

Universidad Autónoma de Guadalajara

INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

INFLUENCIA DE LA AGITACION EN LA REACCION DE
SAPONIFICACION DE ACIDO ESTEARICO.

TESIS PROFESIONAL
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A
MIGUEL ANGEL QUIROZ LIZARRAGA
Asesor: I.Q. Ma. del Consuelo López Limón
GUADALAJARA, JAL. 1986



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

CAPITULOS	PAGINA
.- Dedicatorias	6
.- Introducción	14
1.- Generalidades	17
1.1.-Reacción de Saponificación	17
1.2.-Mecanismo de Reacción	18
1.3.-Materias Primas	19
2.- Agitación	23
2.1.-Mecanismo de Agitación	23
2.2.-Clasificación del Problema de Agitación	24

	3
2.3.-Escala de Agitación	25
2.4.-Equipo	26
2.5.-Modelos de Flujo en Recipientes Agitados	28
3.- Sólidos en Suspensión	32
4.- Parte Experimental	39
.- Comentarios	70
5.- Tratamiento Estadístico de los Datos Experimentales	73
.- Conclusiones	105
.- Bibliografía	107

APENDICES

A.- Pruebas Preliminares	111
B.- Teoría de Agitación	121
C.- Cálculos Estadísticos	132

DEDICATORIAS

A DIOS:

Por permitirme llegar a alcanzar
una etapa más en mi
preparación.

A MIS PADRES:

Manuel Quiroz M.

María Lizárraga de Quiroz.

Gracias por su apoyo que siempre me alienta
para seguir adelante.

A Ustedes les debo lo que ahora soy.

Gracias por tanto amor.

A JOSE RAUL:

Comparte conmigo esta gran satisfacción,
con tu ayuda y sacrificio
hiciste realidad un sueño.
Esto te lo debo a tí.
Gracias, Hermano.

A MIS HERMANOS:

Margarita,
Manuel Alonso,
José Raúl,
Thelma Lilia,
Carlos Enrique,
Gracias por su confianza, apoyo y cariño.

A MIS SOBRINOS:

Dios los bendiga.

A MIS TIOS Y PRIMOS:

Gracias, por su apoyo y cariño.

A LA UNIVERSIDAD AUTONOMA DE GUADALAJARA
A LA FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS:

Mi más sincero agradecimiento.

A MIS MAESTROS:

Gracias, por sus conocimientos, consejos
y amistad que supieron transmitirme.

A MIS COMPAÑEROS:

Por los inolvidables momentos
que juntos compartimos.
Mi cariño y mi recuerdo.

A TI.

A TI.

Y A TI:

CON CARIÑO

RECONOCIMIENTO

CON ESPECIAL CARIÑO:

A Ms.Sc. MARIA DEL CONSUELO LOPEZ LIMON

MAESTRA:

Gracias por sus enseñanzas y consejos que me impulsaron para lograr mi meta deseada.

DIRECTORA DE TESIS:

Supo orientarme de una manera acertada para llegar a la culminación de este trabajo.

GRACIAS CHELITO:

Por su amistad y cariño.
Dios la bendiga.

INTRODUCCION

INTRODUCCION

La agitación es una de las operaciones más antiguas y, en la actualidad, probablemente sea una de las más difundidas, ya que en la mayoría de las Industrias Químicas modernas suponen, en una o varias etapas del proceso, la mezcla de sustancias con algún fin determinado.

No obstante su importancia, es una de las operaciones menos conocidas, y ello se debe a su extrema complejidad por la gran variedad de situaciones que pueden plantearse.

Se hará una breve descripción sobre la teoría de agitación, tomando en cuenta algunos de los diferentes puntos a considerar para abordar el problema. Para un desarrollo más detallado sobre la teoría de agitación (ver apéndice B).

El propósito fundamental de este trabajo, es el de investigar la importancia de la agitación, haciendo un estudio, a pequeña escala, de su influencia en una reacción de saponificación.

La saponificación es una reacción de orden y cinéti-

ca conocidos y el medio en que se lleva a cabo a baja temperatura es de sólidos en suspensión, por eso resulta apropiada para el objetivo del presente estudio.

La parte experimental se lleva a cabo a tres diferentes velocidades de agitación, para ver si en ese rango es notorio el efecto de la velocidad sobre la reacción estudiada.

Se escogió el agitador tipo hélice, ver apéndice B, por el tipo de flujo que crea, manteniendo a los sólidos suspendidos y fuera del fondo del recipiente.

Debido a la sencillez del equipo con que se trabajó y el método de muestreo utilizado, los resultados experimentales no son muy exactos desde el punto de vista cuantitativo, pero estadísticamente son aceptables, de acuerdo a las pruebas usadas para comprobar su repetitividad.

CAPITULO I

GENERALIDADES

CAPITULO I

GENERALIDADES.- La primera referencia que se tiene acerca de la fabricación del jabón, es la mención hecha por Plinio el Viejo, 500 años A.C., en su Historia Natural. Lo anterior indica que el mundo mediterráneo de aquella época conocía y usaba el jabón.

En la época contemporánea, el jabón ha sido objeto de extensos estudios, para sistematizar importantes detalles sobre su fabricación en la industria actual.

1:1.- REACCION DE SAPONIFICACION. La reacción química básica para hacer jabón se llama saponificación. Involucra la reacción de aceites y grasas con un álcali.

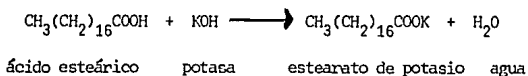
El jabón resultante de la reacción contiene sales de sodio, potasio, de varios ácidos grasos, principalmente el oléico, el esteárico, el palmítico, el láurico y el mirístico.

Comúnmente, la reacción de saponificación de ácidos grasos se lleva a cabo en el laboratorio calentando

la mezcla de reacción a 80 °C en baño María, con reflujo, de dos a tres horas.

También ocurre muy lentamente a temperatura ambiente, y es así como se efectuó en el presente estudio.

REACCION:

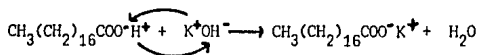


Como el ácido esteárico no es fundido previamente, la reacción ocurre superficialmente entre las partículas de ácido esteárico y solución acuosa de KOH, en un medio de sólidos en suspensión.

La reacción se llevó a cabo mezclando a los reactivos en cantidades equimolares, para mayor facilidad en el manejo de la misma.

El producto obtenido, es una masa pastosa de color blanco.

1:2.- MECANISMO DE REACCION.- La reacción ocurre bajo el siguiente mecanismo:



En solución acuosa, el ácido esteárico está electrolíticamente disociado en el catión H^+ el cual no puede permanecer libre y se une con el grupo hidroxilo, OH^- formando agua, mientras el anión RCOO^- , por substitución del hidrógeno catiónico por un metal K^+ , forma la sal correspondiente (estearato de potasio).

1:3.- MATERIAS PRIMAS.

a).- ACIDO ESTEARICO. El ácido esteárico, que también lleva el nombre comercial de estearina, pertenece al grupo de los ácidos grasos monobásicos saturados. Se les llama así, porque algunos de ellos están contenidos en las grasas o se forman a partir de éstas.

Todos contienen el grupo característico $-\text{COOH}$ cuyo átomo de hidrógeno es sustituible por los metales.

En estado glicérido es uno de los componentes principales de las grasas y de los aceites, junto con el

ácido oléico, y se obtiene industrialmente, sobre todo del sebo de buey.

Sintéticamente se puede obtener del ácido oléico mediante reducción con hidrógeno y así queda demostrada también su constitución, una vez conocida la del ácido oléico.

Forma una masa blanca, no muy dura, que funde a 69.3°C , y cristaliza al separarse del alcohol, en escamas lustrosas.

Es insoluble en agua, poco soluble en bencina de petróleo y soluble en alcohol, en éter, en benzol y sulfuro de carbono.

Las propiedades de sus sales alcalinas (jabones) son solubles en alcohol y agua, pero diluyendo mucho las soluciones acuosas se separa una sal ácida y queda álcali en libertad.

El ácido esteárico fundido y bien amasado con yeso, forma una especie de marfil artificial.

b).- HIDROXIDO DE POTASIO. (KOH).- Base fuerte, se uti-

liza poco, debido a su precio. Se utiliza para la valoración de ácidos fuertes. Las disoluciones de hidróxido de potasio, aunque sean diluidas, atacan lentamente al vidrio y se contaminan con silicatos.

c).- ACIDO CLORHIDRICO (HCl).- Es un ácido fuerte, no oxidante. El soluto no es volátil en las concentraciones en que se utiliza en acidimetría (del orden de 0.1 N a 0.2 N), la mayor parte de sus sales son solubles. Es adecuado para la valoración de bases fuertes.

CAPITULO 2

AGITACION

CAPITULO 2

AGITACION

La agitación, tiene diversas aplicaciones en los procesos de la Industria Química, actuando primeramente para crear movimiento de un fluido.

Al hacer uso del término mezclado, se involucra la producción de uniformidad entre materiales, que pueden o no ser miscibles.

Existe un término más general, que involucra la producción de movimiento de un fluido, este término es la agitación, para mezclado, transferencia de masa, calor y reacción química.

2:1.- MECANISMO DE AGITACION

La operación de agitación, es el resultado de mecanismos distintos que actúan simultáneamente, siendo posible distinguir las acciones siguientes:

a).- Transferencia de materia a distancias aprecia-

bles, con esquemas de flujo definidos y observables mediante técnicas adecuadas de iluminación.

b).- Transferencia de materia a distancias pequeñas, por efecto de la turbulencia.

c).- Difusión molecular, por los movimientos propios de las partículas individuales.

2:2.- CLASIFICACION DEL PROBLEMA DE AGITACION

Involucra uno o varios de los siguientes objetivos:

a).- Mezcla de masas; combinación de procesos en fase líquida para modificar composición y propiedades.

b).- Reacción Química; distribución de reactivos y productos, para llevar a cabo la reacción deseada.

c).- Transferencia de calor; incrementar el movimiento convectivo.

d).- Transferencia de masa; promover el contacto entre dos masas de diferente composición.

e).- Fase de interacción; suspender sólidos o dispersar gases en sistemas miscibles.

El análisis de estos objetivos, indica los requisitos para el movimiento del fluido, para así abordar y resolver el problema de agitación.

2:4.- ESCALA DE AGITACION

Tiene un rango de variación de 1 a 10 y rodea los niveles más prácticos de agitación.

El valor de la escala, directamente indica la respuesta dinámica, (ver apéndice B) producida por una agitación, dada para estimar la magnitud del problema. La respuesta dinámica puede ser referida al resultado del proceso, a través del estudio del movimiento del líquido producido por el agitador. En el capítulo 3 se describe la escala de agitación para sólidos en suspensión, que es el caso que estudiamos.

