de trabajo seguras en nuestro ámbito universitario.
- Se debe utilizar siempre bata blanca de laboratorio y calzado cerrado bajo (no se recomienda la ejecución de las prácticas con zapatilla y/o calzado abierto como sandalia u otro tipo que deje el pie al descubierto).
- Se recomienda llevar el pelo siempre recogido y no utilizar pulseras, colgantes, mangas anchas, bufandas, etc. Se tratará de evitar el uso de ropa suelta.
- En el laboratorio no se debe fumar, comer, ni beber. Tampoco almacenar comida o bebidas en frigoríficos situados en el mismo.
- Hay que utilizar siempre los equipos de protección personal que se requieran: como mínimo lentes de seguridad, viseras o pantallas faciales (siempre que sea necesario proteger los ojos y la cara de salpicaduras o impactos); guantes (para manipular sustancias químicas) o de materiales resistentes al calor (cuando se vayan a operar equipos que requieran suministro de vapor); casco, tapones auditivos, mandiles y polainas.
- NUNCA trabajar solo en el laboratorio o taller (BAJO NINGÚN CONCEPTO).
- Se debe trabajar siempre con los sistemas de extracción y renovación mecánica de aire conectados.
- Tratar de mantener el máximo orden y limpieza posibles dentro del laboratorio o del taller (tanto a nivel de comportamiento personal, como a nivel material). No se deben bloquear las rutas de escape o pasillos con equipos, máquinas u otros elementos que entorpezcan la correcta circulación. No se debe correr en el laboratorio.

- Asegurar la desconexión de equipos, aparatos eléctricos, agua, y especialmente de gas al finalizar las actividades. No se deben dejar operaciones en marcha sin vigilancia.
- No deben realizarse actividades nuevas sin conocer de manera previa las características de peligrosidad de las sustancias químicas que intervienen, el manejo de los equipos que puedan participar y las medidas de protección, tanto colectivas como individuales, que deben ser adoptadas.
- Cerciorarse, antes de su uso, que las máquinas y equipos cuenten con los dispositivos de seguridad y emergencia. Bajo ningún concepto deben quitarse estos dispositivos de seguridad, salvo en operaciones de reparación y mantenimiento con la máquina desconectada.
- Procurar respetar las zonas señalizadas como de acción de las máquinas que disponen de partes móviles. No se debe penetrar en el interior de las áreas de riesgo mientras la máquina esté en funcionamiento o conectada.
- Atender a la señalización de seguridad (pictogramas) que marca los riesgos potenciales de los lugares de trabajo.
- Las reparaciones de máquinas y equipos de trabajo deben ser llevadas a cabo exclusivamente por personal competente.
- No se deben utilizar herramientas y máquinas para fines diferentes a aquellos para los que han sido diseñadas. No utilizar dispositivos que no se han manejado nunca, que resulten extraños, o sobre los que no se dispone de experiencia suficiente.
- Las operaciones de soldadura y corte con oxiacetileno únicamente se efectuarán si se dispone de conocimientos y práctica suficientes para efectuar dichas tareas.

Cuando se trabaje con sustancias químicas se deberá:

- Leer la etiqueta y consultar la ficha de datos de seguridad del producto antes de su utilización.
- Utilizar únicamente aquellas sustancias que estén en buen estado y cuya fecha de caducidad (en caso de que dispongan de ella) no haya sido sobrepasada.
- No utilizar ningún reactivo al cual le falte la etiqueta del frasco.
- Se deben etiquetar adecuadamente los frascos y recipientes a los que se haya trasvasado (trasladado) algún producto o donde se hayan preparado mezclas, identificando su contenido, a quién pertenece y la información sobre su peligrosidad (reproducir etiquetado original).
- Las prácticas que produzcan gases, vapores, humos o partículas, o que incluyan manipulación de sustancias volátiles, se debe procurar llevarlas a cabo bajo campana.
- Se recomienda lavarse las manos al entrar y salir del laboratorio, y de manera adicional siempre que se haya estado en contacto con una sustancia química.
- Cuando se manipulen productos químicos que emitan vapores o puedan provocar proyecciones, se debe evitar el uso de lentes de contacto y más aún si no se protege la vista con una gafa de protección de montura tipo integral.
- No se debe pipetear con la boca, hay que tratar de utilizar pipetas de seguridad.

Para evitar la exposición a riesgos eléctricos (electrocución y quemaduras) se recomienda:

- No manipular ningún elemento eléctrico con las manos mojadas, en ambientes húmedos o mojados accidentalmente.
- No quitar la puesta a tierra de los equipos e instalaciones.

- No realizar operaciones en líneas eléctricas, cuadros, centros de transformación o equipos eléctricos si no se posee la formación necesaria para ello.
- No retirar nunca los recubrimientos o aislamientos de las partes activas de los sistemas.
- Para efectuar trabajos en equipos o líneas con corriente eléctrica, además del equipo de protección personal, se debe emplear en cada caso el material de seguridad más adecuado: guantes aislantes, alfombras o banquetas vainas o caperuzas aislantes, comprobadores de tensión, herramientas aislantes y material de señalización (discos, barreras, etc.).

En caso de presentarse un incendio se recomienda:

1. Mantener la calma. Lo más importante es ponerse a salvo y dar aviso a los demás.
2. Si el fuego es pequeño y se sabe utilizar un extintor, usarlo. Si el fuego es de consideración, no arriesgarse y mantener la calma evacuando el lugar.
3. Si se debe evacuar el sector, apagar los equipos eléctricos y cerrar las llaves de gas y ventanas.
4. Evacuar la zona por la ruta asignada.
5. No correr o caminar rápido cerrando el paso a la mayor cantidad de puertas.
6. No llevar objetos que puedan entorpecer la salida.
7. Si se pudo salir, por ninguna causa se vuelva a entrar. Dejar que los equipos especializados se encarguen.

Si se desea consultar más información sobre las medidas de seguridad en el laboratorio se sugieren las siguientes referencias:

- Blake R.P. *Seguridad industrial*. Editorial Diana. México, (1969).
- Grimaldi, J.V. y Simonds, R. H. *La seguridad industrial: su administración*. Editorial Alfa Omega. Segunda edición. México, (1991).
- Handley W. *Manual de seguridad industrial*. Traducido por López López José C. Editorial Mcgraw-Hill. Primera edición en español. México, (1980).
- Hernández M. & Fernández. *Seguridad e higiene industrial*. Editorial Limusa, México (1997).
- *Reglamento Federal de Seguridad e Higiene Industrial y Medio Ambiente de Trabajo*. Secretaría del Trabajo y Previsión Social (STPS). México,(1988).
- Rodellar L. A. *Seguridad e higiene en el trabajo*. Editorial Alfa Omega Marcombo. Colombia, (1999).

LEM V



Presentación

En el curso previo de LEM IV se estudió la transferencia de masa como el movimiento de uno o más componentes en una fase homogénea. En el presente curso continuaremos estudiando la transferencia de masa pero ahora de una fase a otra. La destilación, absorción y extracción son algunos ejemplos clásicos de operaciones unitarias donde se lleva a cabo este tipo de transporte de masa. Esta clase de operaciones se denominan también operaciones de separación en virtud de que la función principal es separar ciertos componentes mediante la transferencia de masa entre dos fases en íntimo contacto.

En el LEM V el alumno debe tener mayores conocimientos de la Ingeniería Química, como una disciplina teórico experimental. Además de contar con estos conocimientos debe poder aplicarlos con un criterio apropiado para la solución de los problemas que se le presentan en las operaciones de separación. Se espera, asimismo, que pueda abordar dichos problemas con una visión analítica para encontrar los fundamentos subyacentes a los fenómenos y operaciones utilizadas, obteniendo conclusiones de los resultados experimentales. Para llegar a este nivel, el estudiante ha transitado ya por el estudio experimental de los instrumentos de medición, sus características y funcionamiento, ha desarrollado la habilidad de realizar balances de materia y energía, posee los conocimientos sobre flujo de fluidos, transferencia de calor y masa; conoce además los equipos más representativos de cada nivel del LEM. Está ahora en la posibilidad de integrar todos estos conocimientos, refinarlos y complementarlos mediante la solución de los problemas planteados en este curso.

El curso de LEM V se desarrollará en dos partes. En la primera se revisará de una forma estructurada los temas de secado y destilación. Esta parte proporciona la unidad vertical a los cursos del LEM, complementando los conocimientos de los cursos de Ingeniería química. La forma de trabajo se hará a la manera usual del LEM, mediante la presente guía de estudio que le permita al alumno abordar y resolver los problemas planteados de una forma más directa y clara, pero dándole la libertad de especificar ciertas partes del experimento. En la segunda parte del curso, el alumno trabajará con mayores grados de libertad mediante el desarrollo de un proyecto. Esta última parte tiene la finalidad de crear situaciones propicias para que el alumno desarrolle su iniciativa e ingenio.

Objetivo general

Aplicar los principios teóricos de los procesos de separación en equilibrio en los equipos del Laboratorio Experimental Multidisciplinario destinados a ello.

Contenido del curso

- Curvas de secado
- Secador rotatorio
- Equilibrio líquido-vapor y destilación por lotes
- Destilación en torre empacada
- Torre de empaque estructurado
- Destilación en torre de platos
- Proyecto

Curvas de secado

Introducción

Una de las operaciones de transferencia simultánea de masa y calor particularmente compleja es la de secado de sólidos. En ésta se elimina humedad de un sólido mediante evaporación del líquido en un gas, el cual transporta el vapor formado hacia el exterior del secador. El caso más común es cuando el líquido es agua y el gas es aire, aun cuando existen otros casos importantes; por ejemplo, la eliminación de líquidos orgánicos de un sólido o la eliminación de agua mediante gases de combustión. La complejidad de la operación se debe, principalmente, a los diferentes mecanismos posibles para el transporte de la humedad del interior del sólido a la superficie de secado. Dependiendo del tipo de sólido puede existir transporte de la humedad mediante capilaridad o difusión. En el caso de sólidos porosos, el movimiento del líquido por la acción de fuerzas superficiales o capilares, representa, durante una gran parte del secado, el mecanismo más importante.

En etapas avanzadas del secado los poros pueden estar llenos de gas y vapor, por lo que el mecanismo de transporte del vapor puede ser mediante difusión del tipo de Knudsen, si los poros son pequeños, o por difusión molecular, si los poros son relativamente grandes. Por otro lado, en el caso de sólidos que forman una masa relativamente homogénea con el líquido, el movimiento de la humedad se lleva a cabo por difusión molecular del líquido. Este último mecanismo, descrito mediante la ley de Fick, produce bajas velocidades de transporte de humedad. El mecanismo real de movimiento de la humedad, muchas veces desconocido, depende por lo tanto de la estructura particular del sólido; es muy diferente la forma de secado de materiales fibrosos y anisotrópicos como la madera, granulares y porosos como muchos minerales, materiales higroscópicos o materiales que integran íntimamente la humedad como en el caso de geles.

El proceso de secado se puede dividir en diferentes etapas. En la primera etapa la temperatura del sólido aumenta o disminuye de acuerdo a las condiciones del gas. En el caso más frecuente, cuando se utiliza un gas caliente, el calor que se transfiere al sólido, en virtud de la diferencia de temperatura, produce un incremento en la temperatura del sólido y en consecuencia un aumento en la velocidad de evaporación. Eventualmente se alcanza una temperatura de la superficie del sólido en la que se equilibra el flujo de calor hacia la

superficie de sólido y la velocidad de evaporación multiplicada por el calor latente de evaporación. Durante esta segunda etapa la velocidad de secado permanece constante; el líquido se transfiere desde el interior del sólido, manteniendo una superficie húmeda.

La figura 1 muestra los diferentes mecanismos de transferencia de masa y calor que se producen durante el secado. En ausencia de mecanismos de transferencia de calor por conducción o radiación, la temperatura constante de la superficie del sólido corresponde a la temperatura del bulbo húmedo del gas. En el momento en que el movimiento de la humedad hacia la superficie del sólido es insuficiente para mantener húmeda la superficie, comienzan a aparecer puntos secos en la superficie del sólido y se inicia la etapa de velocidad decreciente de secado, conocida como etapa de secado de superficie no saturada. La última etapa ocurre cuando la superficie del sólido está seca y la velocidad de secado depende completamente de la velocidad con la que la humedad se transporta desde el interior del sólido. En estas circunstancias el líquido emigra hacia las zonas secas del sólido y la evaporación puede ocurrir por debajo de la superficie del sólido. Finalmente, si el tiempo de secado es suficientemente largo, la humedad del sólido se aproxima a la humedad de equilibrio.

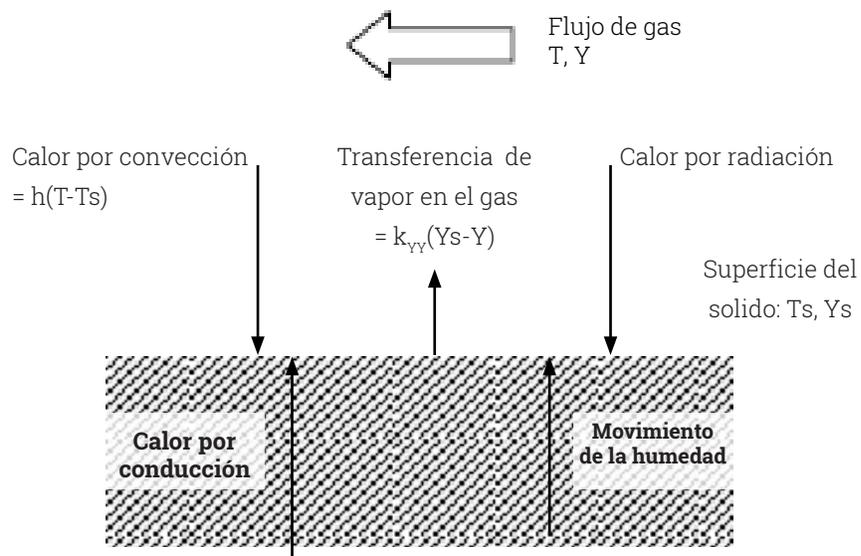


Figura 1. Mecanismos de transferencia de calor y masa en el secado de un sólido.
T y Y temperatura y humedad del gas; T_s y Y_s temperatura y humedad de la película de gas en la superficie del sólido

La operación de secado se aplica a una gran diversidad de materiales sólidos, como son: minerales, alimentos, fibra textiles, productos farmacéuticos, plásticos, recubrimientos, etc. El secado de sólidos cumple diversas funciones dependiendo del producto que se desea secar. Dentro de las principales funciones están: reducir el peso del producto para su transporte, facilitar su manejo y empaquetamiento, preservar las propiedades, disminuir la actividad microbiana y enzimática, entre otras. Cada tipo de sólido presenta un comportamiento particular durante el secado y ciertos problemas asociados. Algunos sólidos tienden a formar una coraza dura en la superficie que impide o limita la migración de la humedad.

En ciertos casos, la contracción de regiones secas del sólido provoca fisuras o el rompimiento de la superficie. Los materiales sensibles al calor presentan limitaciones en cuanto a las condiciones del gas, por lo que se utilizan comúnmente secadores que trabajan a vacío. Algunos materiales, por ejemplo las pastas alimenticias, requieren tiempos excesivos de secado en secadores ordinarios, por lo que para reducir el tiempo de secado, se usan técnicas especiales a alta temperatura; en estas técnicas se controla la humedad superficial del material para evitar el estrellamiento de la pasta y mantener la calidad del producto final.

Debido a las incertidumbres del proceso de secado y al desconocimiento del mecanismo real en un tipo particular de sólido, la determinación del tiempo de secado necesario para el diseño y operación de equipo de secado, se realiza de forma experimental. La información obtenida de estos experimentos permite establecer las condiciones de secado y el tiempo requerido para alcanzar el contenido final de humedad; asimismo, permite conocer la humedad crítica a diferentes condiciones y el comportamiento del sólido a diferentes velocidades de secado. Con el fin de estudiar el proceso de secado, en el presente curso del LEM V, se determinarán experimentalmente las curvas de secado de un sólido colocado dentro de un secador de charolas. El experimento es conceptualmente sencillo y consiste en registrar la pérdida de peso de las muestras en función del tiempo. Una parte particularmente importante es interpretar los resultados experimentales para establecer cada periodo de secado, determinar los coeficientes de transferencia de masa y calor durante el periodo de velocidad constante, obtener la humedad crítica para las condiciones de secado seleccionadas y obtener conclusiones acerca del proceso de secado en un secador de charolas.

Objetivos

Aplicar los conceptos de transferencia simultánea de masa y calor al problema de secado de sólidos. Adquirir una mayor comprensión de la operación de secado y de las variables que afectan la velocidad de secado.

Problema experimental

Determinar las curvas de secado de mármol (cero grueso o delgado) y obtener los coeficientes de transferencia de masa y calor en la fase gas en diferentes posiciones del secador de charolas y comparar los coeficientes obtenidos con los calculados mediante alguna correlación empírica aplicable.

Material

- Balanza
- 3 charolas de aluminio
- 3 charolas de acero inoxidable grandes acanaladas
- 1 probeta graduada de 250 mL
- Cronómetro
- 2 termómetros de bulbo de mercurio de -10 a 110° C
- Anemómetro
- Espátula

Equipo

- Secador de charolas instalado en el LEM Nave 2000

Servicios

- Energía eléctrica
- Vapor

Conocimientos y actividades previas

1. Mencione las diferentes clasificaciones de secadores.
2. Describa algunos tipos de secadores (por lo menos tres).
3. Explique en qué difiere el secado de otras operaciones unitarias en donde también se elimina una cierta cantidad de agua.
4. Defina los siguientes tipos de humedad de un sólido: libre, ligada y de equilibrio.
5. Con la ayuda de una curva típica de velocidad de secado contra humedad libre, explique los diferentes periodos de secado.
6. Explique por qué se puede considerar constante la temperatura de la superficie del sólido durante el secado de humedad superficial.
7. Proponga paso a paso el procedimiento experimental para obtener las curvas de secado.
8. Revise el interior y exterior del secador de charolas instalado en la nave 2000 y elabore el diagrama de flujo del equipo indicando las conexiones del servicio que utilizará.
9. Mencione qué variables debe medir durante la experimentación para resolver el problema experimental.
10. Escriba alguna correlación empírica, aplicable al sistema de secado, para estimar los coeficientes de transferencia de calor y masa (h y k_Y en la figura 1) y describa cada uno de los términos.

Indicaciones experimentales

- Establezca con su asesor la masa de sólido de cada charola, la posición de las charolas y los tiempos de muestreo.
- Encienda el ventilador del secador.
- Purgue la línea de condensado, alimente lentamente el vapor de calentamiento y estabilice (no rebase 1 Kg/cm^2 de presión).
- Introducir las muestras, espere hasta que se alcance la temperatura deseada del secador y ésta sea estable (durante el tiempo de espera se pueden preparar las muestras de sólido).

Puntos importantes que debe contener el informe

- Procedimiento experimental.
- Condiciones de operación del secador (temperatura, velocidad y humedad del aire).
- Tabla de registro de datos durante la experimentación.
- Gráfica de humedad libre contra tiempo.
- Gráfica de velocidad de secado contra humedad libre.
- Coeficientes experimentales de transferencia de masa y calor en la fase gas.
- Comparación de los coeficientes del punto anterior y los coeficientes calculados con las correlaciones del punto 10 de la sección de conocimientos y actividades previas.

Bibliografía

- Kneule F., *El secado*, Enciclopedia de la Tecnología Química, Tomo I, Urmo, Bilbao, (1976).
- Phillip W., *Separation process engineering*, 3rd ed., Prentice Hall, 2012.
- Seader, J.L., *Separation process principles*. 3a ed., Wiley, 2010.
- Treybal, R. E., *Mass transfer operations*. 3a ed. Mc Graw Hill. 1982.
- Wankat, P. C. *Separation Process Engineering: Includes Mass Transfer Analysis*.

Secador rotatorio

Introducción

La operación de secado es importante ya que muchos productos químicos, farmacéuticos y alimenticios, entre otros, requieren ciertos estándares de humedad para ser comercializados o utilizados como materias primas de otros procesos. Uno de los equipos más utilizados para llevar a cabo esta operación es el secador rotatorio, en el cual el secado se lleva a cabo comúnmente en forma adiabática y a contracorriente. En éstos, el gas más caliente está en contacto con el sólido más seco; por lo que el sólido descargado se calienta a una temperatura que se puede aproximar a la del gas entrante. Esto proporciona un secado más rápido. Este tipo de secador es útil para manejar materiales granulares que no se aglutinen o aglomeren formando partículas de mayor tamaño, conservando así las propiedades del material a secar.

El sólido por secar se introduce continuamente en uno de los extremos del secador, el cual consiste básicamente de un cilindro giratorio, mientras que el aire caliente fluye por el otro extremo. El cilindro se instala con un pequeño ángulo con respecto a la horizontal, para permitir el movimiento lento del material y un secado más efectivo. Los materiales más comunes que pueden secarse en este tipo de equipo son minerales, arena, gravilla, caliza, arcilla, fertilizantes, azúcar, algunos alimentos granulados o granos y cereales que con el calor no se descompongan, aglutinen o pierdan sus propiedades.

El secado en los secadores rotatorios no es muy uniforme debido principalmente a los diferentes tiempos de retención de las partículas sólidas. Algunos factores adicionales que limitan el secado uniforme son el nivel de humedad del sólido, la irregularidad de las paredes internas del secador, las pérdidas de calor, la pendiente o inclinación con respecto a la horizontal, así como el arrastre del sólido en la corriente de gas, entre otros. Este efecto puede medirse o cuantificarse a través de un factor de retención que depende de la velocidad del flujo del sólido, el área transversal, la densidad del sólido, la longitud del secador, la velocidad de rotación y el diámetro.