No puede considerarse un criterio sencillo para todas las aplicaciones de la agitación, porque los requi-

sitos del proceso y el factor económico, influyen en la decisión final.

El factor económico, usualmente determina, al final el rango de operación del proceso.

En muchas aplicaciones, un valor bajo de la escala provee un resultado de proceso satisfactorio, lo cual representa el equipo más económico.

Sin embargo, en aplicaciones críticas, tales como reactores, el incremento en el costo del equipo, asociado con el uso de un valor alto en la escala, se compensa por un incremento en la productividad creada por la agitación adicional.

2:5.- EQUIPO

El equipo estándar para agitación está constituido de un tanque con agitador rotatorio, y, si bien las variaciones de tal esquema son numerosas, los principios básicos involucrados son, en todos los casos, derivaciones de lo estudiado en dinámica de fluidos.

Cuando se estudia el comportamiento de algún material ante la agitación, se encuentra que existe una íntima y muy compleja relación entre la eficiencia del equipo, y las propiedades del material a tratar, la geometría del equipo y las condiciones operativas.

Siendo muy amplio el rango de aplicación de la agitación en los procesos de la Industria Química, no ha sido establecido, en la literatura publicada, un equipo estándar para obtener sus efectos, ya que la descripción a menudo incluye declaraciones imprecisas, como:

a).- El modo de proveer suficiente agitación, para llevar a cabo una reacción.

b).- Lograr que haya uniformidad en la mezcla de dos líquidos.

c).- Proveer poca, media o violenta agitación.

De modo que, en un recipiente con un material agitado por un mecanismo rotatorio, a las corrientes principales de flujo que dicho mecanismo crea por su aporte de energía mecánica, se superponen flujos fluctuantes locales que varían en intensidad y sentido con el tiempo.

Esto hace que, si bien por la aplicación de los principios de la dinámica de fluidos, se pueden escribir ecuaciones diferenciales correspondientes al flujo principal, las mismas no pueden ser integradas, por la indeterminación de las condiciones límite (contorno).

Es por esta razón que, en el estudio de los sistemas agitados, se ha recurrido al uso de modelos de flujo, como única manera de abordar el problema.

Este enfoque, si bien permite describir en general el fenómeno en un equipo convencional simple, no resuelve el problema particular de un sistema de agitación determinado, en razón de los numerosos factores que modifican la situación, distintos tipos de impulsores, cada uno con diferente turbulencia, geometría del recipiente que altera el recorrido de las corrientes principales, falta de conocimiento de la turbulencia microscópica en las inmediaciones del impulsor y lejos de éste, etc.

2:6.- MODELOS DE FLUJO EN RECIPIENTES AGITADOS

En la agitación de un fluido, la dirección y magnitud de la velocidad son importantes.

La dirección de los vectores de velocidad a lo largo del recipiente agitado, es por definición, el modelo de flujo.

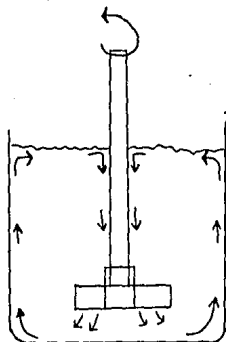
La distribución de velocidad es constante dentro de los rangos de turbulencia y viscosidad, y está ajustado a un modelo de flujo dentro del recipiente agitado.

El modelo de flujo a números de Reynolds altos, es prácticamente importante. Como el número de Reynolds es reducido dentro del rango de transición, el componente radial de flujo se incrementa. A números de Reynolds bajos, (aprovechando la región de flujo viscosa), el componente radial es reducido, y el modelo de flujo que nuevamente predomina es el axial.

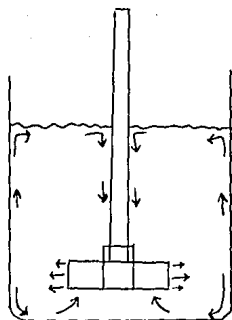
Fujo Axial.- Mueve al fluido, paralelo al eje de la flecha del agitador.

Flujo Radial.- Descarga al fluido, perpendicularmente de la región del rotor al eje.

En la figura: 2:1, se representa el esquema de los modelos de flujo axial y radial.



FLUJO AXIAL



FLUJO RADIAL

Fig. 2:1.- Esquema representativo de los modelos de flujo axial y radial.

CAPITULO 3

SOLIDOS EN SUSPENSION

CAPITULO 3SOLIDOS EN SUSPENSION

El problema de sólidos en suspensión es considerablemente más complejo, ya que involucra el movimiento de una fase líquida y de una segunda fase que está moviéndose dentro del tanque.

Cuando los sólidos son pequeños y con su densidad aproximadamente igual a la del líquido, las partículas se mueven como parte del líquido y la mezcla se comporta esencialmente como una sola fase líquida. De cualquier manera, cuando los sólidos se asientan más rápidamente, una agitación suficiente puede aplicarse para mantener los sólidos suspendidos.

El criterio para mantener a los sólidos suspendidos es:

a).- Que la circulación y velocidad del líquido sean suficientes para vencer el arreglo de los sólidos.

El mismo criterio puede aplicarse para una buena transferencia de calor, y reacción química.

Los requisitos de agitación para sólidos en suspensión varían dependiendo de los requisitos del proceso. En algunos casos, los sólidos sólo necesitan ser barridos del fondo del recipiente para prevenir que se acumulen (flujo axial). En otros casos, una relativa uniformidad en el sistema es lo deseado.

Cuando los sólidos se disuelven en la fase líquida, o cuando ocurre una reacción entre sólidos y líquido, la transferencia de masa se lleva a cabo entre las partículas sólidas y la masa líquida.

La mejor posición del agitador es por consiguiente, sobre el fondo del tanque, de tal manera, que la descarga radial barrera hacia arriba los sólidos dentro del tanque.

Los valores de la escala de agitación se describen a continuación, tomando en cuenta los requisitos deseados para el comportamiento de los sólidos en suspensión:

Escala de Agitación: (1-2).- Estos niveles, se usan cuando en su aplicación se requiere de un nivel mínimo de sólidos suspendidos, para llevar a cabo el proceso deseado. El cambio de la escala de agitación en 1, pro-

duce el movimiento de todos los sólidos asentados en el recipiente, y permite un movimiento completo de los sólidos en el fondo del recipiente, los cuales están periódicamente suspendidos.

Escala de Agitación: (3-5).- Son los más característicos en la Industria Química para sólidos en suspensión. Este rango de la escala es típicamente usado para disolver sólidos.

Algunos de sus usos serían:

.- Suspender todos los sólidos, sacándolos de su asentamiento del fondo del recipiente.

.- Proveer uniformidad en todo o casi todo el recipiente.

Escala de Agitación: (6-8).- Estos niveles son para obtener el nivel de uniformidad de los sólidos en suspensión.

Así como también proveer uniformidad en la concentración de los sólidos en suspensión.

La respuesta dinámica requerida, en el nivel de los

sólidos en suspensión, encuentra más uso donde las partículas están suspendidas incompletamente; para valores altos en la respuesta dinámica, el flujo es prácticamente homogéneo. (Fig: 3).

La figura: 4, muestra los diferentes niveles de sólidos en suspensión.

Fig: 3a; Demuestra un bajo nivel en la respuesta dinámica, donde las partículas forman rellenos inestables en el fondo del recipiente por un tiempo, pero periódicamente se van barriendo del fondo.

Fig: 3b: Muestra un nivel de sólidos en suspensión, en donde todas las partículas sólidas están barridas fuera del fondo del recipiente, pero su distribución no es uniforme en todo el volúmen.

Fi: 3c: Indica un nivel de respuesta, en donde las partículas sólidas están homogéneamente distribuidas a un 98% de la altura del nivel del tanque.

La observación de las figuras: 3a y 3b, muestran que las partículas no tienen una concentración uniforme como función de la altura.

Para expresar la respuesta dinámica, para sólidos en suspensión, sería que al incrementar los niveles en la escala, indicaría un incremento en la uniformidad de las partículas sólidas en el fluido agitado. Cada incremento en la escala provocará una diferencia distinta en el nivel de los sólidos en suspensión.

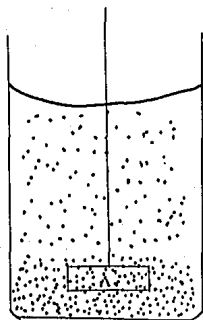


Fig: 3a.- Cinta inestable
sobre el fondo del reci-
piente.
Escala de Agitación: 0

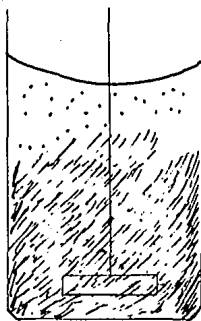


Fig:3b.- Partículas salen del
fondo del recipiente.
Escala de Agitación: 3

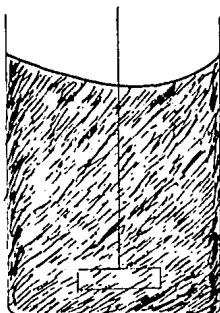


Fig: 3c.- Los sólidos están
distribuidos homogéneamente.
Escala de Agitación: 9.

Fig: 3:1.- Muestra visualmente los diferentes
niveles de sólidos en suspensión.

CAPITULO 4

PARTE EXPERIMENTAL

SIMBOLOGIA

- A: Acido esteárico.
- B: Potasa (KOH).
- C: Estearato de potasio.
- D; Agua.
- C_{AO} : Concentración inicial de ácido esteárico, mol/litro
- C_{BO} : Concentración inicial de potasa, mol/litro.
- C_A : Concentración de ácido esteárico, mol/litro.
- C_B : Concentración de potasa, mol/litro.
- X_A : Conversión de ácido esteárico.
- X_{A1} : Conversión de ácido esteárico a un determinado tiempo de reacción.
- N_1 : Normalidad de ácido clorhídrico, (HCl).

V_1 : Volúmen de HCl, gastado en la titulación, ml.

V_M : Volúmen de muestra, ml.

V_{KOH} : Volúmen de potasa, en la carga, ml.

V_A : Volúmen de ácido esteárico en la carga, ml.

V_T : Volúmen total de carga ($V_{KOH} + V_A$), ml.

N_B : Normalidad de KOH.

W_B : Cantidad muestreada, g.

V_B : Volúmen muestreado, ml.

ρ : Densidad de la mezcla de reacción, g/l.

RPM: Velocidad de agitación, RPM.

X_A : Conversión promedio de ácido esteárico.

t_{Rxn} : Tiempo de reacción, h.

D : Diferencia entre los datos experimentales.

\bar{D} : Promedio de las diferencias, D.

s(\bar{D}) : Desviación estándar del promedio de las diferencias, D.

T: Valor del estadístico equivalente a la χ^2 en la prueba de Friedman.

CONSTANTES FISICAS

 $PM_A: 288.47 \text{ g/mol}$ $PM_B: 56.11 \text{ g/mol}$ $\rho_A: 0.9376 \text{ g/l}$ $N_A: 0.1000 \text{ N}$ $N_B: 0.5190 \text{ N}$

PROCEDIMIENTO

Después de llevar a cabo las pruebas preliminares, (ver apéndice A), se escogió como plan de muestreo a utilizar, para seguir el transcurso de la reacción; por peso de muestras a diferentes tiempos de reacción.

Se arma el aparato.

Se calculan las concentraciones de los reactivos a utilizar.

Se selecciona la escala de agitación de trabajo.

Se sigue el transcurso de la reacción de la siguiente manera; a determinados T_{Rxn} se toma una muestra y se pesa, se le agregan 10 ml. de H_2O destilada y se titula con HCl 0.10 N.

El cambio en la titulación será de rosa a incoloro.

Con los ml. de HCl gastados se calcula la conversión de ácido esteárico X_A . (ver capítulo: 4).

Dimensiones del equipo utilizado:

Reactor de carga de 2 l de capacidad, (fig:4:1), de 12 cm de diámetro y 20.5 cm de altura, para pruebas preliminares.

Reactor de carga de 8 l de capacidad, (fig: 4:1.A), de 20 cm de diámetro y 28 cm de altura, para la parte experimental del presente estudio.

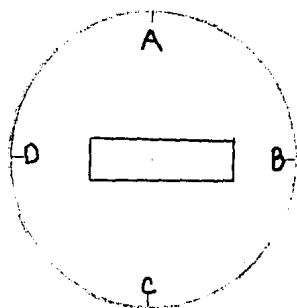
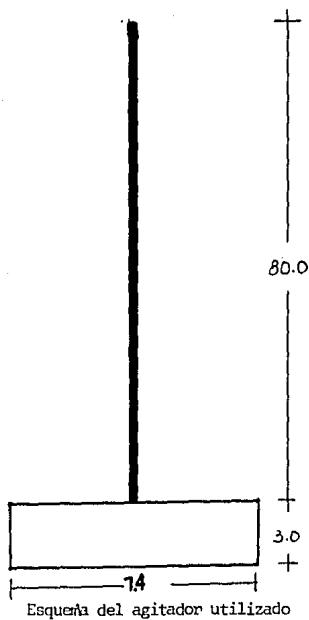
Los reactores fueron construidos de acero al carbón.

Un agitador tipo paleta de 7.4 cm de ancho y 3 cm de altura, la longitud de la flecha del agitador es de 80 cm.

El agitador fué colocado a 7 cm del fondo del reactor.

El nivel de muestreo, fué determinado colocando la pipeta de muestreo a 13 cm del fondo del reactor, y con 4 cm separada de la pared del reactor.

Fig: 4:0.- Dimensiones del equipo utilizado.



Vista aérea del reactor, y los puntos de muestreo, A,B,C, y D.

Fig: 4:1.- Reactor de carga, de 2 l de capacidad, 12 cm de diámetro y 20.5 cm de altura, para pruebas preliminares.

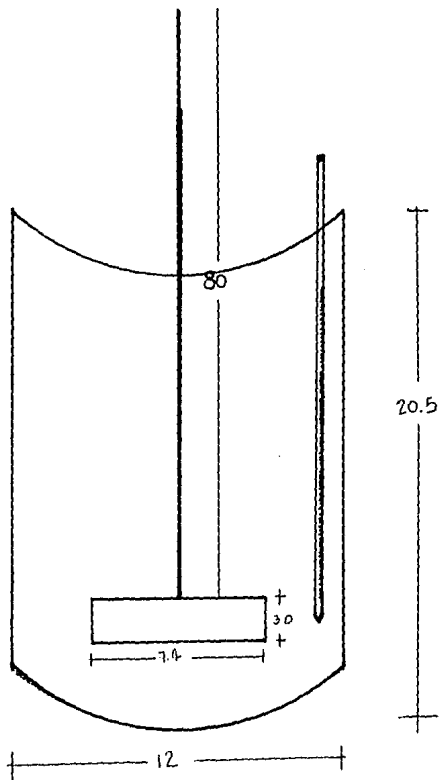
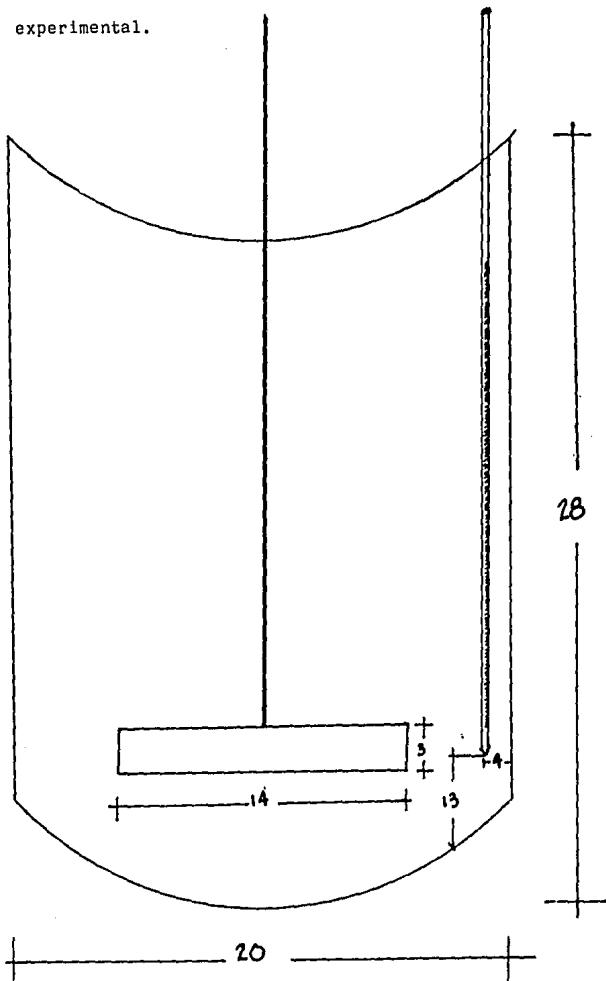
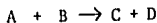


Fig: 4:1.A.- Reactor de carga, de 8 l de capacidad, 20 cm de diámetro y 28 cm de altura, para parte experimental.



CALCULO DE REACTIVOS

REACCION:



$$288.47 - 56.11$$

$$250 - x$$

$$x = 48.6272 \text{ g de KOH}$$

$$(0.05611) (0.5190) = 0.02912$$

$$V_{\text{KOH}} = \frac{48.6272}{0.02912} = 1670 \text{ ml} \quad V_A = \frac{250}{0.9376} = 267 \text{ ml}$$

$$V_T = V_{\text{KOH}} + V_A + 1937 \text{ ml agua}$$

$$V_T = 3873 \text{ ml} = 3.873 \text{ l}$$

$$\text{CARGA} \begin{cases} 250 \text{ g de A} \\ 1670 \text{ ml de B} \\ 1937 \text{ ml de agua} \end{cases}$$

$$250 \text{ g A} \Rightarrow 0.86664 \text{ mol A}$$

$$48.6272 \text{ g B} \Rightarrow 0.86664 \text{ mol B}$$

$$C_{A0} = \frac{0.86664}{3.873} = 0.22376 \text{ mol/l}$$

$$C_{B0} = \frac{0.86664}{3.873} = 0.22376 \text{ mol/l}$$

CONDICION

$$C_{A0} = C_{B0}$$

$$X_A = \frac{C_{B0}}{C_{A0}} - \frac{N_1 V_1}{C_{A0} V_M}$$

$$X_A = 1 - 0.446907 \frac{V_1}{V_M}$$

Tabla: 4.1.A. y 4.1.A.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0. Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 4.1.A.

t_{Rea} : 1 hora

RPM: 411

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
7.0	3.050	3.8125	0.179449
7.1	3.050	3.8125	0.167727
7.1	3.050	3.8125	0.167727
7.0	3.050	3.8125	0.179449

$$\bar{X}_A = 0.173588$$

Tabla: 4.1.A.R.

t_{Rea} : 1 hora

RPM: 411

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
7.2	3.050	3.8125	0.156005
7.1	3.050	3.8125	0.167727
7.0	3.050	3.8125	0.179449
7.2	3.050	3.8125	0.156005

$$\bar{X}_A = 0.164798$$

Tabla: 4.1.B y 4.1.B.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0. Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 4.1.B.

t_{Rxn} : 2 horas

RPM: 395

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
6.0	3.050	3.8125	0.296670
6.1	3.050	3.8125	0.284948
6.0	3.050	3.8125	0.296670
6.1	3.050	3.8125	0.284948

$$\bar{X}_A = 0.290804$$

Tabla: 4.1.B.R.

t_{Rxn} : 2 horas

RPM: 395

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
6.0	3.050	3.8125	0.296670
5.9	3.050	3.8125	0.308393
6.1	3.050	3.8125	0.284948
5.9	3.050	3.8125	0.308393

$$\bar{X}_A = 0.299601$$

Tabla: 4.1.D. y 4.1.D.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0. Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 4.1.C.

t_{Rxn} : 3:10 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
4.55	3.050	3.8125	0.466642
4.50	3.050	3.8125	0.472503
4.45	3.050	3.8125	0.478364
4.55	3.050	3.8125	0.466642

$$\bar{X}_A = 0.471037$$

Tabla: 4.1.C.R.

t_{Rxn} : 3:10 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
4.55	3.050	3.8125	0.466642
4.55	3.050	3.8125	0.466642
4.40	3.050	3.8125	0.484225
4.55	3.050	3.8125	0.466642

$$\bar{X}_A = 0.471037$$

Tabla: 4.1.D. y 4.1.D.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0. Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 4.1.D.

t_{Rxn} : 4:10 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
3.40	3.050	3.8125	0.601446
3.35	3.050	3.8125	0.607307
3.35	3.050	3.8125	0.607307
3.40	3.050	3.8125	0.601446

$$\bar{X}_A = 0.604376$$

Tabla: 4.1.D.R.

t_{Rxn} : 4:10 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
3.40	3.050	3.8125	0.601446
3.40	3.050	3.8125	0.601446
3.40	3.050	3.8125	0.601446
3.35	3.050	3.8125	0.601446

$$\bar{X}_A = 0.602911$$

Tabla: 4.1.E. y 4.1.E.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0.

Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 4.1.E.

t_{Rxn} : 5:10 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501

$$\bar{X}_A = 0.683501$$

Tabla: 4.1.E.R.

t_{Rxn} : 5:10 horas.