Para calcular la rapidez de secado, se puede dividir el secador en regiones y analizar cada una por separado. La división se realiza en función de las diferencias de humedad y temperatura importantes que suceden dentro del mismo. En el caso del secado a temperaturas

altas se pueden distinguir hasta tres zonas diferentes; cada una caracterizada por la diferencia de temperatura, como se muestra en la figura 1, donde:

X_1 : humedad del sólido a la entrada de la zona I [=] masa de agua/masa de sólido seco

X_c : humedad crítica, siendo ésta el nivel de humedad limítrofe entre la zona II y III [=] masa de agua/masa de sólido seco

S_s : masa de sólido seco en una carga

G_s : masa velocidad del gas seco [=] masa de aire seco/tiempo área

Y_1 : humedad del aire a la entrada del secador [=] masa de agua/masa de aire seco

Y_2 : humedad del aire a la salida del secador [=] masa de agua/masa de aire seco

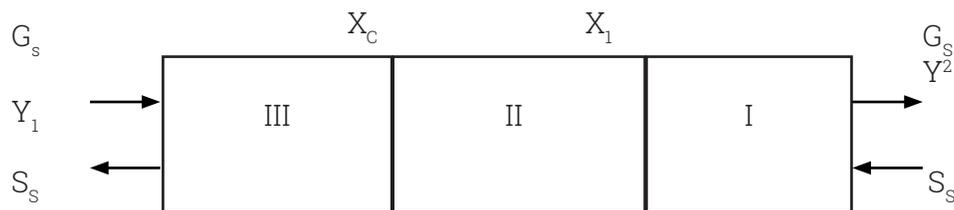


Figura 1. Secciones de un secador en contracorriente continuo con alta temperatura

En el caso de bajas temperaturas, el número de zonas distinguibles se reduce a dos, ya que la fuerza impulsora se deberá a la humedad y no a la temperatura.

Objetivos

- Comprender y aplicar los conocimientos sobre la teoría del secado a la operación de un secador rotatorio.
- Conocer experimentalmente la influencia del tiempo de contacto sobre la operación, así como los coeficientes experimentales de transferencia de calor y masa.

Problema experimental

Utilizar el secador rotatorio instalado en la nave 1000 para realizar el secado de gravilla y determinar a partir de las variables de operación (temperatura y flujo) los coeficientes de transferencia de masa y calor, así como el factor de retención.

Material

- 4 vidrios de reloj
- 1 probeta de 2 L
- 1 báscula
- 4 termómetros de bulbo de mercurio de -10 a 110° C
- 1 espátula

Equipo

- Secador rotatorio instalado en el LEM Nave 1000
- Termobalanza

Servicios

- Aire comprimido
- Vapor
- Energía eléctrica

Descripción del equipo

El secador a utilizar consiste de un tubo de 6 pulgadas de diámetro, longitud de acero de carbón, cédula 40 con una inclinación para permitir el descenso del sólido. La unidad cuenta con una tolva para alimentación del sólido y una tolva de descarga. Dentro del secador están cuatro elevadores del sólido contruidos con solera de $\frac{1}{4}$ de pulgada de espesor.

La línea de aire cuenta con un annubar. Las ecuaciones para determinar el flujo se pueden consultar en el manual del LEM I en la práctica de balance de materia y energía del secador rotatorio.

Conocimientos y actividades previas

1. En cuanto al tipo y funcionamiento, mencione las diferencias que existen entre los dos tipos de secadores instalados en la nave 1000 y 2000 (secador de charolas y secador rotatorio).
2. Elabore un diagrama de flujo del secador rotatorio instalado en la nave 1000.
3. Mediante la gráfica de los perfiles de temperatura, humedad del sólido y gas dentro de un secador rotatorio, explique qué sucede en cada una de las zonas.

4. Explique cuáles son las razones a tomar en cuenta para decidir llevar a cabo el secado de un sólido de forma continua.
5. Describa el procedimiento experimental y mencione las variables que debe medir para poder obtener los coeficientes de transferencia de masa y calor.
6. Describa cómo calcular los coeficientes globales de transferencia de masa y calor experimentales.
7. Enliste las correlaciones empíricas a utilizar para el cálculo teórico de los coeficientes de transferencia de masa y calor.
8. Con base en las características del equipo explique cómo se calcula el factor de retención del secador rotatorio y escriba la correlación correspondiente.
9. Explique cómo podría determinar la rapidez de secado experimental en cada región y mencione las suposiciones necesarias.

Indicaciones experimentales

- Purgar el intercambiador de calor y la línea de condensado del secador.
- Encender el motor del secador para eliminar cualquier cantidad de sólido acumulado dentro del equipo.
- Abrir la válvula de la línea de aire comprimido lentamente para evitar cambios bruscos de presión que ocasionen daños al manómetro diferencial en U del anubar.
- Alcanzar condiciones de operación estables (temperatura, velocidad y humedad del aire) a utilizar en la experimentación.
- Al terminar, cerrar válvulas de servicios, purgar el condensado del intercambiador y eliminar el sólido remanente del secador.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tabla de datos experimentales.
- Coeficientes de transferencia de calor y masa teóricos y experimentales y una discusión de las diferencias.
- Factor de retención estimado mediante la correlación del punto 8 de la sección de conocimientos y actividades previas.
- Comentar sobre la influencia de las condiciones experimentales del secado en los coeficientes de transferencia de calor y masa obtenidos y especificar en qué región opera el secador rotatorio.

Bibliografía

- Kneule F., *El secado*, Enciclopedia de la Tecnología Química, Tomo I, Urmo, Bilbao, (1976).
- Phillip W., *Separation process engineering*, 3rd ed., Prentice Hall, 2012.
- Seader, J.L., *Separation process principles*. 3a ed., Wiley, 2010.
- Treybal, R. E., *Mass transfer operations*. 3a ed. Mc Graw Hill. 1982.
- Wankat, P. C. *Separation process engineering*: Includes Mass Transfer Analysis.

Equilibrio líquido-vapor y destilación por lotes

Introducción

La destilación por lotes es usada frecuentemente, al igual que la mayoría de las operaciones por cargas, para obtener productos en pequeñas cantidades. En esta forma de operación, la mezcla de alimentación se carga en el destilador y se calienta continuamente. Una vez alcanzado el punto de burbuja, el vapor que se genera asciende por el equipo y es condensado. El vapor generado a partir del líquido es más rico en los componentes ligeros de acuerdo a la distribución de los componentes en el equilibrio. En el caso de un destilador con etapas múltiples una parte del condensado se retorna a la columna de destilación y la otra parte constituye el destilado. La destilación se detiene cuando el nivel del líquido en el recipiente de calentamiento ha descendido a un cierto valor. Este punto corresponde al momento en que se ha alcanzado la pureza deseada del producto destilado. Posteriormente el destilador se vacía y se lava quedando listo para un nuevo ciclo.

La operación por lotes o cargas, en comparación con la operación continua, requiere mayor cuidado y mayor cantidad de operadores; además el consumo de energía es generalmente mayor. No obstante, la operación por lotes tiene la ventaja de ser más flexible. Es posible, por este método, destilar mezclas de alimentación con diferente composición, procesar únicamente la cantidad requerida y destilar mezclas de multicomponentes en una sola columna. Estas ventajas hacen que la destilación por lotes sea la elección preferida cuando el valor de los productos químicos es alto y se desea producirlos en pequeñas cantidades. El reciente incremento en la producción de sustancias químicas y bioquímicas de alta pureza, hacen de la destilación por lotes un procedimiento de separación de gran importancia.

En la destilación por lotes en una sola etapa, el vapor que se genera a partir del líquido dentro del recipiente de calentamiento, se retira tan pronto es formado. Se puede suponer que el vapor formado se encuentra en equilibrio con el líquido. Conforme transcurre la destilación la concentración del componente más volátil en el líquido disminuye y en consecuencia el vapor generado se empobrece, de igual manera, en el componente más volátil.

En la destilación por lotes en etapas múltiples se tienen dos formas típicas de operación: a reflujo constante con composición variable del destilado y a reflujo variable con composición constante del destilado. Cada una de estas formas de operación presenta ciertas ventajas y desventajas. En el primer caso, la operación resulta más fácil debido a que se requiere fijar únicamente un valor de reflujo, pero se obtiene un destilado con composición decreciente del componente volátil. En la segunda forma de operación el destilado mantiene su composición pero se requiere de aumentar continuamente el reflujo, por lo que el control de los flujos de retorno y destilado se hace más complejo.

En el presente trabajo experimental se estudiará la destilación por lotes para conocer la forma como cambian las concentraciones en equipo de destilación, analizar el comportamiento con base en los conocimientos de equilibrio líquido vapor y aplicar las ecuaciones de destilación por cargas para evaluar el desempeño de un equipo en particular. Se analizará y comparará la destilación en un equipo de vidrio de laboratorio y en una torre de destilación.

Objetivo

Aplicar los conceptos de equilibrio de fases líquido vapor y el balance de materia diferencial para explicar el comportamiento de una destilación por lotes.

Problema experimental

Determinar experimentalmente en una destilación por lotes los perfiles de temperatura, composición de destilado y residuo y cantidad de residuo en función del tiempo para una velocidad de calentamiento dada. Utilizar la ecuación de Rayleigh para interpretar los resultados de composición y cantidad de residuo y analizar las diferencias de la destilación en un equipo a nivel vidrio y en una torre de destilación.

Material

- 10 tubos de ensaye
- Gradilla
- 2 probetas de 4 L
- 1 probeta de 100 mL
- Equipo Quickfi
- 2 Termómetro de bulbo de mercurio de -10 a 110° C

- Mantilla de calentamiento
- Soporte universal con nuez y pinzas
- 2 jeringas de vidrio (de 5 y 10 mL)
- 2 agujas metálicas (de 4 y 6 in)
- 2 tramos de manguera de latex

Equipo

- Torre de destilación empacada de 3 in instalada en el LEM Nave 1000
- Refractómetro de Abbe

Servicios

- Agua de enfriamiento
- Vapor
- Energía eléctrica

Conocimientos y actividades previas

1. Escriba la ecuación de Rayleigh, describa cada uno de los términos y explique las suposiciones utilizadas en su deducción.
2. Explique la forma cómo se puede resolver la ecuación de Rayleigh para obtener la composición del residuo en función de la relación L/Lo, en el caso de que se disponga de datos experimentales de composición de equilibrio x y.
3. Consiga los datos de equilibrio de T-x-y del sistema Etanol-Agua (o del sistema que vaya a utilizar) a la presión de 586 mm de Hg.
4. Mediante un diagrama de equilibrio de temperatura contra composición, a presión constante, explique los cambios de temperatura, composición del líquido y composición del vapor que ocurren en un destilador por lotes.
5. Elabore un esquema del montaje experimental necesario para la destilación a nivel vidrio.
6. Explique la importancia de la destilación por lotes como proceso de separación.
7. Elabore un diagrama de flujo de la torre de destilación empacada de 3 in instalada en la nave 1000.
8. ¿Por qué la composición del destilado global es mayor en una destilación por lotes en comparación con una destilación continua en una etapa simple de equilibrio bajo la misma relación moles de alimentación/moles de residuo?

Indicaciones experimentales

En Vidrio

- Establezca con el asesor la carga y composición inicial de la mezcla Etanol-Agua, así como la velocidad de calentamiento.
- Tome las muestras de vapor y residuo con las jeringas (aproximadamente cada 5 min) y mida el índice de refracción.

En Torre

Se recomienda tomar en cuenta los siguientes puntos con un mínimo de dos personas:

- Verifique que no existan residuos en el tanque de fondos ni destilados antes de comenzar la experimentación y que el tanque de alimentación se encuentre al 50% de su nivel.
- Hacer circular el agua de enfriamiento por el condensador.
- Introduzca la mezcla de alimentación hasta llenar el vidrio de nivel la cámara de evaporación. No encienda la bomba de alimentación con las válvulas cerradas, utilice el *by pass* para permitir el flujo del líquido
- Purgue la línea de condensado del serpentín (cámara de evaporación) y alimente el vapor de calentamiento. No sobrepase una presión de 1 kg/cm^2 .
- Al final de la destilación, verifique la posición de las válvulas y retorne los productos del tanque de destilado y fondos al tanque de alimentación.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Procedimiento experimental.
- Tablas de registro de datos durante la experimentación.
- Gráfica de los perfiles de temperatura y composición del destilado y residuo.
- Representación gráfica de la trayectoria del líquido en un diagrama T xy.
- Gráfica de L/Lo vs x. Incluir el comportamiento esperado de acuerdo a la ecuación de Rayleigh y los puntos experimentales.
- Con base en los resultados obtenidos resuelva el siguiente problema:

- i. Determine la fracción mol que se requiere destilar para obtener un producto con una composición XD.
- ii. Sugiera un procedimiento para poder obtener una mayor recuperación del componente más volátil.

Bibliografía

- Morcilla G. A. *Introducción a las operaciones de separación. Cálculo por etapas de equilibrio*. Ed. U. de Alicante. (2000).
- Phillip W. *Separation process engineering*. 3rd. Edition. Prentice Hall, 2012.
- Seader, J. L., *Separation process principles*, 3a. Ed. Wiley (2010).
- Treybal R. E., *Mass transfer operations*, McGraw-Hill, 3a. Edición, New York, (1982).

Destilación en torre empacada

Introducción

Las columnas empacadas son equipos ampliamente utilizados para llevar a cabo operaciones de transferencia de masa entre dos fases. Dentro de estas operaciones se tienen las de destilación, absorción y extracción líquida entre otras. Siendo la destilación el método de separación de mezclas de líquidos más utilizado en la industria química, es importante conocer el funcionamiento de las columnas de destilación en general, y asimismo, conocer las particularidades cuando la destilación se lleva a cabo en una columna empacada. La destilación en torres empacadas tiene mayores ventajas cuando se requieren bajas caídas de presión, como en la destilación al vacío. Aun cuando la destilación a presión atmosférica en columnas empacadas no representa un caso típico usado con frecuencia, el diseño y evaluación a tales condiciones será estudiada con la finalidad de proporcionar una base apropiada para entender la operación.

La figura 1 muestra un esquema de una columna de destilación empacada con dos secciones, la sección de enriquecimiento o rectificación y la sección de agotamiento. En este esquema el líquido que sale del fondo de la torre se envía al equipo de evaporación de donde salen dos corrientes: la corriente en fase líquida, la cual forma el producto de fondos B, y el vapor que se devuelve a la torre para proporcionar una de las fases requeridas. En el domo de la columna el vapor efluente se pasa a través del condensador. El condensado se recoge en el tanque acumulador de reflujo, de donde una parte se envía nuevamente a la columna y otra parte se envía como producto destilado D. La corriente que se devuelve a la torre se conoce como reflujo y se identifica en el diagrama como L_0 . Mediante un diseño apropiado del distribuidor de líquido, el reflujo moja y desciende por el empaque, esto proporciona el área interfacial necesaria para llevar a cabo la transferencia de masa. El área interfacial formada depende del flujo de líquido, las propiedades del fluido y del tipo y material del empaque. Si el flujo de líquido es muy pequeño, una gran porción de los empaques permanece seca. En el caso de materiales de empaque con propiedades de humectación bajas, como es el caso de los empaques fabricados con materiales plásticos, el área interfacial se reduce significativamente. Algunos otros problemas se presentan en la formación del área interfacial, debido a que el líquido tiende a fluir por los lugares donde encuentra menos obstáculos, formando canalizaciones.

Para reducir las canalizaciones es necesario utilizar empaques con una baja relación de diámetro de empaque a diámetro de la torre e instalar redistribuidores de líquido espaciados a cierta distancia (por ejemplo cada 6 m de altura).

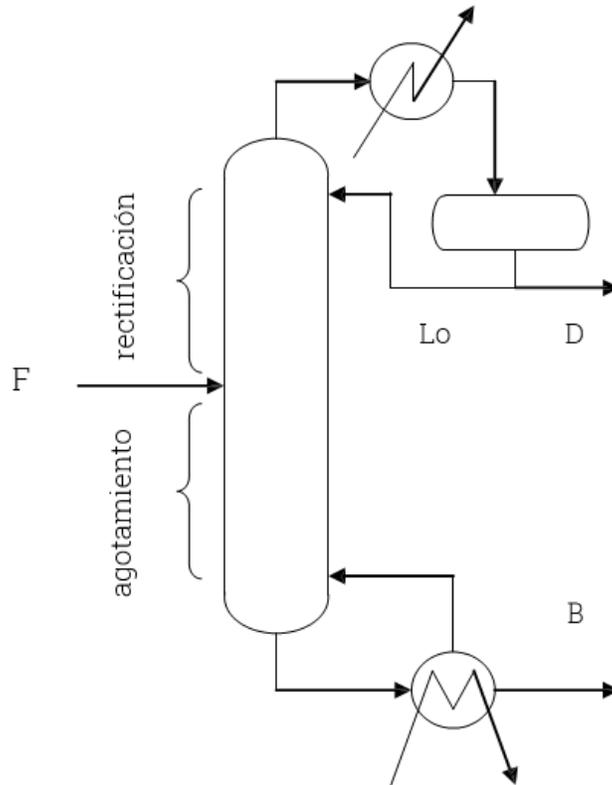


Figura 1. Esquema de una torre de destilación

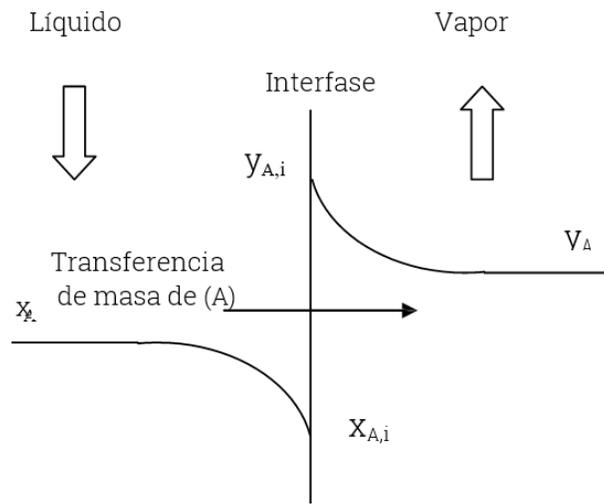


Figura 2. Transferencia de masa del componente más volátil en destilación binaria

En el interior de la columna el líquido y el vapor se ponen en contacto y se efectúa una transferencia de masa en virtud de que las fases en contacto en un punto dado del equipo no se encuentran en equilibrio; es decir, en términos de las definiciones de equilibrio termodinámico, los potenciales químicos de los componentes presentes son diferentes en cada fase. En el caso de una destilación binaria, el componente menos volátil se difunde desde el seno de la fase vapor hacia la interfase y de ahí hacia el seno de la fase líquida. En sentido inverso el componente más volátil se difunde del líquido hacia la fase vapor. Esta contra-difusión, la cual puede ser considerada aproximadamente equimolar, se ilustra en la figura 2, donde el componente más volátil se denota como A. Considerando válida la aproximación de régimen de contradifusión equimolar, la cantidad en moles de componente A que se difunde hacia el líquido, es igual a la cantidad en moles que se difunde hacia el vapor, de tal manera que el flujo molar de cada fase permanece constante de acuerdo a la suposición del método de McCabe- Thiele.

Debido a la difusión de los componentes A y B, descrita en el párrafo anterior, la concentración de A en el vapor aumenta a medida que asciende por la columna y por supuesto la concentración del mismo componente en la fase líquida disminuye conforme desciende el líquido. Para conocer la forma como cambia la concentración de las fases a lo largo de la columna se requiere conocer la velocidad con la que se transfiere en los componentes entre las fases. Esta velocidad se obtiene mediante la ecuación de transferencia de masa:

$$N_A = k'_y (y_{A,i} - y_A) \quad (1)$$

Donde N_A es el flux de difusión de A (moles/tiempo x área), k'_y es el coeficiente de transferencia de masa en la fase vapor, $y_{A,i}$ es la fracción mol de A en la interfase y y_A es la fracción mol de A en el seno de la fase vapor. El cambio de concentración en el vapor ocurre debido a la transferencia de masa, por lo que, un balance de materia en una diferencial de altura de la torre empacada proporciona la forma como cambia y_A :

$$V dy_A = N_A a dZ \quad (2)$$

Donde V es el flujo molar de vapor por unidad de área de sección transversal de la columna, a es la relación de área interfacial a volumen de empaque y Z es la altura de empaque. La integración de la ecuación anterior proporciona una relación entre la altura de empaque y el cambio de concentración que se puede obtener. La solución en términos de unidades de transferencia se deja al estudiante como estudio previo al desarrollo del experimento.

Se pueden plantear expresiones equivalentes a las ecuaciones (1) y (2) utilizando el flux de difusión en cualquiera de las fases y coeficiente de transferencia de masa individuales o globales, la siguiente tabla resume las cuatro posibilidades:

Tabla 1. Ecuaciones de transferencia de masa

Flux de transferencia de masa	Balance de materia	Tipo de coeficiente
$N_A = k'_y (y_{A,i} - y_A)$	$V dy_A = N_A a dZ$	Individual del vapor
$N_A = k'_x (x_A - x_{A,i})$	$L dx_A = N_A a dZ$	Individual del líquido
$N_A = K'_y (y_A^* - y_A)$	$V dx_A = N_A a dZ$	Global del vapor
	$L dx_A = N_A a dZ$	Global del líquido

A partir de los dos primeros casos de la tabla 1, y considerando que no existe acumulación en la interfase, se puede obtener la siguiente expresión que relaciona las fuerzas impulsoras con los coeficientes individuales.

$$\frac{(y_{A,i} - y_A)}{(x_{A,i} - x_A)} = - \frac{k'_x}{k'_y} \quad (3)$$

Esta ecuación permite obtener las composiciones en la interfase si se conocen los coeficientes individuales y si se considera que las concentraciones en la interfase corresponden a las de equilibrio.