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.8	3.050	3.8125	0.671779
2.8	3.050	3.8125	0.671779
2.8	3.050	3.8125	0.671779
2.8	3.050	3.8125	0.671779

$$\bar{X}_A = 0.671779$$

Tabla: 4.1.F. y 4.1.F.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0. Velocidad inicial de agitación. = 411 RPM.

Tabla: 4.1.F.

 t_{Rxn} : 6:30 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.65	3.050	3.8125	0.683501

$$\bar{X}_A = 0.684966$$

Tabla: 4.1.F.R.

 t_{Rxn} : 6:30 horas

RPM: 393

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.6	3.050	3.8125	0.695224
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.65	3.050	3.8125	0.683501

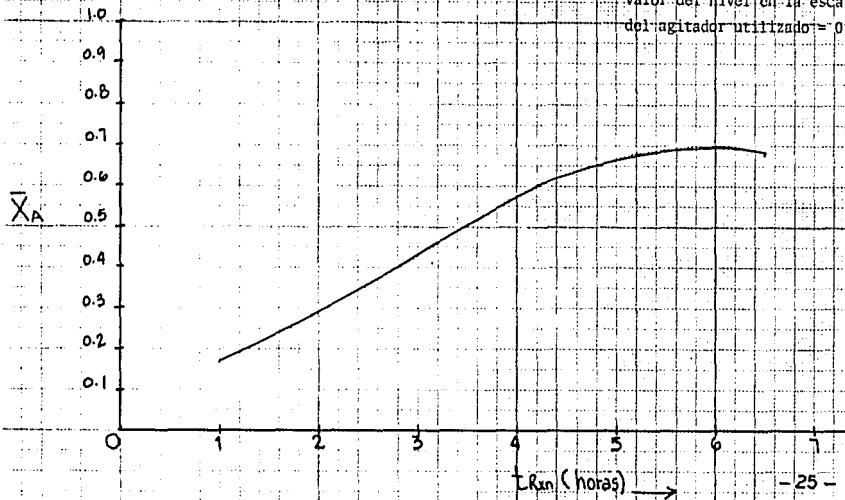
$$\bar{X}_A = 0.687897$$

Gráfica: 4:1.- Avance de reacción a 411 RPM.

Conversión X_A vs. t_{Rxn}

$A + B \rightarrow C + D$

Valor del nivel en la escala
del agitador utilizado = 0



- 25 -

Tabla: 4.2.B. y 4.2.B.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1. Velocidad de agitación inicial = 644 RPM.

Tabla: 4.2.A.

t_{Rxn} : 1 hora

RPM: 644

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
7.0	3.050	3.8125	0.179449
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.85	3.050	3.8125	0.197032
7.0	3.050	3.8125	0.179449

$$\bar{X}_A = 0.186775$$

Tabla: 4.2.A.R.

t_{Rxn} : 1 hora

RPM: 644

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
7.0	3.050	3.8125	0.179449
7.0	3.050	3.8125	0.179449
6.8	3.050	3.8125	0.202893
6.85	3.050	3.8125	0.197032

$$\bar{X}_A = 0.189705$$

Tabla: 4.2.B. y 4.2.B.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1. Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

Tabla: 4.2.B.

t_{Reac} : 2 horas

RPM: 568

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
6.2	3.050	3.8125	0.273226
5.8	3.050	3.8125	0.320115
5.7	3.050	3.8125	0.331837
5.9	3.050	3.8125	0.308393

$$\bar{X}_A = 0.308392$$

Tabla: 4.2.B.R.

t_{Reac} : 2 horas

RPM: 568

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
6.0	3.050	3.8125	0.296670
5.9	3.050	3.8125	0.308393
5.8	3.050	3.8125	0.320115
5.8	3.050	3.8125	0.320115

$$\bar{X}_A = 0.311323$$

Tabla: 4.2.C. y 4.2.C.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1. Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

Tabla: 4.2.C.

t_{Rxn} : 3:10 horas

RPM: 554

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
5.3	3.050	3.8125	0.378726
4.7	3.050	3.8125	0.449058
4.6	3.050	3.8125	0.460781
4.8	3.050	3.8125	0.437336

$$\bar{X}_A = 0.431475$$

Tabla: 4.2.C.R.

t_{Rxn} : 3:10 horas

RPM: 554

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
5.4	3.050	3.8125	0.367003
4.8	3.050	3.8125	0.437336
4.7	3.050	3.8125	0.449058
4.8	3.050	3.8125	0.437336

$$\bar{X}_A = 0.422683$$

Tabla: 4.2.D. y 4.2.D.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1.

Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

Tabla: 4.2.D.

t_{Reac} : 4:10 horas.

RPM: 550

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
4.0	3.050	3.8125	0.531113
3.9	3.050	3.8125	0.542836
3.9	3.050	3.8125	0.542836
3.9	3.050	3.8125	0.542836

$$\bar{X}_A = 0.539905$$

Tabla: 4.2.D.R.

t_{Reac} : 4:10 horas

RPM: 550

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
3.9	3.050	3.8125	0.542836
3.9	3.050	3.8125	0.542836
4.0	3.050	3.8125	0.531113
3.8	3.050	3.8125	0.554558

$$\bar{X}_A = 0.542835$$

Tabla: 4.2.E. y 4.2.E.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1.

Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

Tabla: 4.2.E. RPM: 550

t_{Rxn} : 5:10 horas

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057

$$\bar{X}_A = 0.660057$$

Tabla: 4.2.E.R.

t_{Rxn} : 5:10 horas

RPM: 550

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.85	3.050	3.8125	0.665918
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057

$$\bar{X}_A = 0.661522$$

Tabla: 4.2.F. y 4.2.F.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1. Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

Tabla: 4.2.F.

t_{Rxn} : 6:30 horas

RPM: 545

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683502

$$\bar{X}_A = 0.683501$$

Tabla: 4.1.F.R.

t_{Rxn} : 6:30 horas.

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501

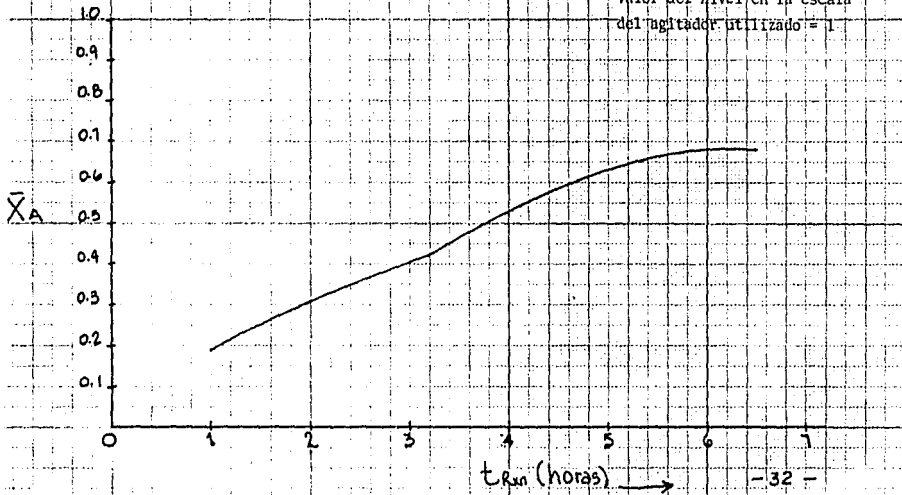
$$\bar{X}_A = 0.683501$$

Gráfica: 4:2: Avance de reacción a 644 RPM.

Conversión \bar{X}_A vs. t_{Rxn}

$A + B \rightarrow C + D$

Valor del nivel en la escala
del agitador utilizado = 1



-32-

Tabla: 4.3.A. y 4.3.A.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2. Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

Tabla: 4.3.A.

t_{Rxn} : 1 hora

RPM: 815

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.9	3.050	3.8125	0.191171

$$\bar{X}_A = 0.191171$$

Tabla: 4.3.A.R.

t_{Rxn} : 1 hora

RPM: 815

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.9	3.050	3.8125	0.191171
6.9	3.050	3.8125	0.191171

$$\bar{X}_A = 0.191171$$

Tabla: 4.3.B. y 4.3.B.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2. Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

Tabla: 4.3.B.

t_{Rxn} : 2 horas

RPM: 695

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
5.9	3.050	3.8125	0.308383
5.9	3.050	3.8125	0.308393
5.9	3.050	3.8125	0.308393
5.9	3.050	3.8125	0.308393

$$\bar{X}_A = 0.308393$$

Tabla: 4.3.B.R.

t_{Rxn} : 2 horas

RPM: 695

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
5.8	3.050	3.8125	0.320115
5.8	3.050	3.8125	0.320115
5.8	3.050	3.8125	0.320115
5.8	3.050	3.8125	0.320115

$$\bar{X}_A = 0.320115$$

Tabla: 4.3.C. y 4.3.C.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2.

Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

Tabla: 4.3.C.

t_{Rxn} : 3:10 horas

RPM: 638

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
3.8	3.050	3.8125	0.554558
3.8	3.050	3.8125	0.554558
3.8	3.050	3.8125	0.554558
3.8	3.050	3.8125	0.554558

$$\bar{X}_A = 0.554558$$

Tabla: 4.3.C.R.

t_{Rxn} : 3:10 horas

RPM: 638

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
3.8	3.050	3.8125	0.554558
3.8	3.050	3.8125	0.554558
3.8	3.050	3.8125	0.554558
3.8	3.050	3.8125	0.554558

$$\bar{X}_A = 0.554558$$

Tablas: 4.3.D. y 4.3.D.R.-Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2. Velocidad inicial de agitación: 815 RPM.

Tabla: 4.3.D.

t_{Rxn} : 4:10 horas

RPM: 634

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057

$$\bar{X}_A = 0.660057$$

Tabla: 4.3.D.R.

t_{Rxn} : 4:10 horas

RPM: 634

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.9	3.050	3.8125	0.660057
2.85	3.050	3.8125	0.665918
2.85	3.050	3.8125	0.665918

$$\bar{X}_A = 0.662987$$

Tabla: 4.3.E. y 4.3.E.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2. Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

Tabla: 4.3.E.

t_{Rxn} : 5.10 horas

RPM: 630

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501

$$\bar{X}_A = 0.683501$$

Tabla: 4.3.E.R.

t_{Rxn} : 5:10 horas

RPM: 630

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501
2.7	3.050	3.8125	0.683501

$$\bar{X}_A = 0.683501$$

Tabla: 4.3.F. y 4.3.F.R.- Datos obtenidos experimentalmente en la prueba original y en la réplica a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación. Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2. Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

Tabla: 4.3.F.

t_{Rxn} : 6:30 horas.