El uso de la ecuación (3) para interpretar datos experimentales es generalmente difícil debido a que normalmente no se cuenta con los coeficientes individuales y la determinación de las concentraciones en la interfase es prácticamente imposible. Debido a esto, se utiliza el concepto de coeficiente global, expresado mediante el tercer y cuarto caso de la tabla 1. En el caso del coeficiente global de la fase vapor se utiliza el término $(y_A^* - y_A)$ que representa una medida de la fuerza impulsora $(y_{A,i} - y_A)$, donde y_A^* es la concentración del vapor en equilibrio con el líquido de concentración x_A . De forma similar en el caso del coeficiente global en la fase líquida $(x_A - x_A^*)$ sustituye a la fuerza impulsora $(x_A - x_{A,i})$. Para poder utilizar el concepto de coeficiente global se requiere que la curva de equilibrio sea aproximadamente recta.

El propósito del presente estudio experimental es entender el cambio de concentración que se logra en la torre empacada del laboratorio en función de la altura e interpretar cada término de las ecuaciones de unidades de transferencia en función de las condiciones de operación del equipo.

Una forma alternativa de interpretar la relación entre altura de empaque y cambio de concentración es a través del número de etapas ideales, para lo cual se define una altura de empaque que proporcione la separación de un plato ideal. Esta cantidad conocida como HETP, por sus siglas en inglés, es la altura equivalente de un plato teórico. Esta altura de empaque es la necesaria para que el vapor y líquido efluente de esta sección de empaque alcancen su valor de equilibrio. El número de etapas de equilibrio en una destilación binaria se puede obtener mediante el procedimiento gráfico de McCabe-Thiele, si se suponen flujos molares constantes. De esta forma, la altura del empaque es igual al producto de la altura equivalente de plato teórico y el número de etapas. Frecuentemente se utiliza un valor promedio de HETP para cada sección de la columna. Debido a que una torre empacada es un dispositivo de contacto continuo es difícil concebir su funcionamiento como si se tratara de una torre de etapas de equilibrio. No obstante, el enfoque de platos de equilibrio, tiene la ventaja de que los valores de HETP varían menos con las condiciones de operación que la altura de una unidad de transferencia, por lo que muchas veces es el método preferido en aplicaciones comerciales. La figura 3 muestra de forma cualitativa el comportamiento típico de la altura equivalente, HETP, en función del factor de capacidad C_s definido como $V/[\rho V(\rho L - \rho V)]^{0.5}$.

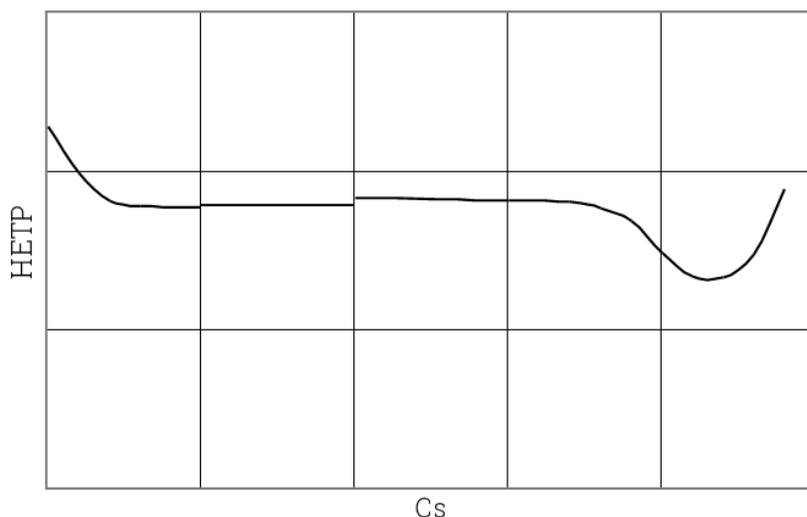


Figura 3. Altura equivalente de plato teórico

En el presente estudio experimental de destilación en columnas empacadas se utilizará, por un lado, el concepto unidad de transferencia (número y altura de la unidad de transferencia), y por el otro, el número de etapas ideales y la HETP con la finalidad de comparar las posibilidades que tienen ambos métodos para describir la relación entre las variables de separación y la altura del empaque. Asimismo, para analizar las ventajas y desventajas de uno y otro enfoque.

Objetivo

Comprender el funcionamiento de la torre de destilación empacada de 3 in a fin de poder relacionar las variables de operación, las variables de separación y las variables de diseño de la columna (torre de destilación).

Problema experimental

Determinar experimentalmente el número de unidades de transferencia, la altura de la unidad de transferencia, el coeficiente de transferencia de masa, la HETP y comparar los resultados con los valores reportados en la literatura o con los obtenidos de correlaciones empíricas, así como un análisis de las diferencias con base en las condiciones particulares de operación de la columna.

Material

- 10 tubos de ensaye
- Gradilla
- 2 probetas de 4 L

Equipo

- Torre de destilación empacada de 3 in instalada en el LEM Nave 1000
- Refractómetro de Abbe

Servicios

- Vapor
- Agua de enfriamiento
- Energía eléctrica

Descripción del equipo

El equipo de destilación consiste en una torre empacada de acero inoxidable 304 de 3 in de diámetro externo y 3.26 in ced 10 de diámetro interno, que trabaja a presión atmosférica, con dos zonas empacadas de 36 in cada una. El empaque es del tipo intalox (IR-15) de acero inoxidable de 5/8 in. La alimentación se puede introducir en el espacio entre las zonas empacadas o bien por debajo de la zona inferior empacada.

El sistema de calentamiento está formado por una cámara de evaporación construida con un tubo de acero inoxidable de 3.26 in de diámetro interno, ced 10, en cuyo interior se encuentra un serpentín por donde se introduce el vapor de calentamiento. El condensador está formado por dos unidades de doble tubo con circulación de agua de enfriamiento por la parte anular. Mayores detalles del equipo se pueden consultar en el manual de operación.

Conocimientos y actividades previas

1. Enumere las ecuaciones de número y altura de unidades de transferencia individuales y globales para la fase vapor y defina cada uno de los términos. Asimismo, mencione las suposiciones y consideraciones usadas en estas ecuaciones.
2. ¿Cómo se trazan las líneas de operación en un diagrama x-y de una columna de destilación convencional?

3. Explique la forma de cálculo para obtener el número de unidades de transferencia para una destilación cuando se conocen los coeficientes individuales de transferencia de masa.
4. Elabore un diagrama de flujo de la torre de destilación empacada del laboratorio.
5. Busque en la literatura algunas correlaciones empíricas para la altura de la unidad de transferencia y para la altura equivalente de plato teórico que sean aplicables a la torre del laboratorio (por ejemplo: correlaciones de artículos y fabricante del empaque).
6. Establezca el valor del reflujo en Kg/min que considere conveniente para la operación de la torre. Para hacerlo, realice un cálculo de la velocidad del vapor que permita trabajar la torre en la parte baja de la zona de carga o bajo condiciones que aseguren una buena irrigación del empaque, con una alta velocidad superficial del vapor pero sin el riesgo de inundación. Considere una operación a reflujo total y una temperatura del reflujo de 60° C (anote cualquier otra suposición o aproximación que utilice).
7. Describa el procedimiento para resolver el problema experimental e indique las variables que debe medir.
8. Elabore un plan de trabajo.

Indicaciones experimentales

- Con base en el procedimiento experimental propuesto y el cálculo de la capacidad de la torre (puntos 6 y 7 de la sección de conocimientos y actividades previas), establezca con el asesor las condiciones de operación de las corridas experimentales.
- Es conveniente, para los objetivos del estudio, que las corridas se lleven a cabo a reflujo total, aun cuando es posible efectuar corridas a diferentes relaciones de reflujo, con alimentación y salida de productos en flujo continuo.
- Se recomienda que la torre la operen por lo menos tres personas: una para la operación de la parte superior de la columna encargada de controlar el flujo y temperatura del agua de enfriamiento, el nivel del tanque acumulador de reflujo y el reflujo; y otra para la operación en la parte baja encargada de controlar la alimentación, el nivel de la cámara de evaporación y el servicio de vapor al serpentín. Un número mayor de personas (máximo cuatro) facilitaría la operación.

- Verifique que no existan residuos en el tanque de fondos ni destilados antes de comenzar la experimentación y que el tanque de alimentación se encuentre al 50 % de su nivel.
- Haga circular el agua de enfriamiento por el condensador (verifique la posición de las válvulas de acuerdo a la torre de enfriamiento que será utilizada, ya sea la que se encuentra dentro de la nave 1000 o la que se encuentra afuera).
- Purgue la línea de condensado del serpentín y alimente el vapor de calentamiento. No sobrepase una presión de 2.5 kg/cm².
- Introduzca la mezcla de alimentación hasta llenar la cámara de evaporación. No encienda la bomba de alimentación con las válvulas cerradas, utilice el *by pass* para permitir el flujo del líquido.
- El nivel del líquido en la cámara de evaporación puede aumentar debido al calentamiento, esto no es importante, continúe calentando hasta que el líquido comience a descender debido a la evaporación. Para mantener el nivel del líquido constante en la cámara, introduzca más mezcla de alimentación.
- Continúe operando de esta forma hasta que el nivel del condensado, en el tanque de destilado, alcance el nivel de $\frac{3}{4}$ aproximadamente. Cuando esto suceda, comience a retornar el líquido (reflujo) a la torre, cuidando que el nivel en el tanque de destilados se mantenga constante. No encienda la bomba de reflujo con las válvulas cerradas, utilice el *by pass* para permitir el flujo.
- Espere hasta que la operación de la torre sea estable; esto ocurre cuando los niveles, el reflujo, el flujo de agua de enfriamiento, la presión del vapor de calentamiento y todas las temperaturas se mantienen constantes. A partir de este momento se deben tomar muestras del destilado y fondos cada 10 minutos hasta que las concentraciones de cada producto no cambien para asegurar que se alcancen las condiciones de estado estacionario.
- Al final de la destilación verifique la posición de las válvulas y retorne los productos destilado y residuo al tanque de alimentación.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Procedimiento experimental.
- Tablas de registro de datos durante la experimentación.
- Cálculo de caídas de presión y porcentaje de carga.

- Diagrama de McCabe-Thiele.
- Resultados de HETP y comparación con las correlaciones de la literatura.
- Resultados del número de unidades de transferencia y altura de la unidad de transferencia.
- Resultados de los coeficientes de transferencia de masa y comparación con los esperados de acuerdo a las correlaciones generalizadas.

Bibliografía

- Henley, E. J., *Equilibrium stage separation operations in chemical engineering*, John Wiley and Sons, New York 1981.
- Phillip W., *Separation process engineering*, 3rd ed., Prentice Hall, 2012.
- Treybal, R. E. *Mass transfer operations*. 3a ed. Mc Graw Hill, 1982.
- Wankat, P. C. *Separation process engineering: Includes mass transfer analysis*. Prentice Hall. 3th ed. USA. 2011.

Torre de empaque estructurado

Introducción

Las columnas de destilación empacadas pueden contener empaques aleatorios o regulares. Los empaques aleatorios están dispuestos en la torre de manera irregular para proveer grandes áreas de contacto; sin embargo, no mejoran la distribución de fases y no existe un control de los flujos, por lo que son apropiados en columnas de diámetros pequeños donde existe una capacidad limitada de los flujos. Cuando la torre utiliza empaques regulares, éstos se encuentran instalados de manera ordenada como en el caso de los anillos Raschig o Lessing que se colocan en un arreglo triangular o de diamante; o los empaques en forma de rejilla que se utilizan cuando se requieren grandes volúmenes vacíos para utilizar fluidos que tienen partículas sólidas en suspensión. Los empaques regulares a diferencia de los aleatorios dan una menor caída de presión del gas y mayores flujos, la desventaja es que su instalación es más costosa.

Los empaques estructurados son los empaques regulares más importantes en la actualidad, debido a su versatilidad y a que pueden ser utilizados en diferentes operaciones como son: destilación, absorción, extracción líquido-líquido, y en la destilación reactiva que es muy empleada en la industria química, ya que, en un mismo equipo permite la reacción química y la separación de los productos de los reactivos y la posterior recirculación de estos últimos. Con esto, se evita el uso de un reactor además de la columna de destilación. También ofrecen alta eficiencia en la separación, baja caída de presión y un buen mojado en la superficie

El empaque estructurado está constituido de láminas que pueden ser de metal, plástico o cerámica. Las láminas constan de una corrugación que generalmente tienen un ángulo de 45° con respecto a la horizontal, no obstante existen ciertos sistemas que necesitan otros ángulos, por ejemplo para sistemas viscosos se utilizan láminas con un ángulo de 60° .

Cada lámina es girada 90° con respecto a la lámina adyacente, la unión de varias láminas mediante esta configuración da como resultado la formación de paquetes o elementos que pueden ser de forma cilíndrica o rectangular (ver figura 1). La torre que está instalada en la nave 1000 de ingeniería química está constituida por arreglos cilíndricos de

paquetes de empaques estructurados de acero inoxidable tipo Mellapak, (ver figura 2). Para columnas con diámetros pequeños (menores 3 m), el empaque estructurado es fabricado en forma de paquetes cilíndricos de altura fija, para diámetros grandes (más de 1.5 m) el elemento de empaque es fabricado en secciones que son unidas al ser descargadas a la torre.

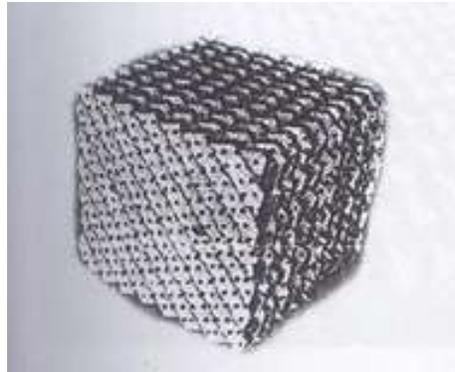


Figura 1. Paquete de empaque estructurado de forma rectangular



Figura 2. Empaques de tipo estructurado instalados en la torre de destilación de la nave 1000 de Ingeniería Química

Objetivo

Operar la torre de destilación con empaques estructurados; así como analizar y relacionar las variables de diseño para que se puedan establecer condiciones adecuadas de operación en la zona de carga de la columna.

Problema experimental

Calcular experimentalmente y teóricamente los coeficientes de transferencia de masa; la altura equivalente de plato teórico (acrónimo en inglés HETP) y la altura de la unidad de transferencia de masa de la torre de empaque estructurado y compararlos con los obtenidos en la torre de destilación empacada de 3 pulgadas instalada en la nave 1000 de Ingeniería Química.

Material

- 10 tubos de ensaye
- Gradilla
- 2 probetas de 4 L

Equipo

- Torre de destilación de empaque estructurado instalada en el LEM Nave 1000
- Refractómetro de Abbe

Servicios

- Vapor
- Agua de enfriamiento
- Energía eléctrica

Descripción del equipo

- El equipo de destilación consiste en una torre de acero inoxidable 304 espesor de 1/16 in, cuenta con empaques estructurados de acero inoxidable (Mellapak), y consta de dos secciones empacadas, distribuidas de la siguiente manera:
 - i. En la parte superior 4 pul (0.127 m) de diámetro y una longitud de lecho empacado de 0.862 m
 - ii. En la parte inferior 6 pul (0.147 m) de diámetro y una longitud de lecho empacado de 1.3 m

Conocimientos y actividades previas

1. Mencione algunas aplicaciones en las que se puede utilizar el empaque estructurado.
2. ¿Cuáles son las ventajas de utilizar el empaque estructurado en torres de destilación con respecto a otros arreglos de empaque?
3. Escribir y definir cada uno de los términos de las ecuaciones empíricas para determinar el punto de carga en una torre de destilación con empaques estructurados.
4. Escribir las correlaciones empíricas que se encuentran en la literatura como la de Bravo, Nawrocki, Henriques, Rocha, entre otras; para obtener los coeficientes de transferencia de masa experimentales y teóricos de la fase gaseosa y líquida para una torre de empaques estructurados.
5. Escribir la ecuación para obtener la altura equivalente de plato teórico (HETP) de la torre de empaques estructurados.
6. Elabore el diagrama de flujo de la torre de destilación de empaques estructurados del laboratorio.

Indicaciones experimentales

El equipo se puede trabajar de manera similar a la torre de destilación empacada 3 aleatoriamente; sin embargo queda a discreción fijar condiciones adecuadas de operación en la zona de carga de la columna.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tablas de datos experimentales.
- Cálculo de coeficientes de transferencia de masa teóricos y experimentales.
- Cálculo de caídas de presión y porcentaje de carga de la torre.
- Determinar la altura equivalente de plato teórico (acrónimo en inglés, HETP).

Bibliografía

- Bravo, J. L., Rocha, J. A., *Pressure drop in structured packings. hydrocarbon processing*, vol. 65No. 3, 1986, pp 45-49.
- Bravo, J. L., et. al. *Distillation columns containing structured packings: a comprehensive model for their performance I. Hydraulic Models* Industrial and Engineering Chemistry Research, vol. 32 No. 4, 1993, pp 641-651.
- Phillip Wankat, *Separation process engineering*, 3rd ed., Prentice Hall, 2012.
- Treybal, R. E. *Mass transfer operations*. 3a ed. Mc Graw Hill. 1982.

Destilación en torre de platos

Introducción

La destilación es un proceso de separación de una mezcla de dos o más componentes con diferentes puntos de ebullición. Cuando una mezcla de dos componentes es calentada, el vapor que asciende tiene mayor concentración en el componente más volátil (el componente con punto de ebullición más bajo). Por el contrario, si el vapor es enfriado, el componente menos volátil (el componente con punto de ebullición más alto) tiende a condensarse en mayor proporción.

Algunos matemáticos, como Warran L. McCabe y Edwin W. Thiele tomaron como base la regla de las fases de Gibbs, para desarrollar un método para el diseño termodinámico de columnas. Desde entonces se ha llevado a cabo una gran cantidad de estudios del comportamiento de las columnas de destilación, lo que ha permitido comprender más a fondo esta operación y usarla ampliamente en separaciones a gran escala.

Una columna de destilación consiste en múltiples contactos entre las fases de líquido y vapor. Cada contacto se lleva mezclando ambas fases, seguida de la separación mecánica de las fases. Los contactos se realizan frecuentemente sobre platos horizontales dispuestos en una columna vertical. El vapor pasa a través de los orificios o conductos de cada plato para entrar en contacto directo con el líquido formando burbujas. El líquido desciende de un plato a otro a través de los conductos conocidos como bajantes. A medida que el vapor avanza hacia la parte superior de la columna, se enriquece progresivamente en el componente más volátil. La alimentación a la columna de destilación se introduce en la etapa más conveniente, definida durante el diseño de la torre. La parte de la columna situada por encima de la etapa de alimentación es la sección de rectificación (enriquecimiento) y la situada por debajo es la sección de agotamiento. El líquido procedente del fondo de la columna pasa a un rehervidor para generar el vapor de contacto.

La destilación de una mezcla de componentes, para obtener uno o más productos deseados, se lleva a cabo, a través de la selección de condiciones apropiadas de temperatura y presión en las que coexistan las fases líquida y vapor y se presente entre ellas una diferencia de concentración de las sustancias que forman la mezcla.

En la mayoría de los métodos de diseño se usan las condiciones de equilibrio para determinar las concentraciones de las fases que abandonan una etapa ideal; es por esto, que los datos de equilibrio deben estar disponibles para realizar los cálculos. Los datos de equilibrio se pueden buscar en la literatura por si alguien los ha determinado anteriormente; si no se encuentran reportados, se estiman por medio de un modelo de equilibrio.

El número de etapas teóricas en una torre depende únicamente de la dificultad de la separación y se determina por los balances de materia y energía y la distribución de los componentes en equilibrio. Por otro lado, el número de platos reales depende de que tan próximo o alejado funciona el plato con respecto a un plato teórico o ideal. Una forma de cuantificar que tan ideal es un plato es mediante el concepto de eficiencia. La eficiencia de plato y el número de etapas reales se determina por el diseño mecánico del equipo y las condiciones de operación. La eficiencia de un plato depende en general del tiempo de contacto entre las fases, la superficie interfacial y la intensidad de la turbulencia. Mayores tiempos de contacto que permitan la difusión de los componentes, así como grandes áreas de transferencia y gran turbulencia que origine altos coeficientes de transferencia de masa producirán valores altos de la eficiencia de plato.

Para obtener buenos tiempos de contacto entre las fases, el líquido en el plato debe contar con cierta profundidad para que las burbujas de vapor estén el tiempo suficiente para que se lleve a cabo la transferencia de masa. Cuando las burbujas de vapor atraviesan las etapas muy lentamente las burbujas tienden a alargarse; de tal manera, que la superficie interfacial por unidad de volumen tiende a ser pequeña, por lo que gran parte del líquido en el plato no tiene ningún contacto con el vapor; por el contrario, cuando la velocidad del vapor es relativamente alta el vapor se dispersa en el líquido obteniendo grandes áreas interfaciales, dando como resultado un incremento en la eficiencia del plato. Si la velocidad del vapor es excesiva, éste arrastra gotas del líquido hacia el plato superior lo que repercute adversamente en la eficiencia del plato. La velocidad del vapor debe ser fijada en un valor óptimo para obtener valores apropiados de eficiencia.

Por otro lado, es conveniente considerar el efecto indeseable de altas caídas de presión ocasionadas por profundidades excesivas del líquido en el plato. En casos extremos, una caída de presión alta por plato puede provocar altas temperaturas en el fondo de la torre, lo que

conduce a dificultades en el calentamiento y posibles problemas de degradación de los componentes. En el presente estudio experimental de la destilación en la torre de platos, se analizarán los factores que determinan la eficiencia de plato; a partir de las dimensiones de la torre y el diseño del plato, así como de las condiciones de operación y características de la mezcla de componentes, se determinará la eficiencia mediante correlaciones generales y se comparará con la eficiencia determinada experimentalmente.

Objetivo

Comprender el funcionamiento de la torre de destilación de platos y que sea capaz de relacionar las variables de operación y diseño de la columna con las variables de separación. Que el alumno comprenda los conceptos de eficiencia, etapa real y número de platos reales.

Problema experimental

Determinar experimentalmente la eficiencia global y la eficiencia por plato de la torre de destilación de platos instalada en la nave 1000. Comparar los resultados con los valores obtenidos a partir de algún procedimiento estándar, tal como el del AICHE, y hacer un análisis de las diferencias con base en las condiciones de operación del equipo.

Material

- 16 tubos de ensaye
- Gradilla
- 2 probetas de 4 L

Equipo

- Torre de destilación de platos perforados instalada en el LEM Nave 1000
- Refractómetro de Abbe

Servicios

- Vapor
- Agua de enfriamiento
- Energía eléctrica

Descripción del equipo

El equipo de destilación es una torre de acero inoxidable 304 de 6 in de diámetro externo y 1/16 in de espesor, cuenta con 8 platos perforados. Los platos están contruidos de placa de acero inoxidable, con 14 orificios de 3/16 in, con un pitch de 0.48 pulgadas. La media luna de la bajante y la altura de la bajante para los platos es de 1 pulgada y 9.4 pulgadas, respectivamente.

Conocimientos y actividades previas

1. Defina los tipos de eficiencia que existen para una torre de platos.
2. ¿Qué es la eficiencia de Murphree? Muestre en un esquema del plato las corrientes involucradas en la definición de la eficiencia de Murphree.
3. En un diagrama de equilibrio xy muestre la eficiencia de Murphree basada en el vapor.
4. Efectúe una discusión de las variables que afectan el valor de la eficiencia del plato.
5. Investigar en la literatura el procedimiento del AIChE para determinar la eficiencia de plato. ¿Cómo afecta la tensión superficial a la eficiencia del plato?
6. Elaborar el diagrama de flujo de la torre de platos instalada en la nave 1000 identificando líneas y válvulas principales.
7. Elabore un plan de trabajo para resolver el problema experimental.

Indicaciones experimentales

- Con base en el procedimiento experimental propuesto, establezca con el asesor el número de corridas experimentales y las condiciones de cada una. Es conveniente, para los objetivos del estudio, que las corridas se lleven a cabo a reflujo total, aun cuando es posible efectuar corridas a diferentes relaciones de reflujo, con alimentación y salida de productos en flujo continuo.
- Verifique que no existan residuos en el tanque de fondos ni destilados antes de comenzar la experimentación y que el tanque de alimentación se encuentre al 50% de su nivel.
- Haga circular el agua de enfriamiento por el condensador (verifique la posición de las válvulas de acuerdo a la torre de enfriamiento que será utilizada ya sea la que se encuentra dentro de la nave 1000 o la que se encuentra afuera).

- Mantener cerrada la válvula inferior del tanque de alimentación cuando se cargue el tanque para evitar que la mezcla se vaya por el drenaje.
- Purgar la bomba de alimentación si es necesario.
- Purgar la línea de condensado del rehervidor.
- El rehervidor se deberá operar a 1 kg/cm^2 como máximo para evitar una sobrepresión en la columna.
- Es importante abrir por lo menos $\frac{1}{4}$ de vuelta la válvula de desfogue del condensador para evitar una sobrepresión en el mismo.
- No retornar el líquido condensado (reflujo) hasta que el tanque de domos tenga el nivel deseado (acordarlo con su asesor).
- Para obtener la eficiencia de los platos la torre deberá operarse en régimen permanente; esto sucede cuando se mantienen constantes los niveles de los tanques (de alimentación, torre, tanque de fondos y tanque de domos), los flujos (vapor, agua de enfriamiento, reflujo, etc.), las concentraciones (en los puntos de muestreo de los platos) y las temperaturas.
- Al finalizar la destilación asegurar la posición de las válvulas y devolver los productos al tanque de alimentación.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tabla de los datos obtenidos para cada plato.
- Diagrama de flujo de la torre de destilación de platos.
- Diagrama esquemático de los platos reales en una gráfica x-y.
- Discusión de los valores de eficiencia determinados.
- Comparar los resultados que se obtienen del cálculo de la eficiencia de Murphree con el procedimiento del AICHE para determinar la eficiencia de plato.

Bibliografía

- Coker, A.K., *Applied process design for chemical and petrochemical plants*. 4th. Ed. Volume 2. Distillation, Packed Towers, petroleum fractionation, gas processing and dehydration. Gulf Profesional Publishing. 4th edition. USA. (2010).
- Fouad, M. K. *Multistage separation processes*. 3a. Ed. CRC Press. Florida , 2004.
- Seader, J. L., *Separation process principles*. 3a. Ed. Wiley 2010
- Treybal R. E., *Mass transfer operations*, McGraw-Hill, 3a. Edición, New York, (1981).

Proyecto

La segunda parte del curso consiste en desarrollar un proyecto multidisciplinario enfocado preferentemente a las operaciones de separación. El proyecto consiste, en general, en plantear una solución a un problema dado. El problema puede ser de índole diversa, por ejemplo: satisfacer una necesidad, mejorar un proceso, determinar algún o algunos parámetros de un proceso, caracterizar un equipo o una operación, probar un método, reproducir cierto proceso tecnológico, conocer más a fondo alguna aplicación, obtener datos experimentales para un escalamiento, conocer las desviaciones de un modelo, validar un equipo experimental, etc. Hasta donde la imaginación alcance.

Es importante recordar que la forma de trabajo de un LEM es, finalmente, en la modalidad de proyectos; más aún, el origen y la razón de ser del LEM es el trabajo experimental por proyectos multidisciplinarios. Los desarrollos experimentales llevados a cabo en la primera parte del curso, y en cursos anteriores del LEM, tienen como objetivo esencial el preparar al estudiante para enfrentar con mejores herramientas el tipo de trabajo por proyectos. En esa parte previa al proyecto, se realizan una serie de trabajos experimentales en los que se le plantea al alumno un problema experimental y se le va guiando para poderlo resolver. Es decir, se establecen los conocimientos que debe investigar, se dan algunos elementos necesarios para operar con seguridad el equipo y se solicitan algunos puntos que debe reportar necesariamente, todo esto descrito en el manual del LEM. Sin embargo, el alumno tiene ciertos grados de libertad para definir: el número de corridas experimentales, las variables a medir, el material necesario, las condiciones de operación del equipo y en general proponer un procedimiento experimental. Esta forma de trabajo no debe confundirse con las prácticas tradicionales rígidas, en las cuales el papel del alumno es únicamente el de seguir instrucciones.

En esta segunda parte el alumno selecciona un tema, plantea un proyecto y después de ser revisado y aprobado por el profesor lo desarrolla. La metodología para desarrollar el proyecto se proporciona más adelante. Con fines ilustrativos se describen brevemente algunos temas apropiados para el LEM V y se dan algunas ideas sobre posibles proyectos, sin embargo, el alumno puede proponer libremente un proyecto. El proyecto es libre en el sentido de escoger libremente el tema, abordar un problema particular, establecer los objetivos y desa-

rollar el proyecto con la profundidad deseada y posible. Es decir, el alumno selecciona un tema y sobre él plantea un problema por resolver. Posteriormente lleva a cabo una investigación bibliográfica que le permita plantear un plan de trabajo. El alumno establece sus objetivos y con base en ellos fija el número y condiciones de los experimentos, determina además el material requerido y el procedimiento experimental. En el procedimiento se establece que variables debe medir y cuales debe controlar externamente.

La finalidad educativa del proyecto es generar situaciones propicias para que el alumno desarrolle sus habilidades creativas, ponga en práctica sus conocimientos en un problema general, desarrolle su ingenio y capacidad de decisión sobre aspectos técnicos del proyecto. Además, desarrollar la iniciativa y la capacidad de trabajo en grupo para la consecución de un fin. El proyecto es en general un trabajo más amplio que el de las pasadas prácticas, en el sentido que aborda un problema que contiene elementos de múltiples disciplinas. El proyecto aborda aspectos de transferencia de masa, aspectos económicos, análisis químico, transferencia de calor, fisicoquímica, etc.

Temas para proyectos

Los siguientes son algunos temas posibles para desarrollar el proyecto, sin embargo, el proyecto puede ser sobre cualquier otro tema multidisciplinario (por ejemplo: intercambio iónico, adsorción, separación por membranas, cristalización, entre otros) que involucre un trabajo experimental de interés en ingeniería química apropiado al nivel del curso de LEM V.

- Control automático de procesos
- Filtración
- Centrifugación
- Sedimentación
- Reducción de tamaños
- Extracción
- Destilación de multicomponentes

I. Control automático de procesos

¿Cómo mantener controladas las condiciones de una operación o proceso? ¿Qué hacer si una variable del proceso se modifica por perturbaciones del sistema? ¿Cuánto o bajo qué política se debe cerrar o abrir una válvula para obtener cierto valor de una variable? Estas y otras cuestiones son parte de lo que se conoce como control de procesos, es una de las partes esenciales de la Ingeniería química y otras ramas de la ingeniería, para mantener un sistema físico o químico funcionando equilibradamente. En realidad el concepto de control de proceso es más amplio y consiste en el mecanismo mediante el cual se regula alguna variable del sistema, lo cual se puede aplicar incluso a sistemas biológicos o sociales. Por ejemplo, el cuerpo humano tiene mecanismos para regular su temperatura.

En el caso de los procesos de la industria química, las variables básicas sujetas a control son: flujo, temperatura, presión y nivel. Por supuesto existen otras variables que deben ser controladas (por ejemplo: pH, viscosidad, concentración, conversión de una reacción, etc.) pero frecuentemente estas variables se pueden controlar controlando las variables básicas. El control de las plantas químicas antes del año 1940 era completamente manual. En este caso un operador vigilaba alguna (o algunas) variable(s) y tomaba la decisión de manipular una válvula con el fin de mantener la variable en el valor deseado. Esta forma de control estaba sujeta a errores humanos y a la apreciación de cada operador. La necesidad de obtener productos más homogéneos y una operación más segura de las plantas, cada vez más complejas, hizo que para 1960 se desarrollara rápidamente el control automático de procesos.

Controlar automáticamente una variable es un objetivo común en el diseño de cualquier dispositivo o aparato. Una manera simple de hacerlo es mediante un controlador del tipo encendido/apagado "on/off". Numerosos ejemplos cotidianos existen de este tipo: parrillas de calentamiento de laboratorio, el refrigerador doméstico, un calentador de agua, unidades de aire acondicionado, compresores recíprocos, etc. En estos casos cuando la variable llega al valor máximo el aparato se apaga y después de un tiempo al descender a su valor mínimo se vuelve a encender. Esta forma de operación tendrá periodos de 100 % de potencia seguidos por periodos de 0 % de potencia, lo que produce un comportamiento oscilatorio de la variable entre el valor máximo y el mínimo. Si se desea un comportamiento más homogéneo, se necesita un mecanismo que permita variaciones del elemento de

control intermedio entre 0 y 100 %, es decir, no simplemente de 'encendido apagado.

Un esquema básico de control automático se muestra en la figura 1. En este caso se controla la temperatura de salida de un intercambiador de calor mediante un bucle de retroalimentación *feedback* que funciona de forma similar al operador de un sistema de control manual.

Se toma la lectura de temperatura mediante el elemento primario o instrumento, se transmite una señal al controlador el cual compara la lectura contra el valor deseado de la variable *set point* y si existe cualquier diferencia envía una señal al elemento final de control, o válvula, para intentar corregir la desviación. Es importante hacer notar que el efecto, de abrir o cerrar la válvula de control, sobre la temperatura de salida no es inmediato. Este retraso entre una acción correctiva y su efecto en la magnitud de la variable a controlar puede conducir a inestabilidad del sistema de control.

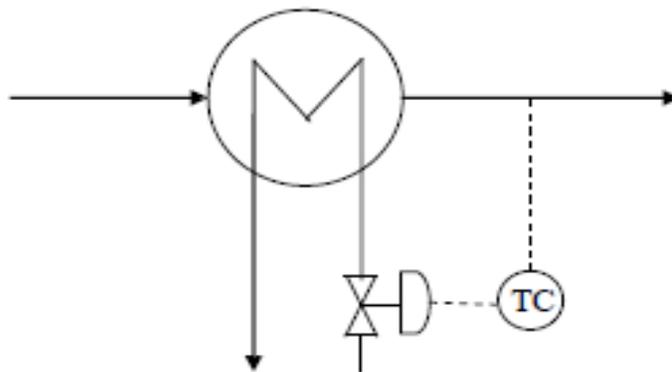


Figura 1. Control de temperatura por retroalimentación "feedback" en un intercambiador de calor

El dispositivo que compara la temperatura medida con la temperatura deseada y toma una acción correctiva sobre la válvula se conoce como controlador. La acción correctiva puede ser decidida sobre diferentes bases o procedimientos. En los sistemas clásicos de control la acción correctiva puede ser del tipo proporcional, integral o derivativo.

Los sistemas de control pueden ser más complejos que el mostrado en la figura 1. Estos sistemas pueden ser no solo del tipo alimentación hacia atrás *feedback* sino de alimentación hacia adelante *feed forward*; también pueden ser del tipo control multivariable, o estar organizados cooperativamente como en el caso de control en cascada.

Es importante que el Ingeniero químico comprenda con claridad los conceptos básicos del control automático. En esta dirección, la experimentación directa en equipos de control automático permite adquirir una mejor comprensión del funcionamiento y de los parámetros involucrados. En este tema planteado se pretende que los alumnos de Ingeniería química propongan un proyecto sobre aspectos básicos del control automático que les permita comprender el comportamiento dinámico de las variables y entender el funcionamiento de los sistemas de control. Para dar alguna idea sobre el tipo de proyectos que pueden sugerir, se mencionan a continuación algunas posibilidades.

- i. Obtener experimentalmente el comportamiento de una variable (P, T, F o L) para un sistema de control proporcional a diferentes valores de la constante de proporcionalidad.
- ii. Sintonizar experimentalmente un controlador PID.
- iii. Analizar experimentalmente un sistema de control en cascada.

II. Filtración

En esta operación, las partículas suspendidas en un fluido, ya sea un líquido o un gas, se separan mecánicamente, usando un medio poroso que retiene las partículas y permite el paso del filtrado sin sólidos. Las partículas suspendidas que son retenidas en el medio poroso dan lugar a lo que se conoce por torta de filtración. Al líquido que pasa a través del medio se le conoce por filtrado y al medio poroso se le conoce por medio de filtración

El medio filtrante debe separar los sólidos de la suspensión y producir un filtrado transparente. Además, los poros no deben obstruirse con facilidad para que la velocidad del proceso no sea demasiado lenta; también debe permitir la extracción de la torta sin dificultad ni pérdidas. Obviamente, debe tener una resistencia suficiente para no rasgarse y no ser afectado por los productos químicos presentes. Algunos medios filtrantes de uso muy común son las telas gruesas de loneta o sargas, tejidos pesados, fibra de vidrio, papel, fielt o de celulosa, lechos de partículas sólidas, telas metálicas, de lana, de nylon, de dacrón y otros tejidos sintéticos.

Cuando los sólidos a ser filtrados están finamente divididos y son muy compresibles y delgados, el medio de filtración tiende a obturarse rápidamente disminuyendo la velocidad del fluido y/o la ca-

lidad del filtrado. En tales circunstancias se requiere el empleo de ayudafiltros, materiales de prefiltración o materiales de precapa, que están compuestos de partículas sólidas no compresibles, inertes y grandes con formas diferentes. Ejemplos de sustancias frecuentemente empleadas para la ayuda de filtración son: tierras de diatomeas, diatomita o tierras diatomáceas (sílice de alta pureza); perlita o lava expandida (silicato alcalino de aluminio); fibras de celulosa o pulpa de madera molida, yeso y carbón.

Los aparatos de filtración constan básicamente de un soporte mecánico para el medio de filtración, conductos por los que el flujo entra y sale del medio de filtración y dispositivos para extraer la torta. En algunos casos puede ser necesario lavar la torta para quitarle restos de la disolución. La presión se puede proporcionar en la parte inicial del proceso, antes del filtro o bien se puede utilizar vacío después del filtro, o ambas a la vez, de forma que el fluido pase por el sistema.

Se han desarrollado un número enorme de equipos de filtración. El equipo industrial difiere del de laboratorio, únicamente en lo que respecta a la cantidad de material que se maneja y en la necesidad de operar a costos bajos.

Existen diversos métodos para clasificar los equipos de filtración y no es posible establecer un sistema simple que incluya todos los tipos. Los filtros pueden clasificarse de acuerdo con su ciclo de operación: por lotes, cuando se extrae la torta después de cierto tiempo, o de manera continua cuando la torta se va extrayendo a medida que se forma.

En otra clasificación, los filtros pueden ser de tipo de gravedad, - donde el líquido simplemente fluye debido a la presencia de una carga hidrostática- o bien, se puede usar presión o vacío para incrementar las velocidades de flujo. Un método de clasificación muy importante se basa en la colocación mecánica del medio filtrante. La tela filtrante puede estar en serie, en forma de placas encerradas, como hojas individuales sumergidas en la suspensión o sobre cilindros giratorios que penetran en la suspensión.

Los tipos más importantes son: filtros de lecho, filtros-prensa de placas y marcos, filtros de hojas, filtro rotatorio continuo, filtros centrífugos y filtros de aire. Las filtraciones comerciales cubren una amplia gama de aplicaciones.

Las partículas sólidas suspendidas pueden ser muy finas (en el intervalo de micrómetros) o bastante grandes, muy rígidas o plásticas, esféricas o de forma muy irregular. A veces el producto buscado es el líquido filtrado y otras la torta sólida. En algunos casos, se requiere una eliminación completa de las partículas sólidas y en otros basta con una eliminación parcial.

La filtración se utiliza en las industrias petroquímicas y de refino, para la recuperación de catalizadores de alto valor; y en los sistemas de tratamiento de agua potable destinada al suministro urbano.

El estudio de la filtración es fundamentalmente un estudio del flujo. Bajo la influencia de una fuerza, que es la diferencia de presión a través del filtro, el fluido pasa a través del medio de filtración, que ofrece una cierta resistencia a su paso. Se puede por ello escribir la ecuación:

$$\text{Velocidad de filtración} = \text{fuerza motriz/resistencia}$$

La ecuación fundamental de la filtración expresa la velocidad de filtración en función de cantidades que se pueden medir, encontrarse en tablas y en algunos casos estimar. Se puede utilizar para predecir la conducta de filtros industriales a partir de pruebas de laboratorio o planta piloto. Esta ecuación es la siguiente:

$$dV/d\theta = A\Delta P/\mu r [\omega (V/A) + L]$$

Donde $dV/d\theta$ es la velocidad de flujo volumétrico, A es el área del filtro, ΔP la caída de presión a través del filtro, r la resistencia específica de la torta filtrada, μ la viscosidad del fluido, ω el contenido en sólidos por unidad de volumen de líquido, V el volumen de fluido que ha pasado a través del filtro y L el espesor equivalente de la tela y de la capa preliminar de la torta. Esta ecuación se puede integrar para los casos de filtración a velocidad constante o filtración a presión constante.

Algunos de los proyectos que los alumnos pueden desarrollar son los siguientes:

- i. Diseño, construcción y prueba de un prototipo para estudiar la filtración intermitente.

- ii. Determinar, a nivel laboratorio, la necesidad de utilizar un ayudafilt o en precapa y dosificación en la filtración de una suspensión.
- iii. Diseño, construcción y prueba de un filtro de arena utilizado para la purificación de agua.
- iv. Diseño, construcción y prueba de un filtro prensa.

III. Centrifugación

La fuerza centrífuga es muy útil cuando se necesita aplicar una fuerza superior a la gravedad para lograr la separación de sólidos y fluidos de diferentes densidades, como en la sedimentación o para conseguir separaciones del tipo de las que se llevan a cabo con la filtración.

Los separadores centrífugos se basan en el principio común de que un objeto que gira con gran velocidad en torno de un punto central, a una distancia radial constante desde dicho punto, produce una fuerza que actúa sobre dicho objeto. El objeto que gira alrededor de un eje está cambiando de dirección constantemente, con lo cual se produce una aceleración aun cuando la velocidad rotacional es constante (aceleración centrípeta). Esta fuerza centrípeta actúa en dirección hacia el centro de rotación.

Si el objeto que se hace girar es un recipiente cilíndrico, el contenido de fluidos y sólidos desarrolla una fuerza igual y opuesta, llamada fuerza centrífuga (según la tercera ley de Newton *a toda acción corresponde una reacción igual y opuesta*), hacia las paredes del recipiente. Esta es la fuerza que causa la sedimentación o asentamiento de partículas a través de una capa de líquido, o la filtración de un líquido a través de un lecho o torta de filtración en el interior de una cámara de rotación.