RPM: 630

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.65	3.050	3.8125	0.689363
2.65	3.050	3.8125	0.689363
2.65	3.050	3.8125	0.689363
2.60	3.060	3.8125	0.695224

$$\bar{X}_A = 0.690828$$

Tabla: 4.3.F.R.

t_{Rxn} : 6:30 horas

RPM: 630

V_1	W_B	V_B	X_{Ai}
2.65	3.050	3.8125	0.689363
2.65	3.050	3.8125	0.689363
2.65	3.050	3.8125	0.689363
2.65	3.050	3.8125	0.689363

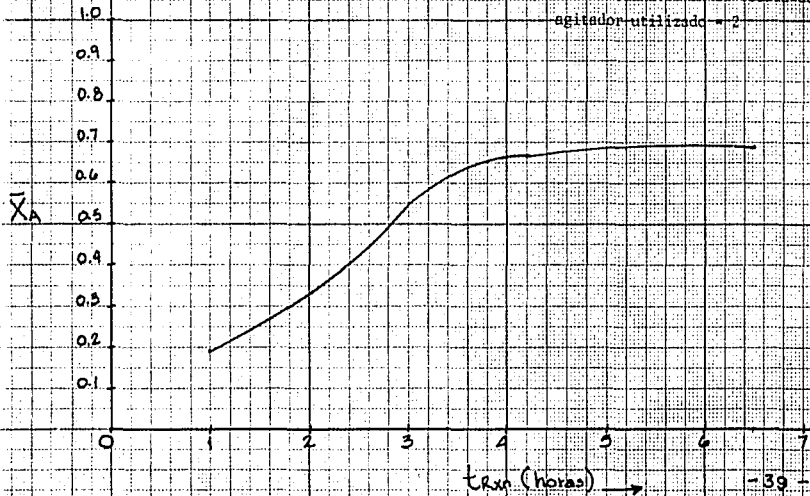
$$\bar{X}_A = 0.689363$$

Gráfica: 4.3.- Avance de reacción a 815 RPM.

Conversión X_A vs. t_{Rxn}

$A + B \rightarrow C + D$

Valor del nivel en la escala del
agitador utilizado = 2



- 39 -

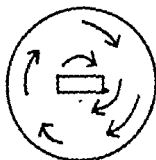
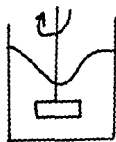
COMENTARIOS

Se observó un cambio en la velocidad de agitación del avanzar la reacción debido al cambio en la viscosidad de la mezcla de reacción.

El muestreo para la concentración de los sólidos en suspensión es difícil, porque se interrumpe el modelo de flujo, por el mecanismo de muestreo.

La uniformidad en la distribución de los sólidos en la suspensión puede comprobarse visualmente cuando se usa un recipiente transparente, como el que se empleó en las pruebas preliminares.

Para agitadores tipo hélice y de paletas planas, montados en ejes verticales centrados en tanques cilíndricos, se observa una fuerte tendencia del líquido a rotar como un todo, formando un vórtice alrededor del eje. Con el fin de evitar esto, se colocan baffles que corten las líneas de flujo circular.



En la reacción de saponificación al empezar a agitar, el vórtice que se forma es muy notorio, a medida que aumenta la velocidad de agitación se debe aplicar más potencia y el vórtice se va haciendo más profundo, hasta alcanzar la base del eje del impulsor.

A partir de ese momento, parte del impulsor se hace girar en el aire y por ésto el consumo de potencia empieza a disminuir. Pero transcurridos aproximadamente 10 minutos de reacción, el vórtice desaparece visualmente formándose una capa de espuma en la superficie de la mezcla de reacción.

La existencia de los cuatro baffles en el reactor, mejoran la agitación de la mezcla de reacción y, si hay suficiente potencia en el agitador no existen zonas muertas.

CAPITULO 5

TRATAMIENTO ESTADISTICO DE LOS DATOS EXPERIMENTALES

Los datos experimentales, fueron tratados estadísticamente, para estudiar su influencia sobre la reacción de saponificación de ácido estéarico, desde tres puntos de vista:

I.- La posición del punto de muestreo sobre el avance de la reacción.

II.- La repetitividad de los datos obtenidos originalmente con respecto a su réplica.

III.-Las tres velocidades de agitación utilizadas (RPM), sobre la reacción estudiada.

El tratamiento estadístico se hizo utilizando las pruebas de Smirnof, de Friedman y la t-student, ver apéndice C.

1.- INFLUENCIA DE LA POSICION DEL PUNTO DE MUESTREO SOBRE EL AVANCE DE REACCION.

Se utilizó la prueba de Friedman, para dos muestras relacionadas, ver apéndice C.

Tabla: 5:1.- Valores críticos c, para la prueba de Friedman, con tres grados de libertad a diferentes niveles de confianza.

G.L.	$\alpha_{0.995}$	$\alpha_{0.99}$	$\alpha_{0.975}$	$\alpha_{0.95}$	$\alpha_{0.90}$
3	12.8	11.3	9.35	7.81	6.25

Regla de Decisión:

Si $T \geq \chi^2_{(k-1)}$, se rechaza la hipótesis propuesta H_0 .

HIPOTESIS:

H_0 : El avance de reacción detectado en cada muestra *, para los diferentes tiempos de reacción, es igual para todos los puntos de muestreo.

H_1 : El avance de reacción detectado en cada muestra *, para los distintos tiempos de reacción, es diferente para todos los puntos de muestreo.

* : promedio de la prueba original y de la réplica.

Tabla: 5:1.A.- Resultados de la prueba de Friedman. Conversiones promedio de prueba original y de la réplica, a una misma velocidad de agitación, en diferentes puntos de muestreo (A,B,C y D) y tiempos de reacción. Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

t_{Rxn} : (Horas) (Bloque)	PUNTOS DE MUESTREO (TRATAMIENTO)			
	A	B	C	D
1:00	0.16773	0.16773	0.17364	0.16773
2:00	0.29667	0.29667	0.29081	0.29667
3:10	0.46664	0.46957	0.48129	0.46664
4:10	0.60144	0.60437	0.60437	0.60437
5:10	0.67764	0.67764	0.67764	0.67764
6:30	0.68936	0.68350	0.68350	0.68936

Asignando rangos a los tratamientos dentro de cada bloque.

t_{Rxn} : (Horas)	PUNTOS DE MUESTREO.				
	A	B	C	D	
1:00	2	2	3	2	
2:00	2	2	3	2	
3:10	1.5	3	4	1.5	
4:10	1	3	3	3	
5:10	2.5	2.5	2.5	2.5	
6:30	1.5	3.5	3.5	1.5	Σ
R_j	10.5	16	19	12.5	58
K_i	110.25	256	361	156.25	883.50

$$R_j = 883.5 \quad r = 6, k = 4$$

$$T = \frac{12}{(6)(4)(4 + 1)} (883.5) - 3(6)(4 + 1)$$

$$T = 1.65$$

Si $T \geq \chi^2_{(k-1)}$ se rechaza H_0 .

Como, $T = 1.65 < \chi^2_{(4-1)}$, a cualquier nivel de confianza de la tabla: 5:1. por lo tanto NO SE RECHAZA H_0 , y tenemos que, el avance de la reacción detectado en cada muestra, es igual para todos los puntos de muestreo, al nivel de agitación de 0.

Tabla: 5:1.B.- Resultados de la prueba de Friedman. Conversiones promedio de prueba original y de la réplica, a una misma velocidad de agitación, en diferentes puntos de muestreo (A,B,C y D) y tiempos de reacción.
Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

PUNTOS DE MUESTREO (TRATAMIENTO)				
$t_{R_{ij}}$: (Horas)	A	B	C	D
(Bloque)				
1:00	0.17945	0.18531	0.19996	0.18824
2:00	0.28495	0.31425	0.32598	0.31425
3:10	0.37286	0.44319	0.45492	0.43734
4:10	0.53697	0.53697	0.54283	0.54869
5:10	0.66005	0.66298	0.66005	0.66005
6:30	0.68350	0.68350	0.68350	0.68350

Asignando rango a los tratamientos dentro de cada bloque.

PUNTOS DE MUESTREO.					
$t_{R_{ij}}$: (Horas)	A	B	C	D	
1:00	1	2	4	3	
2:00	1	2,5	4	2,5	
3:10	1	3	4	2	
4:10	1,5	1,5	3	4	
5:10	2	4	2	2	
6:30	2,5	2,5	2,5	2,5	Σ
$R_{.j}$	9	15,5	19,5	16	60
$R_{i.}$	81	240,25	380,25	256	957,50

$$R_j = 957.50 \quad r = 6, \quad k = 4$$

$$T = \frac{12}{(6)(4)(4 + 1)} (957.5) - 3(6)(4 + 1)$$

$$T = 5.75$$

Si $T > \chi^2_{(k-1)}$ se rechaza H_0 .

Como, $T = 5.75 < \chi^2_{(4-1)}$, a cualquier nivel de confianza de la tabla: 5:1, por lo tanto NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS H_0 , y tenemos que, el avance de reacción detectado en cada muestra, es igual para todos los puntos de muestreo, al nivel de agitación de 1.

Tabla:- 5:1.C.- Resultados de la prueba de Friedman. Conversiones promedio de prueba original y de la réplica a una misma velocidad de agitación, en diferentes puntos de muestreo (A,B,C y D) y tiempos de reacción. Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

		PUNTOS DE MUESTREO (TRATAMIENTO)			
t_{Rcn} : (horas)	(Bloque)	A	B	C	D
	1:00	0.19117	0.19117	0.19117	0.19117
	2:00	0.31424	0.31424	0.31424	0.31424
	3:10	0.55428	0.55428	0.55428	0.55428
	4:10	0.66005	0.66005	0.66298	0.66298
	5:10	0.68350	0.68350	0.68350	0.68350
	6:30	0.68936	0.68936	0.68936	0.69229

Asignando rangos a los tratamientos dentro de cada bloque.

		PUNTOS DE MUESTREO				
t_{Rcn} : (Horas)		A	B	C	D	
	1:00	2.5	2.5	2.5	2.5	
	2:00	2.5	2.5	2.5	2.5	
	3:10	2.5	2.5	2.5	2.5	
	4:10	1.5	1.5	3.5	3.5	
	5:10	2.5	2.5	2.5	2.5	
	6:30	2	2	2	4	
	R_j	13.5	13.5	15.5	17.5	Σ 60
	R_j^2	182.25	182.25	240.25	306.25	911

$$R = 911 \quad r = 6, \quad k = 4$$

$$T = \frac{12}{(6)(4)(4 + 1)} (911) - 3(6)(4 + 1)$$

$$T = 1.10$$

Regla de decisión: Si $T \geq \chi^2_{(k-1)}$ se rechaza H_0 .

Como, $T = 1.10 < \chi^2_{(4-1)}$, a cualquier nivel de confianza de la tabla: 5:1, por lo tanto NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS H_0 , y tenemos que, el avance de reacción detectado en cada muestra, es igual para todos los puntos de muestreo, al nivel de agitación de 2.