El rotor o tazón de la centrífuga puede tener sus paredes laterales impermeables o perforadas. Las centrifugas con paredes impermeables se utilizan para la separación de suspensiones por sedimentación y las de paredes perforadas para la separación por filtración.

Esta operación mecánica es utilizada en el análisis de lodos en las plantas de tratamientos de aguas residuales. Además, la separación por centrifugación también se emplea para secar cristales, o bien, separar constituyentes sólidos o líquidos de emulsiones.

Alguno de los proyectos que el alumno puede desarrollar son los siguientes:

- i. Evaluar el efecto de la velocidad de rotación en la recuperación de proteínas y/o biopolímeros.
- ii. Determinar las condiciones de operación para la recuperación de cristales de azúcar mediante centrifugación.

IV. Sedimentación

Se entiende por sedimentación la remoción por efecto gravitacional de las partículas en suspensión presentes en una corriente de líquido; estas partículas deberán tener un peso específico mayor que el fluido.

La sedimentación es en esencia un fenómeno netamente físico. Cuando se produce sedimentación de una suspensión de partículas, el resultado final será siempre un fluido clarificado y una suspensión más concentrada. A menudo se utilizan para designar la sedimentación los términos de clarificación y espesamiento. Se habla de clarificación cuando se retiran partículas finas suspendidas y se obtiene un efluente claro, y de espesamiento cuando se obtiene una suspensión concentrada en sólidos.

En algunos procesos de sedimentación el objetivo es eliminar las partículas de la corriente del fluido para que éste quede libre de contaminantes. En otros casos se desea recuperar las partículas como productos.

Las partículas en suspensión sedimentan en diferente forma dependiendo de las características de las partículas, así como de su concentración. Es así que podemos referirnos a la sedimentación de partículas discretas, sedimentación de partículas floculentas y sedimentación de partículas por caída libre e interferida.

Entre otras aplicaciones de la sedimentación además de la eliminación de sólidos de aguas negras, se tiene la sedimentación de cristales de licor madre y la separación de mezclas sólido-líquido provenientes de la etapa de extracción con disolvente.

Algunos de los proyectos que los alumnos pueden desarrollar vinculados con la operación mecánica de sedimentación son los siguientes:

- i. Diseño de un sedimentador a partir de las velocidades de sedimentación determinadas a nivel laboratorio.
- ii. Diseño, construcción y prueba de un sedimentador a nivel laboratorio.
- iii. Estudio comparativo de las velocidades de sedimentación utilizando diferentes coagulantes.

V. Reducción de tamaño

Por definición esta operación consiste en la producción de unidades de menor masa a partir de trozos mayores; para ello hay que provocar la fractura o quebrantamiento de los mismos mediante la aplicación de diferentes fuerzas como la de compresión, impacto, abrasión y corte. El uso de estas fuerzas depende en última instancia de las propiedades de la sustancia; así por ejemplo tenemos que las sólidas y frágiles se dividen generalmente por compresión, impacto o también mediante corte.

El objeto de la reducción de tamaño no es sólo la desintegración por si misma, sino que también persigue el propósito de obtener una granulometría o distribución de tamaños determinada, por lo que es necesario, además de seleccionar adecuadamente el tipo de fuerza o equipo a usar, combinar frecuentemente la reducción de tamaño con el cribado.

En algunos procesos industriales suele ser una necesidad frecuente la reducción de tamaño de sólidos por las siguientes razones: a) facilitar la extracción de un constituyente deseado contenido en una estructura compuesta; b) lograr un tamaño definido para cumplir una necesidad específica del producto; c) aumentar la superficie del sólido para incrementar la velocidad en diversos procesos (secado, extracción de un soluto, horneado, escaldado, etc.) y d) facilitar el mezclado.

Las operaciones de molienda son muy comunes en las industrias de minerales y del cemento. Entre los ejemplos están los minerales de cobre, níquel, cobalto y hierro, que se muelen antes de procesarlos por vía química. La piedra caliza, el mármol, el yeso y la dolomita, se

muelen para usarse como cargas en el papel, las pinturas y el caucho. Las materias primas del cemento, tales como cal, alúmina y sílice, se muelen antes de procesarlas.

En la industria del procesamiento de alimentos, gran número de productos se somete a una reducción de tamaño. Se usan molinos de rodillos para moler trigo y cebada para obtener harinas. Las semillas de soya se trituran, se comprimen y se muelen para producir aceite y harina. También se utilizan molinos de martillos para procesar harina de papa, tapioca y otros farináceos. El azúcar también se muele durante su procesamiento industrial.

Una clasificación práctica de los equipos para la reducción de tamaño consiste en dividirlos en trituradores, molinos, molinos finos y máquinas de corte. Los trituradores realizan el trabajo pesado de romper las piezas grandes de materiales sólidos en pequeños pedazos.

Los molinos reducen el producto del triturado hasta formar un polvo. Un molino ultrafino acepta como alimentación partículas no mayores de 6mm y el tamaño del producto generado es típicamente de 1 a 50 μm . Las cortadoras producen partículas de tamaño y forma definidos

Los trituradores pueden ser quebrantadoras o machacadoras, donde la trituración se realiza por compresión, mientras que en los pulverizadores es una acción combinada entre la fuerza de cizalla e impacto con las fuerzas de compresión.

Entre los molinos tenemos: molino de barras, molinos de placa, molino de rodillos, molino de martillos, molino de bolas, molino de anillo, molino de discos, molinos coloidales y molinos hidráulicos o de chorro.

La distinción entre trituración y molienda es importante, dado que son dos términos que se confunden y se usan indistintamente; la diferencia entre estos dos conceptos reside en el tamaño de la alimentación que ingresa al equipo. Se habla de trituración, reducción de tamaño, cuando se parte de una alimentación cuya dimensión característica excede de 5 cm, llegando a casos extremos con valores de 120 a 150 cm. Por otro lado, en la molienda se alimentan materiales con dimensiones menores y se denominará molienda media, fina o ultrafina de acuerdo a la medida de cómo decrecen dichos valores. Es necesario aclarar que existen divergencias amplias entre diferentes autores para el uso de los términos molienda y trituración.

Para poder decir si se trata de un triturador o de un pulverizador, se utiliza la relación entre el tamaño medio de la carga y el tamaño medio del producto, esta relación se conoce por la relación de reducción. Este grado de reducción se denomina con i , y se define como:

$$i = D_{pe} / D_{pf}$$

Donde:

D_{pe} = es el tamaño medio de los pedazos o partículas que entran al proceso.

D_{pf} = es el tamaño medio de los pedazos o partículas producto de la reducción de tamaño.

Este grado de reducción puede ser, en condiciones industriales, muy alto. Ningún equipo industrial de reducción de tamaño puede garantizar grados de reducción a polvos, por lo que es normal que se necesiten varias etapas y varios equipos para lograr la reducción deseada.

En la reducción de tamaño de los sólidos, las partículas de la alimentación se distorsionan y desarrollan tensiones por acción de la maquinaria de reducción. Este trabajo para crear esfuerzos en las partículas se almacena temporalmente en el sólido como energía de tensión. A medida que se aplica más fuerza a las partículas, la energía de tensión excede un nivel y el material se fractura en trozos más pequeños, formando nuevas áreas superficiales

Cada nueva unidad de área o superficie requiere determinada cantidad de energía. Parte de la energía añadida se utiliza en la creación de estas nuevas superficies pero gran porción aparece en forma de calor. La energía requerida para la fractura es una función muy complicada del tipo de material, del tamaño de su dureza y de otros factores.

La magnitud de la fuerza mecánica aplicada, su duración, el tipo de fuerza tal como compresión, corte e impacto; y otros factores, afectan a la eficiencia y duración del proceso de reducción de tamaño. Los factores importantes del proceso de reducción de tamaño son la cantidad de energía o potencia consumida, los tamaños de las partículas y las superficies nuevas formadas.

Algunos de los proyectos que los alumnos pueden desarrollar son los siguientes:

- i. Determinar la potencia necesaria para llevar a cabo la reducción de tamaño de diversos materiales sólidos, comparando las eficiencias obtenidas en cada caso.

- ii. Determinar el rendimiento en la reducción de tamaño de un material sólido utilizando un molino de bolas y uno de martillos.
- iii. Determinar las condiciones de reducción de tamaño de arcilla o carbón.

VI. Extracción sólido-líquido

La extracción sólido-líquido consiste en poner en contacto un sólido con un disolvente adecuado. En el sólido se pueden encontrar diferentes componentes, los cuales pueden ser miscibles en determinados disolventes y así poder ser separados del resto del material insoluble. El proceso de extracción se puede aplicar a diferentes productos naturales como son: plantas, granos, fracciones del petróleo, minerales, etcétera, con el fin de obtener diversos componentes valiosos.

La extracción sólido-líquido es una operación unitaria en la que se alimenta un sólido que contiene una sustancia que se desea extraer con el disolvente. El producto rico en disolvente que contiene parte de la sustancia a extraer se llama extracto. El equipo utilizado para esta operación consiste básicamente de dos partes: una para poner en íntimo contacto el sólido con el disolvente y otra para separar mecánicamente el extracto del sólido insoluble. Ambas pueden llevarse a cabo en un mismo equipo, como en el caso de tanques de percolación, o separadamente como en el caso del mezclador sedimentador.

La extracción sólido-líquido tiene una gran aplicación en la industria petrolera, metalúrgica, cosmética, alimenticia, farmacéutica, entre otras, en donde son extraídas esencias naturales (de plantas, granos, etcétera), compuestos químicos orgánicos, hidrocarburos aromáticos y parafínicos (del petróleo), compuestos de metales (de minerales), entre otros.

La aplicación de la extracción se clasifica en dos categorías:

- A. Aquellas aplicaciones de la extracción que está en competencia directa con otros métodos de separación. Un ejemplo son los ácidos grasos de cadena larga que pueden separarse de los aceites vegetales mediante destilación al alto vacío, pero se separan de forma más económica por extracción con propano líquido.

B. Aquellas aplicaciones en que es el único método adecuado. Un ejemplo claro de ello es la extracción de uno de tantos productos farmacéuticos como es la penicilina, que se produce de una mezcla tan compleja que sólo la extracción es un método adecuado de separación.

Algunos proyectos que los alumnos pueden desarrollar sobre esta operación de extracción pueden ser:

- i. Cantidad de soluto obtenido por extracción sólido-líquido con respecto a la cantidad total de la alimentación (esencias de productos naturales).
- ii. Extracción de etanol en una bebida comercial ó fermentación de alguna fruta, y su cuantificación.
- iii. Estudio en la selección de un disolvente adecuado para la extracción de algún compuesto, y su cuantificación.

VII. Destilación de multicomponentes

La separación de mezclas de varios componentes mediante destilación es una operación frecuentemente encontrada en los procesos de la industria química. La refinación del petróleo es un ejemplo típico y de gran importancia económica de la aplicación de este tipo de separaciones. En esencia la destilación de multicomponentes es igual a la destilación binaria, en el sentido de que ambas se basan en la distribución de equilibrio de los componentes entre las fases líquido y vapor. Sin embargo, el perfil de concentración de los componentes a lo largo de la columna de destilación es muy diferente en cada caso. En la destilación binaria, la concentración del componente ligero simplemente aumenta al ascender en la torre mientras que la concentración del componente pesado disminuye al desplazarse en la misma dirección. No sucede lo mismo en el caso de la destilación de multicomponentes, donde la concentración de un componente puede aumentar y después disminuir al ascender en la torre o bien puede permanecer básicamente constante a lo largo de cierta región de la torre.

Por otro lado, desde el punto de vista de procesos, la destilación binaria en columnas de destilación convencional separa la mezcla original en dos productos, cada uno conteniendo básicamente a uno de los componentes. El componente más volátil se obtiene esencialmente en el destilado y el más pesado en los fondos.

Mientras que en el caso de la destilación de multicomponentes es posible separar los componentes de diferentes maneras. Se puede obtener un producto destilado que contenga esencialmente al componente más ligero o que contenga a 2 de los componentes más ligeros o a 3, etc. Por ejemplo, para una mezcla de cuatro componentes A, B, C y D, en orden decreciente de volatilidad, es posible separar esencialmente al componente A del resto de los componentes o separar A y B de C y D o separar A, B y C del componente D. La cuestión es: ¿cómo se logra ajustar el corte de los componentes, o bajo qué condiciones de reflujo, flujo de destilado y plato de alimentación se logra la separación deseada?

Algunos proyectos que se pueden plantear en este tema son:

- i. Determinación experimental de los perfiles de temperatura y composición de los componentes a lo largo de la columna.
- ii. Comparación de los productos obtenidos experimentalmente con los calculados mediante un método riguroso a diferentes condiciones.
- iii. Destilación de una mezcla ternaria de alcoholes para obtener cierto producto en particular.

Metodología para el proyecto de investigación

La investigación es la herramienta para conocer lo que nos rodea y su carácter es universal. Tradicionalmente se presentan tres tipos de investigación:

- Investigación Histórica: describe lo que era.
- Investigación descriptiva: interpreta lo que es.
- Investigación experimental: describe lo que será, se presenta mediante la manipulación de una variable experimental no comprobada, en condiciones rigurosamente controladas, con el fin de describir de qué modo o por qué causa se produce una situación o acontecimiento particular.

La investigación científica es un proceso compuesto por una serie de etapas o procesos específicos, los cuales se derivan unos de otros. Para llevarla a cabo hay que realizar numerosas actividades, unas en forma secuencial, otras en forma simultánea y tomar varias decisiones en diferentes etapas o procesos específicos de la investigación. Se debe planear todo el proceso de la investigación, o sea elaborar un proyecto que indique claramente las etapas por realizar, definir qué es lo que se pretende hacer, qué tipo de datos se recopilarán y cómo, qué metodología se utilizará para analizar los datos, etc. Además, se debe aclarar el tiempo necesario para cada etapa.

A continuación se describen brevemente las etapas más importantes para la planificación de un proyecto de investigación en el LEM.

1. Elección del tema

Es el primer paso en la realización de una investigación. Consiste en determinar con claridad y precisión el área o campo de trabajo de un problema investigable. Para la elección de un tema se recomienda revisar los tópicos propuestos en el LEM y con la asesoría del profesor estructurar más formalmente la idea de investigación.

Además, dado que en el curso se trabaja con tiempos limitados para realizar la investigación, se requiere diseñar un cronograma que permita tener una idea del tiempo que comprenderá cada una de las etapas, con el fin de fijar la fecha aproximada en que se concluirá el estudio.

2. Planteamiento del problema

Consiste en afinar y estructurar más formalmente la idea de investigación. Los elementos para plantear un problema son tres y están relacionados entre sí: los objetivos que persigue la investigación, las preguntas de investigación y la justificación del estudio.

Los objetivos de investigación son los puntos o señalamientos que guían el desarrollo de una investigación y a cuyo logro se dirigen todos los esfuerzos. Deben expresarse con claridad para evitar posibles desviaciones y deben ser susceptibles de alcanzarse.

Los objetivos que se especifiquen han de ser congruentes entre sí, con la justificación del estudio y con los elementos que conforman la problemática que se investiga. En la justificación tiene que exponerse en forma clara y precisa por qué y para qué se va a llevar a cabo el estudio.

3. Fundamentos teóricos

Simultáneamente al planteamiento del problema y a la formulación de los objetivos se inicia la fundamentación teórica y empírica del estudio. Esto implica analizar y exponer aquellos elementos teóricos generales y particulares que se consideren válidos para guiar el proceso de investigación. La elaboración de los fundamentos teóricos comprende la revisión de la literatura correspondiente.

La revisión de la literatura consiste en detectar, obtener y consultar la bibliografía y otros materiales que pueden ser útiles para los propósitos del estudio, de donde se debe extraer y recopilar la información relevante y necesaria que atañe al problema de investigación.

Dado que en el curso de LEM, el tiempo destinado para el planteamiento del proyecto de investigación es relativamente corto, es recomendable que se realice una revisión de la literatura selectiva con la ayuda del profesor.

4. Formulación de hipótesis

Una hipótesis científica es aquella formulación que se apoya en un sistema de conocimientos organizados y sistematizados (fundamentos teóricos y empíricos), en la que se establece una relación entre dos o más variables para explicar y predecir, en la medida de lo posible, los fenómenos que le interesan en caso de que se compruebe la relación establecida. En una investigación podemos tener una, dos o varias hipótesis, y a veces, no se tienen hipótesis. Las hipótesis indican lo que estamos buscando o tratando de probar y pueden definirse como explicaciones tentativas del fenómeno investigado formuladas a manera de proposiciones.

La hipótesis surgen normalmente del planteamiento del problema y la revisión de la literatura, y algunas veces de teorías. Deben referirse a una situación real. Las variables contenidas deben ser precisas, concretas y poder observarse en la realidad; la relación entre las variables debe ser clara, verosímil y medible. Asimismo, las hipótesis deben estar vinculadas con técnicas disponibles para probarse.

5. Selección del diseño de investigación apropiado

El *diseño* es una estrategia para responder a las preguntas de investigación. El diseño señala al investigador lo que debe hacer para alcanzar sus objetivos de estudio, contestar las interrogantes y analizar la certeza de las hipótesis formuladas en un contexto en particular. Debe considerarse como la organización racional y congruente de las actividades correspondientes al alcance de los objetivos.

El diseño de la investigación se usa como una guía para recopilar y analizar los datos. Se lleva a cabo mediante uno o más experimentos, en donde se puede manipular deliberadamente al menos una variable independiente.

En el curso de LEM, el alumno deberá plantear el o los experimento(s) necesarios para la resolución de su problema de investigación, así como determinar las variables dependientes e independientes que intervienen en el(los) mismo(s).

6. Recolección de datos

Una vez que se tiene el diseño experimental de acuerdo con el problema de estudio y la hipótesis, se tienen que realizar los experimentos planteados para recolectar los datos pertinentes sobre las variables involucradas en la investigación.

7. Análisis de los datos

Es la manipulación de los datos recopilados para lograr ciertas afirmaciones y/o la comprobación de las hipótesis de trabajo. En esta etapa de ser necesario, se requiere realizar un análisis estadístico de los datos.

El análisis depende de tres factores: a) el nivel de medición de las variables, b) la manera como se hayan formulado las hipótesis y c) el interés del investigador.

El análisis de los resultados debe llevar a la elaboración de conclusiones respecto al proyecto de investigación, con posibles recomendaciones.

8. Elaboración del reporte de investigación

La investigación termina con la comunicación de los resultados. El reporte de investigación es un documento donde se describe el estudio realizado (qué investigación se llevo a cabo, cómo se realizó, qué resultados y conclusiones se obtuvieron).

Los elementos más comunes de un reporte de investigación son: portada, índice, resumen, introducción, fundamentos teóricos, métodos, resultados, conclusiones, bibliografía y apéndices.

Si se desea consultar más información sobre el tema se sugieren las siguientes referencias:

1. Hernández S. R., Fernández C. C. y Baptista L. P. , *Metodología de la investigación*, Editorial McGraw-Hill, Segunda edición, México, (1998).
2. Méndez I., *Monografía: estadística y método científico*, Instituto de Investigaciones en Matemáticas Aplicadas y en Sistemas, UNAM. México, (1991).
3. Namakforoosh N. M., *Metodología de la investigación*, Editorial Limusa, México, (1998).
4. Pardinás F., *Metodología y técnicas de investigación en ciencias sociales (introducción elemental)*, Editorial Siglo XXI, México,(1969).
5. Rojas S. R., *Guía para realizar investigaciones sociales*, Editorial Plaza y Vlahos, Vigésima primera edición, México, (1998).
6. Tamayo y Tamayo M., *El proceso de la investigación científica*, Editorial Limusa, Cuarta edición, México, (2001).

LEM VI



Presentación

El curso del Laboratorio Experimental Multidisciplinario VI es el último curso experimental de la carrera de Ingeniería química. En él se hace el estudio de los reactores, que son los equipos en los cuales se llevan a cabo diversos tipos de reacciones químicas necesarias para la transformación de la materia prima en productos más complejos.

El estudio, diseño y construcción de los reactores, es una parte medular de la Ingeniería química; por lo que se considera al estudio de reactores como la actividad que, por sí misma, hace que la Ingeniería química constituya una rama distinta al resto de las ingenierías.

Existe una amplia gama de tipos de reactores químicos, y cada uno responde a las necesidades de una situación en particular; así podemos encontrar desde un sencillo tanque agitado, pasando por un reactor de flujo continuo o uno de flujo pistón, hasta los reactores nucleares que llevan a cabo reacciones que liberan grandes cantidades de energía; y recientemente con el empleo de reactores electroquímicos para purificación de aguas residuales que disminuyen el costo en la recuperación de contaminantes, entre otros usos.

El LEM VI es la asignatura donde el alumno integrará todos los conocimientos obtenidos a lo largo de los LEM's anteriores.

Este curso se divide en dos etapas. En la primera se revisan de una forma estructurada los temas de cinética y reactores. La forma de trabajo se hace a la manera usual del LEM, mediante el uso del manual del laboratorio que permite al alumno resolver diversos tipos de problemas de una forma secuencial y ordenada. En la segunda parte del curso el alumno realiza un proyecto; con la finalidad de crear situaciones propicias para que desarrolle su iniciativa e ingenio en temas de su interés personal y profesional.

Objetivo general

Aplicar los principios teóricos de los reactores químicos homogéneos y heterogéneos en los equipos del Laboratorio Experimental Multidisciplinario destinados para ello.

Contenido del curso

- Equilibrio químico
- Cinética de reactores
- Reactor por lotes
- Reactor continuo CSTR (reactor continuo de mezcla completa)
- Reactor de tipo pistón PFR (reactor continuo de flujo pistón)
- Distribución de tiempos de residencia
- Proyectos

Equilibrio químico

Introducción

Para el diseño de un reactor tenemos que disponer de información, conocimientos y experiencias en diferentes campos de la Ingeniería Química como: termodinámica, cinética química, mecánica de fluidos, transferencia de calor, transferencia de masa, economía, etc.

Los principios básicos que intervienen en la elección de las condiciones necesarias para llevar a cabo una reacción son el equilibrio químico y cinética química.

Para el Ingeniero químico es de suma importancia estudiar estos principios; ya que el enfrentarse con el desarrollo y operación de un proceso le ayudará para:

- Verificar que se lleve a cabo la transformación de materia prima.
- Cuantificar el volumen obtenido de producto.
- Determinar el porcentaje de error en el proceso.
- Controlar la calidad del proceso.
- Visualizar puntos donde se pueda disminuir costos.
- Verificar que no existan fugas de materia prima y pérdida.
- Prevenir accidentes (ej. explosiones).
- Controlar rutinariamente la producción.
- Mejorar y actualizar continuamente el proceso, para obtener un rendimiento mayor.

Los factores a considerar en el diseño de un reactor son los siguientes:

- Tipo. Queda determinado en función del proceso.
- Rapidez de reacción. Lo determina la reacción misma.
- Capacidad. Incluye el volumen y los flujos de reactivos y productos.
- Condiciones de operación. Incluyen las propiedades mensurables (están dadas por la termodinámica y los fenómenos de transferencia).
- Diseño Mecánico. En base a lo anterior se afinan detalles de operación mecánica.

En procesos por lotes la temperatura y la presión definen indirectamente el tiempo en que se obtienen los productos, ya que ambas variables actúan directamente sobre la velocidad de reacción.

En base a la termodinámica de la reacción se determinan las condiciones de la misma. Por tanto, influyen la cinética y los principios de la termodinámica, además de resolverse los balances de materia y energía y proceder al diseño del reactor.

El factor de economía es uno de los más importantes en la industria, ya que de la rapidez de las reacciones involucradas en la obtención de un producto, de alta calidad, depende el ahorro de energía y otros recursos disponibles que hacen rentable la elaboración de un producto de alta calidad. Dicho factor está relacionado con la cinética de las reacciones. La cinética, por lo tanto, estudia la rapidez y el mecanismo mediante el cual ocurre una reacción química. El objetivo de un estudio cinético, es obtener una expresión para la velocidad de reacción a medida que avanza la misma por medio de una propiedad fácilmente medible de la mezcla reaccionante, por ejemplo; la concentración de algún reactivo o producto, índice de refracción, absorbancia, presión, conductividad, etc. Estas mediciones se hacen en el laboratorio en pequeña escala de manera que se puedan lograr condiciones específicas siendo la mayoría de las veces a volumen constante.

En el experimento que llevaremos a cabo, el progreso de la reacción es seguido por las mediciones del cambio en la conductividad de la solución, cambiando ésta con el tiempo mientras que la reacción se lleve a cabo.

Objetivos

Establecer y realizar el estudio de la reacción en condiciones controladas de volumen y temperatura a fin de determinar los parámetros de la ecuación cinética correspondiente.

Problema experimental

Determinar experimentalmente la distribución de reactivos y productos para la reacción de saponificación de acetato de etilo y de butilo, corroborando la dependencia de la misma con la temperatura y las composiciones al equilibrio, así como los parámetros cinéticos (orden de reacción, constante de velocidad, energía de activación y factor de frecuencia).

Material y equipo

- 3 matraces aforados de 1 L
- 1 soporte universal con pinzas
- Parrilla de agitación con calentamiento
- 2 termómetros de bulbo de mercurio de -10 a 110° C
- 2 vasos de precipitado de 250 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 cronómetro
- 1 conductímetro
- 1 pipeta de 5 mL
- 1 pipeta de 10 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 5 vasos de precipitados de 50 mL
- Garrafón de policarbonato para residuos

Reactivos

- Acetato de etilo 0.1 N
- Hidróxido de sodio 0.1 N
- Ácido clorhídrico 0.1 N
- Cloruro de potasio 0.01 N
- Fenolftaleína
- Acetato de butilo 0.1 N

Conocimientos y actividades previas

1. Explique a qué se refiere el término equilibrio químico.
2. ¿De qué variables depende la constante de equilibrio y qué relación tiene ésta con la distribución de reactivos y productos?
3. En términos de la constante de equilibrio, ¿cuándo se considera que la reacción es irreversible?
4. Deduzca la ecuación de Van't Hoff para dos constantes de equilibrio de una reacción a dos temperaturas diferentes.
5. Explique cómo es la curva de conversión contra temperatura al equilibrio de una reacción y realice una estimación del comportamiento de la curva de equilibrio de la reacción que llevará a cabo en la experimentación.
6. Explique brevemente cómo llevará a cabo la determinación experimental de la constante de equilibrio.
7. ¿A qué se le llama velocidad de reacción?

8. Explique cuáles son los métodos más empleados para el análisis de datos cinéticos y establezca en qué casos es posible aplicar cada uno de ellos y qué parámetros se obtienen de los mismos.
9. Establezca las variables a medir durante la experimentación y describa el procedimiento correspondiente.
10. De acuerdo con la ficha de seguridad de los reactivos, menciona las medidas de seguridad específicas durante la preparación de soluciones y desarrollo de la reacción.
11. Explique ¿cuál es el manejo, tratamiento y/o disposición de los residuos generados en la reacción?
12. De acuerdo con el grado de peligrosidad y toxicidad de cada uno de los reactivos a emplear elabore el diagrama del montaje experimental.

Indicaciones experimentales

- Preparar las soluciones que va a emplear durante la experimentación.
- Efectuar la reacción a dos temperaturas, una debe ser la temperatura ambiente y la otra se recomienda una temperatura inferior a la temperatura de ebullición de la mezcla.
- La concentración del acetato de etilo y del hidróxido de sodio al inicio de la reacción debe ser la misma.
- Tomar alícuotas a diferentes tiempos de la reacción, colocándolas en baño de hielo para detener la reacción.
- Al final de cada experimento, a cada temperatura seleccionada, dejar pasar un tiempo considerable a fin de obtener los datos a tiempo infinito y titular las últimas tres muestras.
- Al terminar, vaciar los residuos de las soluciones empleadas en los recipientes destinados para tal fin (deben encontrarse debidamente rotulados y etiquetados).

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tabla de datos obtenidos durante la experimentación.
- Cálculo de la constante aparente de equilibrio para cada temperatura a partir de las concentraciones correspondientes.
- Ajuste de las constantes aparentes contra la temperatura de acuerdo al comportamiento esperado.
- Determinación del orden y la constante de velocidad correspondientes para cada temperatura, la energía de activación y el factor de frecuencia para la reacción del problema experimental.

- Resultados de la utilización de los métodos integral y diferencia de datos.
- Comparación de los datos obtenidos con información reportada en la literatura.
- Discusión acerca de los resultados obtenidos en ambas fases de la experimentación

Bibliografía

- Fogler H. S. *Essentials of chemical reaction engineering*. Prentice Hall. USA. 2010.
- Marin, G., Yablonsky, G. S., *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity*. Wiley VCH. Weinheim, Germany. 2011.
- Metiu, H. *Physical chemistry. Kinetics*. Taylor and Francis. USA. 2006.
- Gupta, M. *Statistical Mechanics and Reaction Kinetics*. Campus Books. USA 2000.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las Reacciones Químicas*, 3a ed. Limusa. México. 2010.
- Houston, P. L. *Chemical Kinetics and Reaction Dynamics*. Dover Publications. USA. 2006.
- Belfiore L.A., *Transport Phenomena for Chemical Reactor Design*, John Wiley & Sons, USA. 2003.
- Nauman, E. B. *Chemical Reactor Design, Optimization, and Scaleup*, 2nd ed. Wiley-AIChE. USA. 2008.
- Smith. J., *Ingeniería de la Cinética Química*, Editorial CECSA, Madrid, 1986.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las Reacciones Químicas*, Editorial Limusa Willey, Inglaterra, 1996.
- Moore, W. J *Fisicoquímica Básica*, Editorial Prentice- Hall Hispanoamericana, México, 1986.

Reactor por lotes

Introducción

La clasificación más sencilla de los reactores es aquella que tiene en cuenta el posible intercambio de materia entre el sistema y el exterior. Se distinguen así tres tipos de reactores:

- A. Discontinuo o por lotes
- B. Continuo
- C. Semi continuo

En el reactor por lotes o discontinuo no existe intercambio de materia con el exterior, se introducen los reactivos de una vez y cuando la reacción se ha llevado a cabo completamente se saca el producto. En este tipo de reactores, la variable de operación más importante a considerar es la conversión; para determinar el tiempo de residencia en el equipo y/o el volumen del mismo.

Para ello contamos con balances y ecuaciones definidas para cada tipo de reactor; como lo son: la ecuación de velocidad de reacción, el balance de materia y la de diseño del mismo.

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

R_A = velocidad de reacción (mol/volumen tiempo)

C_A = concentración (mol/volumen)

t = tiempo

n = constante de orden de reacción

k = constante cinética de velocidad de reacción

El balance de materia para el reactivo A puede ser escrito como:

$$\frac{dN_A}{dt} = N_{Ao} - N_A + VR_A$$

N_A = moles de reactivo limitante

N_{Ao} = moles iniciales de reactivo limitante

N_{At} = moles de reactivo limitante al tiempo t

V = volumen del reactor

Considerando un sistema de operación intermitente, la ecuación de diseño del reactor es:

$$(dV)R_A = N_{Ao}dX_A$$

$$X_A = \frac{N_{Ao} - N_{At}}{N_{Ao}}$$

Donde:

X_A = fracción de conversión en función del reactivo limitante

Separando variables, integrando y considerando V/FAo constante, la ecuación final es

$$\int \frac{V}{F_{Ao}} = \int_{X_{Ao}}^{X_{AS}} \frac{dX_A}{R_A}$$

Donde:

FAo = flujo molar inicial de reactivo limitante

La aplicación de la ecuación implica tener conocidos el volumen de la unidad o cantidad de moles iniciales y la ecuación cinética correspondiente en función de la concentración o conversión del reactivo A.

Los reactores de este tipo se utilizan en la producción de pequeñas cantidades, donde presentan las ventajas de una gran flexibilidad de operación y un bajo costo de instalación.

Por lo general estos reactores van provistos de un agitador que mejore la transferencia de calor, que en los sistemas de contacto gas-liquido puede crear extensas superficies de intercambio entre fases.

Objetivo

Definir las variables involucradas en la operación del Reactor por lotes, así como establecer las condiciones óptimas de operación del reactor para un tiempo establecido.

Problema experimental

Determinar el cambio de la concentración de uno de los componentes en función del tiempo durante la saponificación del acetato de etilo utilizando como propiedades la conductividad del efluente del reactor.

Material y equipo

- 1 matraz aforado de 1 L
- 1 matraz aforado de 500 mL
- 5 matraces Erlenmeyer de 50 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 1 soporte universal con pinzas
- 1 cronómetro
- 1 parrilla con agitación
- 1 vaso de precipitado de 1 L
- 1 termómetro de bulbo de mercurio de -10 a 110°C
- Reactor encaquetado instalado en el LEM
- Conductímetro.

Reactivos

- Hidróxido de sodio 0.1 N
- Acetato de etilo 0.1 N

Servicios

- Agua fría
- Vapor

Conocimientos y actividades previas

1. Explique la diferencia entre un reactor por lotes y uno continuo.
2. Mencione por lo menos 3 ejemplos de sistemas de reacción donde se puede utilizar el reactor por lotes.

3. Establezca la ecuación de diseño del reactor por lotes para calcular el tiempo necesario a fin de obtener una conversión X partiendo de un tiempo inicial = 0.
4. Resuelva la ecuación del reactor para la reacción de saponificación del acetato de etilo.
5. Calcule teóricamente el tiempo de operación con la ecuación de diseño del reactor deducida en el punto anterior considerando concentraciones similares a las utilizadas de la práctica de cinética química.
6. Explique cómo se puede obtener el tiempo de operación a través de datos cinéticos de velocidad y conversión, y representar el comportamiento esperado para esta reacción.
7. Realizar el diagrama del reactor a utilizar en la experimentación.
8. Elaborar una tabla de variables a medir durante la experimentación en el sistema en vidrio y en el equipo instalado en el LEM.

Indicaciones experimentales

- Seleccionar adecuadamente las cantidades necesarias de reactivos y fijar la temperatura a la cual se lleva a cabo la reacción de acuerdo con el conocimiento adquirido sobre la reacción de saponificación, a fin de reducir significativamente el tiempo de reacción necesario para alcanzar la conversión planeada.
- Para la operación del reactor seleccionar el servicio que va a utilizar (vapor o agua fría).
- Si el servicio a utilizar es vapor evitar que la presión no supere 1 kgf/cm².
- Introducir los reactivos al reactor por separado.
- Una vez realizada la mezcla a tiempo inicial cero tomar las muestras a diferentes tiempos; cuidar de poner en hielo las muestras para detener la reacción.
- Al terminar de vaciar, lavar el equipo perfectamente.
- Revisar que todas las válvulas de los servicios estén cerrados.
- Colocar los residuos en el lugar adecuado, etiquetándolos correctamente.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tabla de datos experimentales
- La conversión teóricamente obtenida y comparada con la experimental para el mismo tiempo de operación fijado en la práctica.
- Con los datos experimentales graficar el comportamiento obtenido y explicarlo.

Bibliografía

- Fogler H. S. *Essentials of chemical reaction engineering*. Prentice Hall. USA. 2010.
- Marin, G., Yablonsky, G. S., *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity*. Wiley VCH. Weinheim, Germany. 2011.
- Metiu, H. *Physical chemistry. Kinetics*. Taylor and Francis. USA. 2006.
- Gupta, M. *Statistical mechanics and reaction kinetics*. Campus Books. USA 2000.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, 3a ed. Limusa. México. 2010.
- Houston, P. L. *Chemical kinetics and reaction dynamics*. Dover Publications. USA. 2006.
- Belfiore L.A., *Transport phenomena for chemical reactor design*, John Wiley & Sons, USA. 2003.
- Nauman, E. B. *Chemical reactor design. Optimization and scaleup*, 2nd ed. Wiley-AIChE. USA. 2008.
- Smith. J., *Ingeniería de la cinética química*, Editorial CECSA, Madrid, 1986.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Reverte Barcelona, España, 1976.
- Fogler, S., *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Prentice Hall, New York. 1998.
- Laidler, K., J. *Chemical kinetics*, 2^a. Edición, Editorial Mc.Graw Hill, México

Reactor continuo de mezcla completa CSTR

Introducción

En el reactor continuo la alimentación de los reactivos y la salida de los productos se realizan de una forma ininterrumpida, en donde las variables del sistema (cuando alcanza el estado estacionario) son independientes del tiempo.

En este tipo de reactores las propiedades de los fluidos, no se modifican ni con el tiempo ni con la posición, ya que estamos trabajando en estado estacionario, siendo la mezcla de la reacción completamente uniforme.

El tiempo de mezcla tiene que ser muy pequeño en comparación con el tiempo de permanencia en el reactor. En la práctica se puede llevar a cabo siempre que la mezcla fluida sea poco viscosa y este bien agitada.

Para la caracterización de este tipo de reactores, las variables más importantes son el tiempo espacial y la velocidad espacial. Se denomina tiempo espacial al tiempo necesario para tratar un volumen de alimentación igual al volumen del reactor en condiciones determinadas; y velocidad espacial, es el número de volúmenes de la alimentación en condiciones determinadas que pueden tratarse en unidades de tiempo, medido en volúmenes de reactor.

Tiempo espacial o de contacto y velocidad espacial son definidos como:

Tiempo espacial:

$$\tau = \frac{1}{s} [=] \text{tiempo}$$

Velocidad espacial:

$$s = \frac{1}{\tau} [=] \text{tiempo}^{-1}$$

Donde:

s = velocidad espacial

τ = tiempo de contacto

Los reactores de flujo continuo pueden tener la forma de un tanque, una torre o estructura tubular; la importancia de este tipo de reactores radica en que el costo de operación es bajo y se puede controlar la calidad del producto; su aplicación principal es la producción a gran escala donde normalmente se utilizan varios reactores en serie.

Algunas aplicaciones que se tienen en este tipo de reactores son:

- Los procesos continuos de sulfonación, nitración, polimerización, etc.
- Siempre que hay necesidad especial de agitación, por ejemplo, para mantener las burbujas de gas o las partículas sólidas en suspensión dentro de una fase líquida o para mantener las gotitas de un líquido en el seno de otro, como es el caso de la nitración de benceno o tolueno. La rapidez de estas reacciones depende considerablemente del grado de dispersión y, por lo tanto, de la intensidad de la agitación.
- El uso de enzimas de procesos industriales para usos terapéuticos y analíticos; en detergentes, procesos alimenticios, textiles, de pulpa de papel, combustibles, etcétera. Donde la enzima tiene que emplearse inmovilizada, por lo que es necesario utilizar un reactor de flujo continuo.
- Proceso de lodos activados en la industria de tratamiento de residuos.
- Fermentadores de torre modificados para la producción continua de cerveza.

Objetivo

Establecer el funcionamiento correcto de un reactor de tanque agitado utilizando como modelo representativo el reactor de mezclado perfecto o CSTR, vinculando su ecuación con la cinética de una reacción particular, así como determinar la conversión que alcanza una reacción en la operación del reactor continuo.

Problema experimental

Determinar experimentalmente la relación entre las variables de flujo y concentración con la cinética de la reacción de saponificación de acetato de etilo en la operación de un reactor de mezclado a diferentes condiciones de operación.

Equipo y material

- Reactor tipo tanque agitado de 19 L instalado en el LEM Nave 1000
- Conductímetro
- Cronómetro
- Vasos de precipitado de 2 L
- Matraces aforados de 1 L
- 1 matraz aforado de 100 mL
- 5 vasos de precipitados de 50 mL
- Probetas graduadas de 4 L

Reactivos

- Acetato de etilo 0.1 M
- Hidróxido de sodio 0.005 M
- Agua desmineralizada

Servicios

- Agua fría
- Vapor

Conocimientos y actividades previas

1. Establezca las ventajas y desventajas del Reactor de tanque agitado continuo comparado con un reactor por lotes.
2. Deduzca a través de un balance de materia, la ecuación de diseño del reactor tipo CSTR y mencione las variables involucradas en ella.
3. Explique a qué comportamiento límite se asemeja un conjunto infinito de reactores CSTR.
4. Mencione qué tipos de reactores trabajan con el principio de operación del modelo CSTR.
5. Elabore el diagrama de flujo del reactor a utilizar e indique qué variables se medirán durante la experimentación.
6. Calcular mediante la ecuación de diseño del reactor la conversión obtenida en un reactor de 10 L de volumen. Utilizar los parámetros cinéticos obtenidos en la experimentación de la práctica anterior, referente a la saponificación de aceta o de etilo.

Indicaciones experimentales

- Preparar soluciones de hidróxido de sodio y acetato de etilo.
- Purgar la línea de condensado de la chaqueta del reactor y seleccionar el servicio que va a utilizar (vapor o agua fría).
- Cuando se utilice vapor cuidar que la presión no exceda 1kgf/cm².
- Introducir los reactivos al reactor por separado.
- Mantener la temperatura de la reacción a través del agua de enfriamiento o el vapor circulante.
- Al término de la experimentación vaciar y lavar el equipo perfectamente.
- Revisar que todas las válvulas de los servicios estén cerradas.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tabla de datos experimentales.
- Determinar la conversión experimental de la reacción.
- Calcular la conversión teórica y compararla con la obtenida experimentalmente para un tanque ideal.
- Representar en una gráfica de $1/RA$ vs. XA y $-1/RA$ vs. CA el punto de operación del reactor, considerando que sea un reactor de mezclado perfecto.

Bibliografía

- Fogler H. S. *Essentials of chemical reaction engineering*. Prentice Hall. USA. 2010.
- Marin, G., Yablonsky, G. S., *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity*. WileyVCH. Weinheim, Germany. 2011.
- Metiu, H. *Physical chemistry. Kinetics*. Taylor and Francis. USA. 2006.
- Gupta, M. *Statistical mechanics and reaction kinetics*. Campus Books. USA 2000.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, 3a ed. Limusa. México. 2010.
- Houston, P. L. *Chemical kinetics and reaction dynamics*. Dover Publications. USA. 2006.
- Belfio e L.A., *Transport phenomena for chemical reactor design*, John Wiley & Sons, USA. 2003.
- Nauman, E. B. *Chemical reactor design. Optimization, and scaleup*, 2nd ed. Wiley-AIChE. USA. 2008.

- Smith. J., *Ingeniería de la cinética química*, Editorial CECSA, Madrid, 1986.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Reverte Barcelona, España, 1976.
- Fogler, S., *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Preantice Hall, New York. 1998.
- Laidler, K., *J. Chemical kinetics*, 2^a. Edicion, Editorial Mc.Graw Hill, México

Reactor continuo de flujo pistón

Introducción

A semejanza del reactor tipo tanque agitado (CSTR), cuyo comportamiento límite puede considerarse ideal, este tipo de reactor posee otras características distintivas.