RESUMEN:

A los tres niveles de agitación, el avance de la reacción detectado en la muestra es igual para todos los puntos de muestreo.

II.- REPETITIVIDAD DE LOS DATOS OBTENIDOS CON RESPECTO A SU REPLICA.

En este análisis se utilizaron las pruebas estadísticas de Smirnof y t-student, ver apéndice C.

Prueba de Smirnof: tablas: 5:3.A., 5:3.B., y 5:3.C.

Prueba t-student: tablas: 5:3.A.1., 5:3.B.1. y 5:3.C.1.

Tabla: 5:2.- Valores críticos para la prueba de Smirnof, a diferentes niveles de confianza.

α	Valores críticos, c
0.20	0.3090
0.10	0.3520
0.050	0.3930
0.020	0.4390
0.010	0.4710

Tabla: 5:3.- Valores críticos para la prueba t-student, a diferentes niveles de confianza.

α	Valores críticos, c
0.95	1.80
0.975	2.20
0.99	2.72
0.995	3.11
0.999	4.03

Reglas de decisión:

Smirnof: Si alguna diferencia $\bar{D} \geq c$, (valor crítico, tabla: 5:2), SE RECHAZA LA HIPOTESIS H_0 .

t-student: Si $t \geq c$, (Valor crítico, tabla: 5:3), SE RECHAZA H_0 .

HIPOTESIS:

H_0 : La conversión promedio calculada a un tiempo y velocidad de agitación, es igual en las dos réplicas. Existe repetitividad en los datos obtenidos.

H_1 : No existe repetitividad en los datos obtenidos experimentalmente.

Tabla: 5:3.A.- Diferencia entre conversión promedio de la muestra original y conversión promedio de la réplica, a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

$$\bar{D} = X_A - X_{AR}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado
= 0.

Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

t_{Rxn} (Horas)	RPM	DIFERENCIAS $\bar{D} = \bar{X}_A - \bar{X}_{AR}$
1:00	411	0.008792
2:00	395	0.008792
3:10	393	0.000000
4:10	393	0.001465
5:10	393	0.011722
6:30	393	0.002931

Como se observa, $\bar{D} < c$, en cualquier nivel de confianza (Tablas: 5:2), por lo tanto NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS H_0 . Por lo tanto, se concluye que EXISTE REPETITIVIDAD EN LOS DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE, a un nivel de agitación = 0, y velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 5:3.B.- Diferencia entre conversión promedio de la muestra original y conversión promedio de la réplica, a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_A - \bar{X}_{AR}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1.

Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

t_{Rxn} (Horas)	RPM	DIFERENCIAS $\bar{D} = \bar{X}_A - \bar{X}_{AR}$
1:00	644	0.002931
2:00	568	0.002931
3:10	554	0.008792
4:10	550	0.001465
5:10	550	0.002931
6:30	550	0.000000

Como se observa, $\bar{D} < c$, en cualquier nivel de confianza (Tabla:5:2), y NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H, y se concluye que EXISTE REPETITIVIDAD ENTRE LOS DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE, a un nivel de agitación = 1, y velocidad inicial de agitación = 644.

Tabla: 5:3.C.- Diferencia entre conversión promedio de la muestra original y conversión promedio de la réplica, a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_A - \bar{X}_{AR}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2.

Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

t_{Rxn} (Horas)	RPM	DIFERENCIAS $\bar{D} = \bar{X}_A - \bar{X}_{AR}$
1:00	815	0.000000
2:00	695	0.011722
3:10	638	0.000000
4:10	634	0.002930
5:10	630	0.000000
6:30	630	0.001465

Como se observa, $\bar{D} < c$, a cualquier nivel de confianza (Tabla:5:2), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que, EXISTE REPETITIVIDAD ENTRE LOS DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE, a un nivel de agitación = 2, con velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

RESUMEN:

A los tres niveles de agitación en los que se trabajó, la conversión promedio calculada a un tiempo y velocidad de agitación, es igual en las dos réplicas, existe repetitividad entre los datos obtenidos experimentalmente.

Tabla: 5:3.A.1.-Resultados obtenidos, para la prueba t-student del promedio de las diferencias ente conversión promedio de la muestra original y de la réplica, a una misma velocidad de agitación y diferentes tiempos de reacción.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0.

Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

$$\begin{aligned}\bar{D} &= 0.005617 \\ s(\bar{D}) &= 0.0032 \\ t &= 1.7941\end{aligned}$$

Como, $t = 1.7941 < c$, (valor crítico tabla:5:3), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Se concluye que EXISTE REPETITIVIDAD ENTRE LOS DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE, a un nivel de agitación = 0, y velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

Tabla: 5:3.B.1.-Resultados obtenidos, para la prueba t-student del promedio de las diferencias entre conversión promedio de la muestra original y de la réplica, a una misma velocidad de agitación y diferentes tiempos de reacción.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1.

Velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

$$\begin{aligned}\bar{D} &= 0.003175 \\ s(\bar{D}) &= 0.002017 \\ t &= 1.57\end{aligned}$$

Como, $t = 1.57 < c$, (valor crítico tabla:5:3), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Se concluye que EXISTE REPETITIVIDAD ENTRE LOS DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE, a un nivel de agitación = 1, y velocidad inicial de agitación = 644 RPM.

Tabla: 5:3.C.1.-Resultados obtenidos, para la prueba t-student del promedio de las diferencias entre conversión promedio de la muestra original y de la réplica, a una misma velocidad de agitación y diferentes tiempos de reacción.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 2.

Velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

$$\begin{aligned}\bar{D} &= 0.002686 \\ s(\bar{D}) &= 0.0031 \\ t &= 0.9324\end{aligned}$$

Como, $t = 0.9324 < c$, (valor crítico tabla: 5:3), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Se concluye que EXISTE REPETITIVIDAD ENTRE LOS DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE, a un nivel de agitación = 2, y velocidad inicial de agitación = 815 RPM.

RESUMEN:

En los tres niveles de agitación en los que se trabajó, la conversión promedio calculada a un tiempo de reacción y velocidad de agitación, es igual en las dos réplicas, existe repetitividad entre los datos obtenidos experimentalmente.

INFLUENCIA DE LAS TRES VELOCIDADES DE AGITACION SOBRE EL AVANCE DE LA REACCION ESTUDIADA.

Para efectuar el tratamiento estadístico de la influencia del parámetro estudiado, velocidad de agitación, (RPM), se hizo la comparación entre las tres velocidades de agitación utilizadas, en las combinaciones de: (411,644), (411,815), (644,815) RPM.

Para este estudio se utilizaron las pruebas estadísticas de Smirnof y s-student, ver apéndice C.

Prueba de Smirnof: tablas: 5:5.A., 5.5.B., y 5.5.C.

Prueba t-student: tablas: 5.5.A.1., 5.5.B.1., y 5.5.C.1.

Las tablas de los valores críticos para estas pruebas están en las tablas: 5:2 para la prueba de Smirnof y 5:3 para la t-student.

REGLA DE DECISION:

Smirnof: Si alguna diferencia $D \geq c$ (valor crítico, tabla:5:2), SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 .

t-student: Si $t \geq c$ (valor crítico, tabla:5:3), SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 .

HIPOTESIS:

H_0 : El parámetro velocidad de agitación, (RPM), NO influye para el avance de reacción promedio.

H_1 : El parámetro velocidad de agitación, (RPM), SI influye para el avance de reacción promedio.

Tabla: 5.5.A.- Diferencia entre conversión promedio, considerando original y réplica, a un mismo tiempo de reacción y diferente velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_{A0} - \bar{X}_{A1}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0 y 1.

Velocidades iniciales de agitación = 411 y 644 RPM.

t_{Rxn} (Horas)	DIFERENCIAS $\bar{D} = \bar{X}_{A0} - \bar{X}_{A1}$
1:00	0.020513
2:00	0.014655
3:10	0.043958
4:10	0.062273
5:10	0.016851
6:30	0.002930

Como, cualquier diferencia $\bar{D} < c$ (tabla:5:2), por lo tanto, NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que el parámetro velocidad de agitación no influye para el avance de reacción promedio en los niveles de 0 y 1, en las velocidades iniciales de 411 y 644 RPM.

Tabla: 5.5.A.1.-Diferencia entre conversión promedio, considerando original y réplica, a un mismo tiempo de reacción e igual velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_{A0} - \bar{X}_{A1}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0 y 1.

Velocidades iniciales de agitación = 411 y 644 RPM.

$\bar{D} = 0.02686$ $s(\bar{D}) = 0.0148$ $t = 1.76$
--

Como $t = 1.76 < c$ (tabla:5:3), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que, el parámetro velocidad de agitación no influye para que la reacción promedio transcurra en los niveles de 0 y 1 y en un rango de 411 a 644 RPM.

Fig: 5:1.A - Gráfica de \bar{X}_A vs. t_{Rxn}
Avance de reacción a dos diferentes
velocidades de agitación y al mismo t_{Rxn} .
Velocidades iniciales de agitación:
411 y 644 RPM.

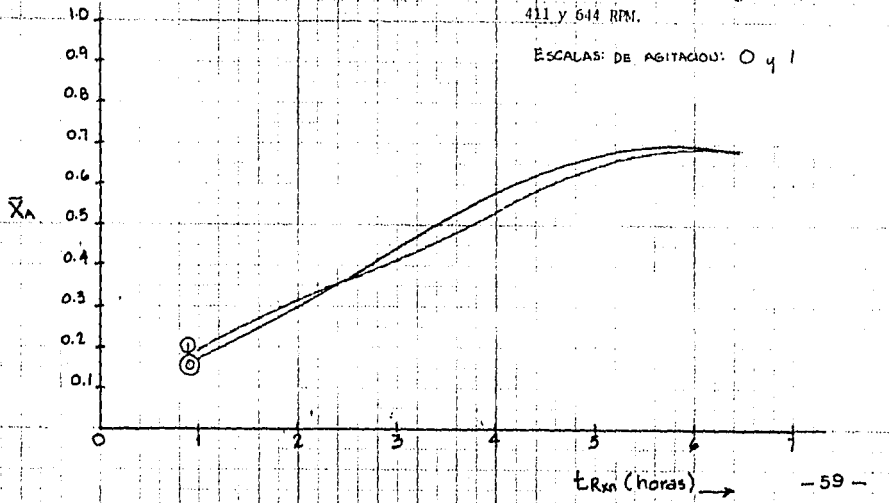


Tabla: 5.5.B.- Diferencia entre conversión promedio, considerando original y réplica, a un mismo tiempo de reacción y diferente velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_{AO} - \bar{X}_{A1}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0 y 2.