Para varias reacciones de interés industrial, como las relacionadas con el craqueo térmico, este tipo de reactor es muy conveniente y representa en estos casos el mejor modo para poner en contacto los reactivos sin importar las condiciones de operación.

Este reactor consiste en un tubo cilíndrico y normalmente se opera en estado estacionario. No hay variación radial en la concentración, por lo que se le considera un reactor ideal. En este caso los reactivos se consumen continuamente a medida que fluyen a lo largo del reactor. Al modelarlo se supone que la concentración varía continuamente en la dirección axial a todo lo largo del reactor.

Las siglas PFR significan Plug Flow Reactor (Reactor de flujo en Pistón o Flujo Tapón) el cual se caracteriza porque:

- El flujo del fluido a través del reactor es regular, ningún elemento del mismo sobrepasa o se mezcla en la dirección radial.
- La composición del fluido varía de un punto a otro a lo largo de la dirección del flujo.
- La conversión más alta por volumen de todos los modelos considerados de flujo ideal.
- La desventaja es el difícil control de la temperatura dentro del mismo.

En reacciones que involucren el uso de catalizador, el reemplazo del mismo suele ser laborioso. Pueden presentar, además, situaciones de canalizaciones, flujo con mezclado interno o recirculaciones internas. Su ventaja principal radica en la alta conversión por peso de catalizador.

Objetivo

Determinar las condiciones de operación que permitan evaluar el desempeño de un reactor tubular comparándolo con el modelo ideal de flujo pistón.

Problema experimental

Determinar el tiempo de residencia experimental en el reactor tubular instalado en el LEM Nave 1000 a diferentes condiciones de temperatura y flujo, usando como sistema reaccionante la saponificación del acetato de butilo y comparar los datos obtenidos con el modelo teórico de flujo pistón.

Equipo y material

- Reactor tubular con sección helicoidal de 0.5 cm de diámetro ($V = 0.4 \text{ L}$)
- 1 conductímetro
- 1 bureta de 50 mL
- 1 vaso de precipitado de 1 L
- 5 vasos de precipitado de 50 mL
- 3 matraces aforados de 1 L
- 1 probeta de 250 mL

Reactivos

- Acetato de butilo 0.1 M
- Hidróxido de sodio 0.1 N
- Ácido clorhídrico 0.1 N
- Agua destilada (desmineralizada)

Conocimientos y actividades previas

1. Mencione tres materiales de construcción utilizados para los reactores tubulares y las ventajas y desventajas de dichos materiales para algunas reacciones.
2. Establezca el balance de materia y la ecuación general de diseño para el reactor PFR con las simplificaciones utilizadas para la reacción de saponificación de acetato de butilo.
3. Realice el diagrama de flujo del reactor instalado en el LEM.
4. Elabore una tabla con las variables a medir durante la experimentación para las diferentes corridas.

Indicaciones experimentales

- Verificar la disposición de servicios (agua o electricidad).
- Revisar que el interruptor principal del tablero de control del reactor se encuentre en posición ON y que el botón de paro de emergencia esté en posición de apagado.
- De acuerdo con las indicaciones del asesor, calibrar las bombas dosificadoras de suministro del o los reactivos, con 3 diferentes flujos en el mismo intervalo de calibración.
- Una vez terminada la experimentación, confinar los residuos en los recipientes correspondientes.
- Apagar el gabinete de control y las bombas dosificadoras
- Dejar limpio y vacío el equipo.

Puntos importantes que debe contener el informe

- Tabla de datos experimentales.
- Determinar la conversión obtenida experimentalmente de acuerdo a las variables de operación del equipo.
- Comparar con los cálculos teóricos realizados con la ecuación general de diseño del PFR.

Bibliografía

- Fogler H. S. *Essentials of chemical reaction engineering*. Prentice Hall. USA. 2010.
- Marin, G., Yablonsky, G. S., *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity*. Wiley VCH. Weinheim, Germany. 2011.
- Metiu, H. *Physical chemistry. Kinetics*. Taylor and Francis. USA. 2006.
- Gupta, M. *Statistical mechanics and reaction kinetics*. Campus Books. USA 2000.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, 3a ed. Limusa. México. 2010.
- Houston, P. L. *Chemical kinetics and reaction dynamics*. Dover Publications. USA. 2006.
- Belfio e L.A., *Transport phenomena for chemical reactor design*, John Wiley & Sons, USA. 2003.
- Nauman, E. B. *Chemical reactor design, Optimization and Scaleup*, 2nd ed. Wiley-AIChE. USA. 2008.

- Smith. J., *Ingeniería de la cinética química*, Editorial CECSA, Madrid, 1986.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Reverte Barcelona, España, 1976.
- Fogler, S., *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Preantice Hall, New York. 1998.
- Laidler, K., J. *Chemical kinetics*, 2ª. Edicion, Editorial Mc.Graw Hill, México

Distribución de tiempos de residencia en reactores reales

Introducción

En las prácticas anteriores se abordó el estudio de reactores semicontinuos y continuos a través de modelos ideales de flujo. Durante el desarrollo de las mismas, dichos modelos ideales se utilizaron como válidos para describir el comportamiento de los sistemas de reacción estudiados. Sin embargo, el comportamiento real de los reactores no se ajusta exactamente a las situaciones de un reactor ideal (como un reactor continuo de tanque agitado o un reactor tubular) porque siempre existen desviaciones que pueden provocar una disminución en la eficacia del proceso. Algunos de los problemas principales son canalizaciones, zonas muertas, recirculaciones internas, entre otros. Por lo tanto, es muy importante para el ingeniero químico describir el comportamiento de un reactor en condiciones de operación no ideal, a fin de obtener el producto deseado y poder calcular la composición real que se obtiene en él, tomando como referencia los modelos ideales de dichos equipos. Esto permite, además, corregir las desviaciones debidas a alteraciones en el flujo y a estimar de forma más exacta el nivel de transformación de reactivos a productos. Logrando con esto obtener productos de mejor calidad, ya que con este tipo de análisis se pueden corregir los problemas de operación que un reactor presenta en la realidad.

Existen varios métodos para tomar en cuenta estas no idealidades que se ven reflejadas en el flujo. Uno de estos métodos es por medio de la distribución de tiempos de residencia del material que circula a través del recipiente, a través del ingreso al sistema reaccionante de una sustancia llamada trazador físico o no reactivo.

Algunos ejemplos de aplicación de la distribución de tiempos de residencia en reactores no ideales son los siguientes:

Cuando en un sistema reaccionante de dos fases, líquido y gas en un reactor de lecho fluidizado el contacto no es homogéneo entre las fases, el tiempo de residencia en el reactor es distinto del tiempo de residencia real de las burbujas en las cuales se encuentra la superficie de contacto para la reacción heterogénea. Si el tiempo real de contacto es menor del estimado (lo cual se puede conocer solamente a través

de la distribución de tiempos de residencia), la velocidad de reacción calculada será menor y eso implicará una conversión más baja de la esperada. Eso se ve reflejado en el área de petroquímica en donde el producto obtenido depende del contacto efectivo entre las fases.

En el caso del reactor tubular, como el mostrado en la figura 1, cuando se empaca con catalizador, el fluido que reacciona casi nunca fluye de manera uniforme a través del reactor. Eso provoca que el fluido avance por regiones diferentes, causando canalizaciones que disminuyen la eficiencia operativa y pueden provocar una disminución en el contacto entre la fase fluida y el catalizador, disminuyendo a su vez la velocidad de reacción y causando también altas caídas de presión.



Figura 1. Reactor tubular instalado en el LEM

En un reactor experimental de tanque agitado, generalmente la distancia entre la entrada y la salida es corta. Pero cuando se realiza el escalamiento, la distancia entre las tuberías de entrada y salida se hace más grande provocando un corto circuito interno que reduce la eficiencia por la falta de contacto entre las partículas de fluido, evitando así que la reacción se realice. Esto se ve reflejado en las reacciones de polimerización, en las que dependiendo del tiempo de residencia, será la composición, arreglo del polímero y su estabilidad.

Objetivo

Determinar experimentalmente la desviación de los reactores convencionales con respecto al comportamiento ideal, tomando como referencia los modelos de tanque agitado y de flujo en pistón, utilizando los sistemas instalados en el LEM.

Problema experimental

Determinar la distribución de tiempos de residencia utilizando un reactor de tanque agitado y un reactor tubular continuo, por medio del monitoreo de la concentración de un trazador no reactivo en función del tiempo, empleando los métodos de conductividad o índice de refracción, comparando la distribución teórica esperada para este tipo de reactores con la obtenida experimentalmente. Calcular experimentalmente el coeficiente de dispersión para el reactor tubular continuo, comparando contra el modelo teórico de dispersión en dicho sistema.

Equipo y material

- Reactor de tanque agitado de 19 litros de volumen total instalado en el LEM.
- Reactor tubular con sección helicoidal de 0.5 cm de diámetro (volumen de 0.4 L)
- Tanques de alimentación del reactor tubular de 20 L cada uno, instalado en el LEM.
- 1 celda de conductividad
- 1 refractómetro de Abbé
- 10 tubos de ensaye
- 10 vasos de precipitado de 500 mL
- 1 matraz aforado de 1 L
- 1 bureta de 50 mL
- 1 probeta de 200 mL
- 10 matraces aforados de 25 mL

Reactivos

- Cloruro de potasio o de sodio 0.1 M
- Alcohol etílico de 96° potable.

Conocimientos y actividades previas

1. Explique en qué consisten las principales desviaciones con respecto al comportamiento ideal en modelos de reactor de tanque agitado y de flujo pistón.
2. Mencione qué es la distribución de tiempos de residencia y su fundamento teórico.

3. Explique en qué consisten los métodos de alimentación de trazador no reactivo y la forma de la curva de concentración contra tiempo.
4. Enumere las características que debe tener una sustancia para funcionar como un buen trazador no reactivo en el método de distribución de tiempos de residencia y mencione algunos ejemplos de este tipo de trazadores.
5. Escriba las ecuaciones para obtener la curva de impulso y en escalón para el método del trazador no reactivo, y los parámetros que se necesitan para describir la distribución de tiempos de residencia.
6. Explique el modelo de dispersión para el caso de reactores tubulares y los diferentes casos aplicables, así como las ecuaciones para determinar el coeficiente de dispersión de dicho modelo.
7. Describa el procedimiento experimental para determinar el tiempo promedio de la distribución y la varianza de la misma.
8. Utilizar las ecuaciones de diseño de los reactores ideales para estimar el tiempo de residencia teórico, considerando el volumen real de cada reactor y los diferentes flujos propuestos en la práctica anterior.
9. Hojas de seguridad de los reactivos a utilizar.

Indicaciones experimentales

Reactor tubular

- Verificar que la posición de arranque y paro de las bombas de alimentación del reactor tubular sea de apagado, así como el panel de arranque del reactor esté encendido.
- Calibrar las bombas dosificadoras de suministro y seleccionar el flujo de acuerdo con el asesor.
- En el caso de alimentación en impulso, parar la bomba de alimentación de agua en un momento determinado, de manera alternada con la de alimentación del trazador. En el de alimentación en escalón, parar la bomba de alimentación de agua una vez que se haya ingresado la solución salina o el solvente trazador al reactor.
- Una vez terminada la experimentación, confinar los residuos en los recipientes correspondientes.
- Apagar el gabinete de control y las bombas dosificadoras del reactor tubular.

Reactor de tanque agitado

- En el caso del reactor de tanque agitado, verificar la posición de las válvulas de agua de enfriamiento o vapor, según sea el caso.
- En el caso de alimentación en impulso, ingresar de manera puntual una cantidad conocida de trazador alimentando agua continuamente.
- En el de alimentación en escalón, ingresar el trazador continuamente al reactor.
- Una vez terminada la experimentación apagar el motor de agitación del reactor y evacuarlo. Confinar los residuos en los recipientes correspondientes.

Puntos importantes que debe contener el informe

Gráficas de concentración de trazador contra el tiempo y funciones E o F contra el tiempo.

Determinación de los parámetros de la distribución de tiempos de residencia (tiempo promedio y varianza)

Comparar el comportamiento obtenido experimentalmente contra el obtenido de las correlaciones empíricas aplicables a los sistemas experimentales.

Bibliografía

- Fogler H. S. *Essentials of chemical reaction engineering*. Prentice Hall. USA. 2010.
- Marin, G., Yablonsky, G. S., *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity*. Wiley VCH. Weinheim, Germany. 2011.
- Metiu, H. *Physical chemistry. Kinetics*. Taylor and Francis. USA. 2006.
- Gupta, M. *Statistical mechanics and reaction kinetics*. Campus Books. USA 2000.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, 3a ed. Limusa. México. 2010.
- Houston, P. L. *Chemical kinetics and reaction dynamics*. Dover Publications. USA. 2006.
- Belfio e L.A., *Transport phenomena for chemical reactor design*, John Wiley & Sons, USA. 2003.
- Nauman, E. B. *Chemical reactor design, optimization, and scaleup*, 2nd ed. Wiley-AIChE. USA. 2008.

- Smith. J., *Ingeniería de la cinética química*, Editorial CECSA, Madrid, 1986.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Reverte Barcelona, España, 1976.
- Fogler, S., *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Preantice Hall, New York. 1998.
- Laidler, K., *J. Chemical kinetics*, 2ª. Edición, Editorial Mc.Graw Hill, México

Proyecto

El proyecto consiste en plantear una solución a un problema dado. El problema puede ser de índole diversa, por ejemplo: satisfacer una necesidad, mejorar un proceso, determinar algún o algunos parámetros de un proceso, caracterizar un equipo a una operación, probar un método, reproducir cierto proceso tecnológico, conocer las desviaciones de un modelo, validar un equipo experimental, etc., hasta donde la imaginación alcance.

Es importante recordar que la forma de trabajo en LEM es, finalmente, en la modalidad de proyectos; más aún, el origen y la razón de ser del LEM es el trabajo experimental por proyectos multidisciplinarios. Los desarrollos experimentales llevados a cabo en la primera parte del curso, y en cursos anteriores del LEM, tiene como objetivos esencial el preparar al estudiante para enfrentar con mejores herramientas el tipo de trabajo por proyectos. En esa parte previa al proyecto, se lleva a cabo una serie de trabajos experimentales en los que se le plantea al alumno un problema experimental y se le va guiando para poderlo resolver. Es decir, se establecen los conocimientos que debe investigar, se dan algunos elementos necesarios para operar con seguridad el equipo y se solicitan algunos puntos que debe reportar necesariamente, todo esto descrito en el manual de LEM. Sin embargo, el alumno tiene ciertos grados de libertad para definir: el número de corridas experimentales, las variables a medir, el material necesario, las condiciones de operación del equipo y en general proponer un procedimiento experimental. Esta forma de trabajo no debe confundirse con las prácticas tradicionales rígidas, en las cuales el papel del alumno es únicamente el de seguir instrucciones.

En esta segunda parte del curso el alumno selecciona un tema, plantea un proyecto y después de ser revisado y aprobado por el profesor lo desarrolla. La metodología para desarrollar el proyecto se proporciona más adelante. Además, se describen brevemente algunos temas apropiados para este LEM y se dan algunas ideas sobre posibles proyectos, sin embargo, el alumno puede proponer libremente un proyecto o tema para abordar un problema particular, estableciendo los objetivos y el desarrollo con la profundidad deseada. Es decir, el alumno selecciona un tema y sobre él plantea un problema para resolver. Posteriormente lleva a cabo una investigación bibliográfica que le permita plantear un plan de trabajo.

El alumno establece sus objetivos y con base en ellos fija el número y condiciones de los experimentos, determina, además, el material requerido y el procedimiento experimental. En el procedimiento se establece qué variables debe medir y cuáles debe controlar externamente.

La finalidad educativa del proyecto es generar situaciones propicias para que el alumno desarrolle habilidades creativas, ponga en práctica sus conocimientos en un problema general y desarrolle su ingenio y capacidad de decisión sobre aspectos técnicos del proyecto.

Además, desarrollar la iniciativa y la capacidad de trabajo en grupo para la consecución de un fin. El proyecto es en general un trabajo más amplio que el de las pasadas prácticas, en el sentido que aborda un problema que contiene elementos de múltiples disciplinas. El proyecto aborda aspectos de transferencia de masa, aspectos económicos, análisis químico de transferencia de calor, fisicoquímica, etc.

Temas para proyectos

A continuación se proponen algunos temas posibles para desarrollar el proyecto, sin embargo, el proyecto puede ser sobre cualquier otro tema multidisciplinario (por ejemplo: diseño y/o construcción de reactores de lecho fluidizado, fotoquímica fermentación, sistema de reactores en paralelo, obtención de cinética y orden de reacción, reactores adiabáticos o con variaciones de temperatura, etc.) que involucre un trabajo experimental de interés de Ingeniería química apropiado al nivel del curso de LEM VI.

- Reacciones múltiples
- Reacciones de polimerización
- Reactores bioquímicos
- Reactores heterogéneos

I. Reacciones múltiples

En los desarrollos experimentales llevados a cabo en el presente curso nos hemos ocupado del estudio de reacciones simples y el tipo de reactores más usuales; sin embargo, a nivel industrial ocurre más frecuentemente que las reacciones que se llevan a cabo son en realidad más complejas; dichas reacciones son las conocidas como reacciones múltiples.

En el caso de reacciones simples, el objetivo único es obtener un volumen de reactor mínimo; para reacciones múltiples también hay que hacer óptima la distribución de productos. En algunos casos el tamaño del reactor y la distribución de productos conducen a conclusiones encontradas, por lo que la solución se basará en el balance económico. En general, en este tipo de reacciones se desea encontrar la mejor forma de contacto y progresión óptima de temperatura para hacer máxima la producción del compuesto deseado, siendo esto más importante que obtener un volumen mínimo de reactor.

La diferencia fundamental entre una reacción simple y una reacción múltiple está en que la reacción múltiple se caracteriza por más de una expresión cinética.

Los diferentes esquemas de las reacciones múltiples son las siguientes:



En todos los casos se considera R como el producto deseado y S como no deseado, tomando en cuenta que la velocidad global es la suma algebraica de las velocidades de todas las reacciones simples que se producen.

Un proyecto que el alumno puede desarrollar en lo referente a este tema puede ser:

- El estudio cualitativo y/o cuantitativo de la distribución de productos según la forma en que se mezclan los reactantes A y B en cualquiera de los diferentes tipos de reacciones:
 - ◊ Reacciones en serie.
 - ◊ Reacciones en paralelo.
 - ◊ Reacciones serie-paralelo.
- Diseño y/o construcción a nivel laboratorio de un prototipo para realizar este tipo de reacciones.

II. Reactores de polimerización

Es un hecho muy conocido que los materiales poliméricos han adquirido una gran importancia en numerosas aplicaciones debido a la variedad de propiedades que pueden poseer. Algunas de las aplicaciones de estos materiales que ilustran su versatilidad son: recubrimientos, resinas de intercambio iónico, envases, películas, membranas, fibras textiles, adhesivos, neumáticos, materiales estructurales, artículos eléctricos, empaques, muebles, componentes de aparatos electrónicos, entre otras. Es de esperarse también que los campos de aplicación se amplíen aún más en los próximos años, sustituyendo en algunas ocasiones a otras clases de materiales como los metálicos y los cerámicos.

Los materiales poliméricos son, sin duda, de gran importancia económica y tecnológica creciente; basta comentar que aproximadamente la mitad de la producción mundial de la industria petroquímica es en la forma de polímeros. Solo unos cuantos tipos de polímeros acaparan el mercado en cuanto a volumen de producción. El polipropileno, el polietileno de alta densidad y el polietileno lineal de baja densidad, que son obtenidos mediante catálisis con metales de transición, representan el 42% de la producción de resinas termoplásticas; el poliestireno, policloruro de vinilo, poliacetato de vinilo, polietileno de baja densidad, polialcohol vinílico, poli-metacrilato de metilo, que se obtienen por radicales libres, representan el 40% de la producción; los poliuretanos representan el 18% y sólo un pequeño porcentaje corresponde a polímeros de condensación de entre los cuales destaca el PET.

La versatilidad de los polímeros radica, en principio, en la diversidad de estructuras químicas que pueden tener las cadenas macromoleculares. Las unidades monoméricas que conforman las macromoléculas pueden ser de uno o varios tipos y estar distribuidas bajo muy distintos arreglos; así en el caso de dos tipos de unidades

monoméricas se pueden obtener copolímeros aleatorios, alternados, en bloques o de injerto. Asimismo, las unidades monoméricas pueden estar unidas en una forma espacial regular de tal manera se tengan estructuras isotácticas o sindiotácticas. Esta regularidad puede conducir a la formación de dominios cristalinos en el material que lo distinguiría significativamente de un material idéntico químicamente pero con una constitución amorfa. Las estructuras que se forman en una polimerización depende del método de síntesis empleado y de las condiciones particulares como son: temperatura, concentración de monómeros, iniciador, agentes de transferencia y aditivos. En general las propiedades de un polímero dependen de: la identidad química de las unidades monoméricas usadas, la distribución de composiciones, la distribución de estructuras tales como secuencias, triadas, ramificaciones, tacticidad, entre otras y la distribución de tamaños o pesos moleculares.

Es importante mencionar la importancia de la Ingeniería de Reactores para obtener los polímeros con las características deseadas, en condiciones de eficiencia y seguridad.

En este proyecto se pueden abordar diversos problemas relacionados con el reactor y su forma de operación, tipos de polimerización, políticas de adición de reactivos, efecto de aditivos y surfactantes, sistemas de enfriamiento, etc.

A continuación se sugieren algunos temas a desarrollar:

- Efecto de la velocidad de agitación en las características del producto en la síntesis de poliestireno en suspensión.
- Análisis del comportamiento térmico y las necesidades de enfriamiento en la polimerización en solución en un reactor por lotes.
- Efecto de diferentes tensoactivos en la polimerización en dispersión de metacrilato de metilo.

III. Reactores bioquímicos

Hasta hace poco tiempo, la utilización de los microorganismos era una cuestión muy empírica, pues se carecía de los conocimientos necesarios para comprender el mundo microscópico y las posibilidades de modificarlo en provecho del hombre.

Los adelantos han introducido una industria nueva, en donde los procedimientos biológicos de fermentación o bioconversión han sido origen de una actividad económica importante; las producciones de

origen biotecnológico se encuentran en casi todos los campos de la vida moderna y se pueden dividir en: bioindustrias de primera generación que agrupan la fabricación de alimentos y bebidas fermentadas y bioindustrias de segunda generación que han perfeccionado las técnicas de fermentación y de extracción más complejas a partir de la bioconversión y síntesis química.

Cada uno de estos procesos bioquímicos industriales se diseña para obtener un producto a partir de materias primas que se acondicionan mediante diferentes procesos físicos, de tal forma que puedan reaccionar bioquímicamente al ponerse en contacto con microorganismos o enzimas, en un reactor de configuración apropiada donde tiene lugar la conversión bioquímica.

Un reactor bioquímico es una unidad procesadora diseñada para que en su interior se lleve a cabo una o varias reacciones bioquímicas. Dicha unidad procesadora está constituida por un recipiente cerrado, el cual cuenta con líneas de entrada y salida para sustancias químicas. Normalmente la etapa de reacción bioquímica es crítica en el establecimiento de la economía del proceso. El diseño del reactor no es un asunto rutinario y para un proceso dado pueden proponerse una gran variedad de equipos. Al ingeniero le compete la investigación, el desarrollo, el diseño, la construcción y el funcionamiento de los procesos que involucran materiales biológicos; algunas de las aplicaciones de estos procesos incluyen:

- Medicamentos y salud (antibióticos, hormonas, derivados de la inmunología, vitaminas, reactivos de análisis biológico y diagnóstico)
- Alimentación humana y animal (alimentos y bebidas fermentadas, almidón y productos edulcorantes, aminoácidos, ácidos orgánicos, ácidos nucleicos y aditivos alimentarios).
- Agricultura y ganadería (biotecnología e industria de las semillas y biopesticidas).
- Enzimas y productos químicos intermedios (enzimas, solventes y productos químicos de base y biopolímeros).
- Biotecnologías para el cuidado y conservación del medio ambiente (combustibles sustitutos, procedimientos biológicos para la remoción de la contaminación de aguas y suelo, biolixiviación y recuperación de metales).

En este proyecto se pueden abordar diversos tópicos relacionados con el diseño y operación del reactor y el estudio de la cinética de las reacciones bioquímicas, ya sea promovidas y catalizadas por microorganismos o por enzimas.

A continuación se sugieren algunos temas a desarrollar:

- i. Determinación de la cinética de la reacción enzimática de la degradación de sacarosa.
- ii. Obtención de etanol a partir de la fermentación microbiana de azúcar.
- iii. Fabricación de productos lácteos fermentados.
- iv. Determinar las constantes de velocidad (semiempíricas) implicadas en las ecuaciones cinéticas de un sistema biológico para el tratamiento de aguas residuales.

IV. Reactores heterogéneos

Hasta ahora nuestros sistemas de reacción se han caracterizado por la presencia de sustancias o compuestos que permanecen e interactúan entre sí, en un solo estado de agregación o en una sola fase, sin embargo, en la práctica, muchos de los reactores industriales involucran reacciones en las que más de una fase está presente. Posibles casos son reacciones heterogéneas gas-sólido, gas-líquido, líquido-sólido o el caso más general, cuando existen hasta tres fases presentes en la reacción (gas-líquido-sólido). Los reactores más estudiados y de uso común a nivel industrial son los llamados reactores catalíticos, en los que un fluido (gas o líquido) se hace pasar a través de un lecho sólido de catalizador que permanece fijo o en movimiento, donde éste último sólo se encarga de modificar la ruta de reacción, acelerando el proceso de conversión de reactivos a productos.

La cinética química en sistemas heterogéneos se complica un poco por la presencia de más de una fase, sin embargo es posible llevar a cabo estudios de laboratorio relativamente sencillos, con la finalidad de determinar velocidades de reacción, modelos cinéticos, o estudios que permitan evaluar el comportamiento de estos sistemas bajo diferentes condiciones de operación.

Con respecto a la cinética de reacción, los siguientes aspectos son los de mayor interés:

- La velocidad de reacción y las variables que influyen sobre ella
- El mecanismo de la reacción
- Las reacciones catalíticas heterogéneas comprenden sistemas de dos o más fases, entre gaseosas, líquidas y sólidas. El catalizador está presente en una fase distinta a la de los reactivos. Las reacciones en fase fluida catalizadas con sólidos son las más importantes y se desarrollan con mayor frecuencia en los procesos industriales. Como ejemplo cabe mencionar la producción de compuestos petroquímicos en los que los catalizadores sólidos desempeñan papeles claves en diversas reacciones, incluyendo la polimerización, la isomerización, aromatización y la deshidrogenación.

La determinación de los mecanismos de reacción depende prácticamente del buen diseño de experimentos para la obtención de los parámetros de la ley de velocidad que rige tal mecanismo, de acuerdo con una hipótesis planteada basada en las teorías más comúnmente usadas para describir las etapas de reacción.

También es necesario considerar la existencia de mecanismos de desactivación que dan por resultado la pérdida de eficiencia catalítica y que incluyen la desactivación por ensuciamiento, envenenamiento y temperaturas elevadas.

En el ámbito de laboratorio es de suma importancia la determinación de las velocidades de transformación de especies en una reacción heterogénea para la comprensión de sistemas reaccionantes. Un experimento para este objetivo lo representa la deshidratación de un alcohol en un reactor heterogéneo diferencial.

Algunos de los aspectos a cuidar en una reacción de este tipo son:

- i. Características y concentración del o los reactivos en la alimentación.
- ii. Tiempo de reacción.
- iii. Cantidad y características del catalizador.
- iv. Sistema de monitoreo de la conversión del producto.
- v. Aplicaciones de este tipo de reacciones en sistemas experimentales.
- vi. Deshidratación catalítica de alcoholes.
- vii. Hidrogenación de aceites para la industria alimentaria.
- viii. En el caso de la deshidratación, se utilizan ácidos fuertes que favorecen la obtención de alquenos.

La hidrogenación tiene como objetivos:

- ix. Aumentar el punto de fusión del producto final, transformando aceites en grasas.
- x. Aumentar la estabilidad oxidativa del producto final, eliminando los ácidos linoléico y linolénico, principales responsables del deterioro del producto por oxidación.
- xi. Tratamiento de efluentes en un biorreactor.
- xii. El equipo donde se realizan procesos que involucran sistemas heterogéneos donde se llevan a cabo reacciones enzimáticas o microbianas se denomina BIORREACTOR. El mismo provee todos los servicios que son necesarios para el cultivo, tales como mezclado, suministro de oxígeno, entradas para adición de nutrientes, control del pH, etc. Por otra parte, cuando se habla de sistemas de cultivo o, también, métodos de cultivo, se hace referencia al modo de operar el biorreactor, esto es en forma continua o discontinua.

Las tareas que realiza el biorreactor pueden resumirse del siguiente modo:

- a. Mantener las células uniformemente distribuidas en todo el volumen de cultivo a fin de prevenir la sedimentación o la flotación.
- b. Mantener constante y homogénea la temperatura.
- c. Minimizar los gradientes de concentración de nutrientes.
- d. Suministrar oxígeno a una velocidad tal que satisfaga el consumo.
- e. El diseño debe ser tal que permita mantener el cultivo puro; una vez que todo el sistema ha sido esterilizado y posteriormente sembrado con el microorganismo deseado.

Para satisfacer los cuatro primeros puntos es necesario que el biorreactor esté provisto de un sistema de agitación, además para el punto d) se requiere de un sistema que inyecte aire en el cultivo.

Dos tipos de biorreactores de uso muy difundido son:

El tanque agitado

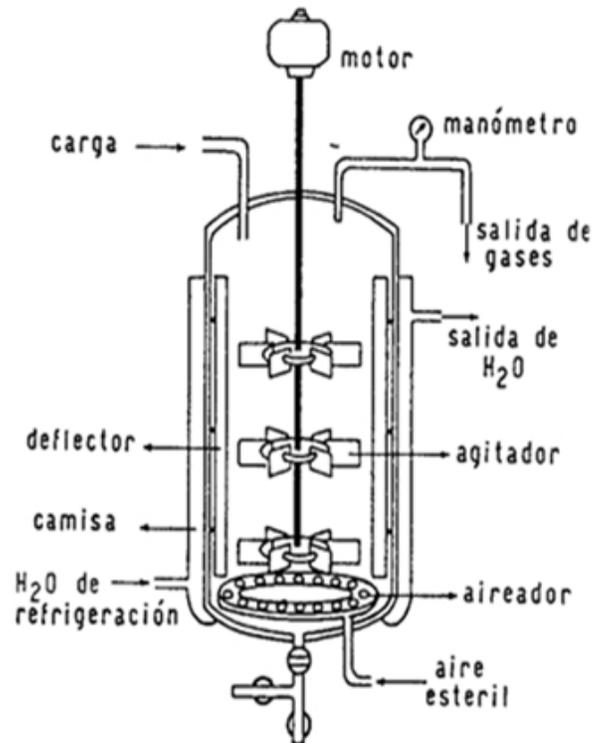


Figura 1. Tanque agitado.
El mezclado se realiza
mecánicamente

En él, la agitación se realiza mecánicamente mediante un eje provisto de turbinas accionado por un motor. El aire se inyecta por la parte inferior del tanque y es distribuido por una corona que posee pequeños orificios espaciados regularmente.

El chorro de aire que sale de cada orificio es "golpeado" por las paletas de la turbina inferior generándose de este modo miles de pequeñas burbujas de aire, desde las cuales difunde el O₂ hacia el seno del líquido. El sistema de agitación se completa con cuatro o seis deflectores que tienen por finalidad cortar o romper el movimiento circular que imprimen las turbinas al líquido, generando de este modo mayor turbulencia y mejor mezclado. El tanque está rodeado por una camisa por la que circula agua, lo que permite controlar la temperatura.

Para tanques mayores que 1 000 o 2 000 litros este sistema ya no es eficiente y es reemplazado por un serpentín que circula adyacente a la pared interior del tanque. Debe tenerse en cuenta que a medida que es mayor el volumen de cultivo también lo es la cantidad de calor generado, por lo que se hace necesario una mayor área de refrigeración.

Los tanques son de acero inoxidable y están pulidos a fin de facilitar la limpieza y posterior esterilización. El aire que ingresa al biorreactor debe estar estéril, lo que se consigue haciéndolo pasar por un filtro cuyo diámetro de poro es de 0,45 micrones, que impide el paso de microorganismos y esporas.

Biorreactor "air lift"

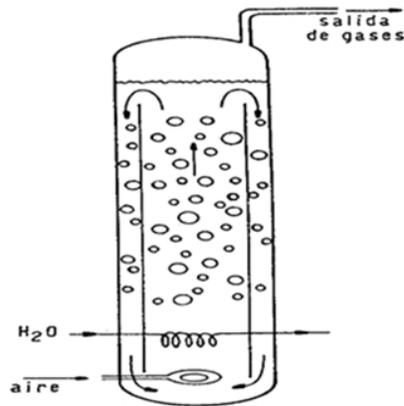


Figura 2. Esquema de biorreactor del tipo "air lift". El mezclado se realiza mediante inyección de aire

En los reactores de tipo *air lift* es el mismo aire inyectado al cultivo, lo que promueve la agitación. Básicamente consiste en dos cilindros concéntricos y por la base de uno de ellos, por ejemplo el interior se inyecta aire. De este modo se genera una circulación de líquido ascendente en el compartimento interno y descendente en el externo, lo que favorece el mezclado.

Como ejemplo de las aplicaciones del uso de estos reactores pueden mencionarse el tratamiento de efluentes industriales, que es una de las aplicaciones más trascendentes e interesantes para el ingeniero químico, debido a que es una alternativa bastante viable para la eliminación de componentes indeseables en las aguas efluentes industriales, tal como la textil y de la metalurgia. La elección del tema de tratamiento de fluentes industriales responde a la trascendencia cada vez más importante que tiene el problema de la contaminación ambiental y a las soluciones que ofrece la Microbiología industrial para encararlo.

Metodología para el proyecto de investigación

La investigación es la herramienta para conocer lo que nos rodea y su carácter es universal. Tradicionalmente se presentan tres tipos de investigación:

- Investigación histórica: describe lo que era.
- Investigación descriptiva: interpreta lo que es.
- Investigación experimental: describe lo que será, se presenta mediante la manipulación de una variable experimental no comprobada, en condiciones rigurosamente controladas, con el fin de describir de qué modo o por qué causa se produce una situación o acontecimiento particular.

La investigación científica es un proceso compuesto por una serie de etapas o procesos específicos, los cuales se derivan unos de otros. Para llevarla a cabo hay que realizar numerosas actividades en forma secuencial, otras en forma simultánea y tomar varias decisiones en diferentes etapas o procesos de la investigación. Se debe planear todo el proceso de investigación, o sea elaborar un proyecto que indique claramente las etapas por realizar, definir qué es lo que se pretende hacer, qué tipo de datos se recopilan y cómo, qué metodología se utilizará para analizar los datos, etc. Además, se debe aclarar el tiempo necesario para cada etapa.

A continuación se describen brevemente las etapas más importantes para la planificación de un proyecto de investigación en el LEM.

1.-Elección del tema

Es el primer paso en la realización de una investigación, consiste en determinar con claridad y precisión el área o campo de trabajo de un problema investigable. Para la elección de un tema se recomienda revisar los tópicos propuestos en el LEM y con la asesoría del profesor estructurar de manera más formal la idea de investigación.

Además, dado que el curso se trabaja con tiempos limitados para realizar la investigación, se requiere diseñar un cronograma que permita tener una idea del tiempo que comprenderá cada una de las etapas, con el fin de fijar fecha aproximada en que se concluirá el estudio.

2.-Planteamiento del problema

Consiste en afirmar y estructurar de manera más formal la idea de investigación. Los elementos para plantear un problema son tres y están relacionados entre sí: los objetivos que persigue la investigación, las preguntas de investigación y la justificación del estudio

Los objetivos de investigación son los puntos o señalamientos que guían el desarrollo de una investigación y a cuyo logro se dirigen todos los esfuerzos. Deben expresarse con claridad para evitar posibles desviaciones y deben ser susceptibles de alcanzarse. Los objetivos que se especifiquen han de ser congruentes entre si, con la justificación del estudio y con los elementos que conforman la problemática que se investiga.

Desarrollar las preguntas de investigación es plantear el problema en forma de preguntas para presentarlo de manera directa, minimizando su complejidad.

En la justificación del estudio tiene que exponerse en forma clara y precisa por qué y para qué se va lleva acabo el estudio.

3.-Fundamentos teóricos

Simultáneamente el planteamiento del problema y la formulación de los objetivos se inician la fundamentación teórica y empírica del estudio. Esto implica analizar y exponer aquellos elementos teóricos generales y particulares que se consideren validos para guiar el proceso de investigación. La elaboración de los fundamentos teóricos comprende la revisión de la literatura correspondiente.

La revisión de la literatura consiste en detectar, obtener y consultar la bibliografía y otros materiales que pueden ser útiles para los propósitos del estudio, de donde se debe extraer y recopilar la información relevante y necesaria que atañe el problema de investigación.

Dado que en el curso de LEM el tiempo destinado para el planteamiento del proyecto de investigación es relativamente corto, es recomendable que se realice una revisión de la literatura selectiva con la ayuda del profesor.

4.-Formulación de hipótesis

Puede decirse que una hipótesis científica es aquella formulación que se apoya en un sistema de conocimientos organizados y sistematizados (fundamentos teóricos y empíricos), en la que se establece una relación entre dos o mas variables para explicar y predecir, en la medida de lo posible, los fenómenos que le interesan en caso de que se compruebe la relación establecida.

En una investigación podemos tener una, dos o varias hipótesis, y a veces, no se tienen hipótesis. Las hipótesis indican lo que estamos buscando o tratando de probar y pueden definirse como explicaciones tentativas del fenómeno investigado, formuladas a manera de proposiciones.

Las hipótesis surgen normalmente el planteamiento del problema y la revisión de la literatura, y algunas veces de teorías. Deben referirse a una situación real. Las variables contenidas deben de ser precisas, concretas y poder observarse en la realidad, la relación entre las variables debe ser clara, veraz y medible. Asimismo, las hipótesis deben estar vinculadas con técnicas disponibles para probarse.

5.-Selección del diseño de investigación apropiado

El "diseño" es una estrategia para responder a las preguntas de investigación. El diseño señala al investigador lo que debe de hacer para alcanzar sus objetivos de estudio, contestar las interrogantes y analizar la certeza de las hipótesis formuladas en un contexto en particular. Debe considerarse como la organización racional y congruente de las actividades correspondientes al alcance de los objetivos.

El diseño de la investigación se usa como una guía para recopilar y analizar los datos. Se lleva a cabo mediante uno o más experimentos, en donde se puede manipular deliberadamente al menos una variable independiente.

En el curso de LEM, el alumno deberá plantear el o los experimento(s) necesarios para resolución de su problema de investigación, así como determinar las variables dependientes e independientes que intervienen en el(los) mismo(s).

6.-Recolección de datos

Una vez que se tiene el diseño experimental de acuerdo con el problema de estudio y la hipótesis, se tienen que realizar los experimentos planteados para recolectar los datos pertinentes sobre las variables involucradas en la investigación.

7.-Análisis de los datos

Es la manipulación de los datos recopilados para lograr ciertas afirmaciones y/o la comprobación de las hipótesis de trabajo: en esta etapa de ser necesario se requiere realizar un análisis estadístico de los datos.

El análisis depende de tres factores: a) el nivel de medición de las variables, b) la manera como se hayan formulado las hipótesis y c) el interés del investigador.

El análisis de los resultados debe llevar a la elaboración de conclusiones respecto al proyecto de investigación, con posibles recomendaciones.

8.-Elaboración del reporte de investigación

La investigación termina con la comunicación de los resultados. El reporte de investigación es un documento donde se describe el estudio realizado (qué investigación se llevó a cabo, cómo se realizó, qué resultados y conclusiones se obtuvieron).

Los elementos más comunes de un reporte de investigación son: portada, índice, resumen, introducción, fundamentos básicos, métodos, resultados, conclusiones, bibliografía y apéndices.

Si se desea consultar más información sobre el tema se sugieren las siguientes referencias:

- Hernández S. R., Fernández C. C., y Baptista L. P., *Metodología de la investigación*, Editorial McGraw-Hill, segunda edición, México (1998).
- Méndez I., *Monografía: estadístico y método científico*, Instituto de Investigaciones en Matemáticas Aplicadas y en Sistemas, UNAM. México, (1991).
- Namakforoosh N. M., *Metodología de la investigación*, Editorial Limusa, México, (1998).

- Pardinás F., *Metodología y técnicas de investigación en ciencias sociales (Introducción Elemental)*, Editorial Siglo XXI, México, (1969).
- Rojas S. R., *Guía para realizar investigaciones sociales*, Editorial Plaza y Valdez, Vigésima primera edición, México, (1998).
- Tamayo T. A., *El proceso de la investigación científica*, Editorial Limusa, cuarta edición, México (2001).
- Fogler H. S. *Essentials of chemical reaction engineering*. Prentice Hall. USA. 2010.
- Marin, G., Yablonsky, G. S., *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity*. Wiley-VCH. Weinheim, Germany. 2011.
- Metiu, H. *Physical chemistry. Kinetics*. Taylor and Francis. USA. 2006.
- Gupta, M. *Statistical mechanics and reaction kinetics*. Campus Books. USA 2000.
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, 3a ed. Limusa. México. 2010.
- Houston, P. L. *Chemical kinetics and reaction dynamics*. Dover Publications. USA. 2006.
- Belfiore L.A., *Transport phenomena for chemical reactor design*, John Wiley & Sons, USA. 2003.
- Nauman, E. B. *Chemical reactor design, optimization, and scaleup*, 2nd ed. Wiley-AIChE. USA. 2008.
- Smith. J., *Ingeniería de la cinética química*, Editorial
- Levenspiel, O. *Ingeniería de las reacciones químicas*, Editorial Reverte Barcelona, España, 1976.
- Fogler, S., *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*. Editorial Prentice Hall, New York. 1998.
- Laidler, K., J. *Chemical kinetics*, 2ª. Edición, Editorial Mc.Graw Hill, México

Ingeniería Química Experimental LEM V y LEM VI

La intención de darle continuidad a los cursos de LEM con los apartados V y VI es que el alumno adquiera los conocimientos, capacidades y habilidades necesarias, en forma progresiva y continua, para su desarrollo profesional. La parte de LEM V plantea sesiones experimentales con la metodología ya aplicada en los anteriores cursos, con la característica de que los problemas se presentan de forma estructurada, permitiendo la resolución de los mismos de manera cuantitativa. En la segunda mitad del curso, LEM VI, se propone trabajar con base en proyectos, en éste, el alumno tendrá la oportunidad de enfrentar un problema y abordarlo según sus propios intereses eligiendo el enfoque.