Velocidades iniciales de agitación = 411 y 815 RPM.

t_{Reacn} (Horas)	DIFERENCIAS $\bar{D} = \bar{X}_{AO} - \bar{X}_{A2}$
1:00	0.021979
2:00	0.019047
3:10	0.083521
4:10	0.057879
5:10	0.005861
6:30	0.003664

Como, cualquier diferencia $\bar{D} < c$ (Tabla:5:2), por lo tanto, NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que el parámetro velocidad de agitación no influye para el avance de reacción promedio en los niveles de 0 y 2, y en las velocidades iniciales de 411 y 815 RPM.

Tabla: 5.5.B.1.-Diferencia entre conversión promedio, considerando original y réplica, a un mismo tiempo de reacción e igual velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_{A0} - \bar{X}_{A2}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0 y 2.

Velocidades iniciales de agitación = 411 y 815 RPM.

$\bar{D} = 0.03199$ $s(\bar{D}) = 0.0216$ $t = 1.48$
--

Como $t = 1.48 < c$ (valor crítico tabla:5:3), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que el parámetro velocidad de agitación no influye para que la reacción promedio transcurra en los niveles de agitación de 0 y 2 y dentro del rango de 411 a 815 RPM.

Fig. 5.1.B.- Gráfica de X_A vs. t_{Rm} .

Avance de reacción a dos diferentes
velocidades de agitación y al mismo t_{Rm} .
Velocidades iniciales de agitación:
411 y 815 RPM.

Escala de Agitación: 0 y 2.

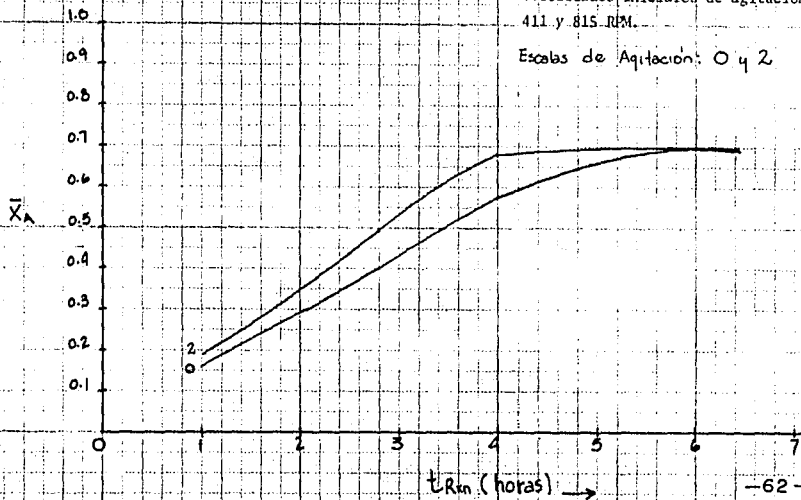


Tabla: 5.5.C.- Diferencia entre conversión promedio, considerando original y réplica, a un mismo tiempo de reacción y diferente velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_{A1} - \bar{X}_{A2}$$

Valores del nivel en la escala del agitador utilizado = 1 y 2.

Velocidades iniciales de Agitación = 644 y 814 RPM.

t_{Rxn} (Horas)	DIFERENCIAS $\bar{D} = \bar{X}_{A1} - \bar{X}_{A2}$
1:00	0.001466
2:00	0.004392
3:10	0.127479
4:10	0.120152
5:10	0.022712
6:30	0.006594

Como, $\bar{D} < c$ (Tabla:5:2), por lo tanto, NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que el parámetro velocidad de agitación no influye para el avance de reacción promedio en los niveles de 1 y 2, y en las velocidades de 644 y 815 RPM.

RESUMEN:

en las tres combinaciones entre los niveles de agitación; el parámetro velocidad de agitación (RPM), no influye para el avance de reacción promedio.

Tabla: 5.5.C.1.-Diferencia entre conversión promedio, considerando original y réplica, a un mismo tiempo de reacción e igual velocidad de agitación.

$$\bar{D} = \bar{X}_{A1} - \bar{X}_{A2}$$

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 1 y 2.

Velocidades iniciales de agitación = 644 y 815 RPM.

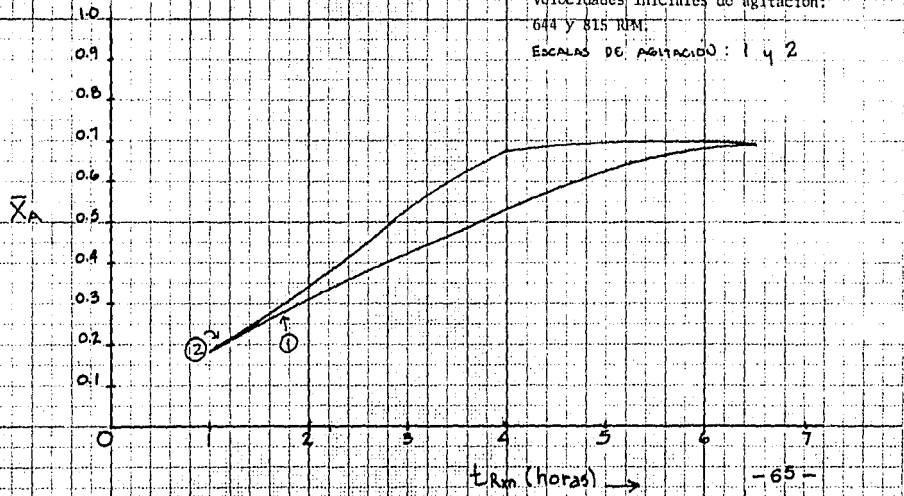
$\bar{D} = 0.04713$ $s(\bar{D}) = 0.0404$ $t = 1.16$
--

Como, $t = 1.16 < c$ (valor crítico tabla: 5:3), NO SE RECHAZA LA HIPOTESIS PROPUESTA H_0 . Y se concluye que el parámetro velocidad de agitación no influye para que transcurra la reacción promedio, dentro de los niveles de 1 y 2 y en un rango de 644 a 815 RPM.

RESUMEN:

En las tres combinaciones entre los niveles de agitación; el parámetro velocidad de agitación (RPM), no influye para el avance de reacción promedio.

Fig. 5.1.C.- Gráfica de X_A vs. t_{Rm}
 Avance de reacción a dos diferentes
 velocidades de agitación y al mismo t_{Rm}
 Velocidades iniciales de agitación:
 644 y 815 RPM.
 ESCALAS DE AGITACIÓN: 1 y 2



CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

El estudio experimental realizado en el presente trabajo, mostró que las tres variaciones hechas en la velocidad de agitación no influyen, para que la reacción de saponificación de ácido esteárico ocurra a temperatura ambiente.

Con las tres velocidades de agitación, quedó probado que en ese rango, dentro del reactor la mezcla de reacción alcanza un cierto grado de uniformidad, que sirve para que el avance de reacción transcurra de una manera uniforme y que los datos experimentales sean repetitivos, para obtener resultados más confiables.

La reacción se llevó a cabo en un medio de sólidos en suspensión, dentro del rango de velocidad de agitación con que se trabajó, se logra mantener a los sólidos de ácido esteárico suspendidos y fuera del fondo del recipiente, para lograr la distribución de reactivos y poder llevar a cabo la reacción de saponificación de ácido esteárico.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Gates, E. Lewis, Henley L. Terry.
How to select the optimum turbine.
Liquid Agitation / 1.
Chemical Engineering, December 8, 1975.

- 2.- Dickey David S. and Fenic John C.
Dimensional analysis for fluid agitation systems.
Liquid Agitation / 2.
Chemical Engineering, January 5, 1976.

- 3.- Dickey David S. and Fenic John C.
Fundamentals of Agitation.
Liquid Agitation : 3.
Chemical Engineering, February 2, 1976.

- 4.- Hicks W. Richard, Morton Jerry R. and Fenic John C.
How to design atitators for desired process respon-
se.
Liquid Agitation / 4.
Chemical Engineering, April 26, 1976.

- 5.- Gates, Lewis E, Morton Jerry R. and Fondy Phillip L.
Selecting agitator systems to suspend solids in liquids.
Liquid Agitation / 5.
Chemical Engineering, May 24, 1976.

- 6.- Hill Steven R. and Kime Donald L.
How to specify drive trains for turbine agitators.
Liquid Agitation : 7.
Chemical Engineering, August 2, 1976.

- 7.- Ramsey Wayne D. and Zoller Gerald C.
How to design of shafts, seals and impeller affect agitator performance.
Liquid Agitation : 8.
Chemical Engineering, August 30, 1976.

- 8.- Gates Lewis E. Hicks Richard W. and Dickey David S.
Application guidelines for turbine agitators.
Liquid Agitation : 12.
Chemical Engineering, December 6, 1976.

- 9.- Química orgánica, general y aplicada.
Tomo II.
Segunda Edición.
Editorial: Gustavo Gili, 1972.
- 10.- Erwin Kreyszig.
Introducción a la estadística matemática.
Editorial Limusa.
- 11.- Morrison and Boyd.
Química Orgánica.
Fondo Educativo Interamericano.
- 12.- Enciclopedia de tecnología Química.
Tomos, I, IX, XVII y XIX.
Editorial Board, 1972.

APENDICE A

PRUEBAS PRELIMINARES

Las pruebas preliminares se hicieron con el fin de encontrar un plan adecuado de muestreo, para estudiar el transcurso de la reacción de saponificación de ácido esteárico.

Al transcurrir la reacción, por efecto de la agitación se va formando espuma y ésto provoca error al hacer el muestreo, porque existe un error en el volúmen muestreado, por el aire que queda englobado.

Se buscó un método que disminuyera la cantidad de aire englobada y que la cantidad de volúmen muestreado fuera constante durante el transcurso de la reacción.

Para lograr lo anterior, se efectuaron varias pruebas bajo la condición de que las concentraciones de los reactivos fueran en relación equimolar.

Los resultados obtenidos se presentan a continuación, numerados por tablas y con sus respectivas conclusiones.

PROCEDIMIENTO

Después de llevar a cabo las pruebas preliminares, el plan de muestreo a utilizar, para seguir el transcurso de la reacción es tomando muestras a diferentes t_{Rxn} e ir las pesando.

Se arma el aparato.

Se selecciona la escala de agitación de trabajo.

Se calculan y preparan las concentraciones de los reactivos.

Se introducen en el reactor.

En una probeta limpia y seca, previamente pesada, se toman 10 ml. de muestra del reactor sin agitar y se pesa, para saber la cantidad muestreada en gramos y conocer la densidad de la mezcla de reacción sin agitar para posteriormente ver si permanece constante durante el transcurso de la reacción.

Se enciende el agitador.

Se muestrea a diferentes intervalos de tiempo previamente establecidos, de la siguiente manera:

Se mide la velocidad de agitación con la ayuda de un tacómetro.

En cuatro vasos de precipitado, limpios y secos, previamente pesados e identificados, a diferentes t_{Rxn} , se toman cuatro muestras de diferentes puntos del reactor y se pesan, (W_B) en gramos y se calcula el volumen real muestreado, (V_B) en ml.

Se procede a titular agregando 10 ml. de H_2O destilada en cada vaso, y tres gotas de fenolftaleína como indicador, se titula con HCl 0.10 N y se anotan los ml. de HCl gastados (V_1).

El cambio será de rosa a incoloro.

Se continúa muestreando en diferentes tiempos, hasta llegar a un t_{Rxn} de 6 h.

Se apaga el agitador.

Se descarga el producto formado.

Enjuagar el equipo para la siguiente prueba.

Tabla: A-1.

Valor en la escala del agitador utilizado = 0.

Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

t_{Rxn} (min)	V_2 (ml)	X_A	C_A	C_B
10	6.3	0.8106	0.0630	0.2333
20	13.9	0.5821	0.1390	0.5147
30	17.7	0.4679	0.1770	0.6554
60	12.7	0.6182	0.1270	0.4703
90	9.4	0.7174	0.0940	0.3481
120	9.3	0.7204	0.0930	0.3443
130	7.7	0.7685	0.0770	0.2851
140	9.7	0.7084	0.0970	0.3592
160	8.9	0.7325	0.0890	0.3296
200	8.4	0.7475	0.0840	0.3110

t_{Rxn} : Tiempo transcurrido de reacción. (min).

V_2 : ml. de HCl gastados en la titulación.

X_A : Conversión de ácido esteárico.

C_A : Concentración de ácido esteárico, ml/litro.

C_B : Concentración de potasa, (KOH), mol/litro.

En esta prueba se buscó algún medio que facilitara la titulación, a algún solvente que no afectara a los reactivos ni al producto formado de la reacción.

Se escogió el agua. El agua disuelve al estearato de potasio formado, pero muy lentamente, el ácido esteárico libre es insoluble en agua y la potasa (KOH) está en solución acuosa, por consiguiente la titulación se lleva a cabo de una manera aceptable, con un error despreciable.

A la muestra tomada, se le agregan 10 ml. de agua destilada y tres gotas de fenolftaleína como indicador y se titula con HCl 0.1 N.

Los valores obtenidos arrojan un error debido al aire englobado en la muestra tomada, y ésto se debe al método de muestreo utilizado.

Se pensó en seguir el transcurso de la reacción sacando la muestra y pesarla, considerando que la densidad de la muestra permanecía constante a través del tiempo.

Este procedimiento se describe y se lleva a cabo

en la siguiente prueba.

A la muestra tomada se le agregaron 10 ml de agua destilada y esto facilitó la titulación.

Tabla: A-2.

Valor del nivel en la escala del agitador utilizado = 0

Velocidad inicial de agitación = 411 RPM.

$$\rho_{\text{solución sin agitar}} = \frac{m}{v} = \frac{10.1}{10.0} = 1.010 \text{ g/ml}$$

Donde:

V_B : Volumen real muestreado, ml.

W_B : Peso de la cantidad muestreada, g

ρ_B : Densidad de la muestra, g/ml

$$V_B = \frac{W_B}{\rho_B} = \frac{10}{10.1}$$

t_{Rxn} (min)	V_2	W_B	V_B	X_A	ρ_B
60	11.1	3.6	3.56	0.064	1.0100
110	10.7	2.6	2.57	0.094	1.0099
160	7.4	2.5	2.48	0.101	1.0100
200	5.7	2.3	2.28	0.247	1.0100
260	5.7	2.2	2.18	0.213	1.0100
300	5.7	2.2	2.18	0.213	1.0100

t_{Rxn} : tiempo transcurrido de reacción, min.

V_2 : ml. de HC1 gastados en la titulación.

X_A : Conversión de ácido esteárico.

ρ_B : Densidad de la mezcla de reacción, g/ml

Esta prueba se hizo con el fin de ver si durante el transcurso de la reacción la densidad de la mezcla de reacción permanecía constante.

Primeramente, se sacó la densidad de la mezcla de reacción sin agitar, tomando 10 ml. (V_2), y ver qué peso en gramos ocupan esos 10 ml, para después determinar el valor de la densidad y tomarlo como referencia posterior en las otras muestras.

Después que se dejó transcurrir la reacción durante 3:20 horas, se observó que la densidad de la mezcla de reacción permanecía constante.

Aquí se consideró despreciable la cantidad de aire englobado.

Este método de muestreo se escogió para hacer la parte experimental de este trabajo.

APENDICE B

TEORIA DE AGITACION

Existen sistemas homogéneos y heterogéneos, en donde los objetivos buscados son numerosos.

Sistema líquido de una sola fase:

Este sistema supone condiciones homogéneas y el objetivo puede ser la mezcla de dos o más líquidos miscibles, ya sea puros o en soluciones, o bien facilitar procesos de transferencia de calor, para homogeneizar temperaturas en el sistema, o, provocar calentamiento o enfriamiento (transferencia de, o hacia, el exterior).

Sistema sólido--líquido:

Es un sistema heterogéneo, en los objetivos pueden ser: dispersiones de una fase en otra, ya sea para solubilizar o incrementar áreas interfaciales en reacciones químicas o procesos difusionales, como también, facilitar transferencia de calor entre las fases de, o hacia, el exterior.

Hay tres tipos de operaciones que involucran el problema de agitación:

- 1.- Contacto gas-líquido.
- 2.- Incremento de transferencia de calor de las paredes del recipiente.
- 3.- Incremento en el rango de transferencia de masa, entre sólidos y líquidos o dos líquidos inmiscibles.

Existen, además de éstas, otras muchas aplicaciones, ésto incluye: mezcla de líquido con líquido, gas con líquido, etc.

proceso resultante requerido:- Después de definir la cantidad de material que va a hacer agitado, es necesario un estudio del proceso resultante requerido.

El resultado, en un proceso de la agitación de un fluido, puede ser descrito por un rango muy amplio de términos de Ingeniería Química como: rango de transferencia de calor, masa, tiempo de mezclado, grado de mezclado, rango y campo de reacción. Es a menudo, imposible predecir con exactitud la respuesta deseada del proceso, pero sí, al menos predecir en una forma satisfactoria.

Si el proceso resultante no puede ser definido, se puede hablar del grado de agitación deseado, adoptando un nuevo término denominado: respuesta dinámica, la respuesta dinámica describe la agitación en puros términos físicos.

La respuesta dinámica para mezclado y movimiento, sólidos en suspensión, o dispersión de gases, es la velocidad de la masa del fluido, nivel de los sólidos en suspensión y grado de dispersión del gas, respectivamente.

Para ilustrar estos conceptos, un bajo nivel en la

respuesta dinámica en mezclado y movimiento sería una velocidad mínima en todo el fluido agitado, mientras que, a un nivel alto en la respuesta dinámica, serían velocidades muy altas.

En sólidos en suspensión: un nivel bajo en la respuesta dinámica correspondería a un movimiento mínimo de sólidos sobre el fondo del recipiente, y así, a un bajo nivel en la respuesta dinámica, correspondería en un sistema gas-líquido, a un burbujeo de gas ascendiendo rápidamente a la superficie del líquido, y pobremente distribuido en la fase líquida, a un nivel alto en la respuesta dinámica correspondería a un burbujeo de gas muy bien dispersado y distribuido en todo el recipiente.

La respuesta dinámica ha sido referida para una escala de agitación. Ver capítulo 3:4.

.AGITADORES: ALGUNOS TIPOS GENERALES.

Un agitador, es un aparato mecánico, que produce el movimiento directo de un fluido, por la acción de los rotores.

La fig: B-1, muestra a algunos de los tipos de agitadores usados en la industria.

A continuación se hace una breve descripción, de los dos tipos de agitadores usados en el presente estudio.

1.- Agitador: tipo paleta; usado en las pruebas preliminares y en la parte experimental.

De gran sencillez en su construcción, consiste de dos o más paletas de diámetro apreciable (40 a 80)% del diámetro del tanque, horizontales o verticales montados sobre un eje. Empujan al material, o crean un flujo netamente circular alrededor del eje de rotación, manteniendo a las capas adyacentes en sus respectivos planos horizontales con muy poco o nada de mezcla entre ellas.

- .- Circula radialmente, no circula vertical, al menos que se usen baffles.
- .- Trabaja a un amplio rango de viscosidad.
- .- No se ensucia tan fácilmente.
- .- La capacidad de flujo, puede ser alta, para varios grados de elevación (el grado de elevación es igual al diámetro del tanque).

El rango de velocidad puede agruparse como sigue:

Velocidad alta: 1750 RPM.- Para fluidos de baja viscosidad como el agua.

Velocidad Media: 1150 RPM: para fluidos con viscosidad media, tales como jarabes y barnices.

Velocidad Baja: 420 RPM: Para fluidos con alta viscosidad, como aceites y pinturas.

La eficiencia de la agitación es generalmente alta

(40-60%) para velocidad baja de 400 RPM. y baja de (25-45%) para velocidades de 1750 a 1150 RPM.

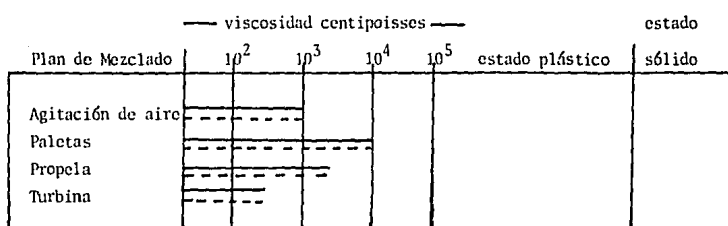


Fig: B-1.- Algunos tipos de agitadores usados en la Industria.

----- Procesos de Carga
 ----- Procesos Contínuos

2.- Agitador: tipo: Propela:-

- .- Circula con flujo axial paralelo a la flecha, y su modelo de flujo es modificado con baffles.
- .- Opera en un amplio rango de velocidades.
- .- provoca una acción de agitación muy buena a altas velocidades.
- .- A bajas velocidades, el flujo establecido no es fácilmente destruido.
- .- Es económico en cuanto a fuerza.
- .- Generalmente, su limpieza es fácil.
- .- Su operación, es dificultosa, cuando se quiere localizar dentro del recipiente a algún punto, para obtener un rendimiento óptimo.
- .- No es efectivo en líquidos muy viscosos, sólo en operaciones especiales.

Si un agitador, está localizado completamente cerca del fondo del recipiente, el flujo es convertido a radial. En un sistema con baffles, el flujo del impulsor es axial. Los baffles inadecuados o colocados incorrectamente, pueden causar una operación ineficiente de agitación.

Los efectos sobre el proceso de un cambio en la operación del sistema de agitación, (impulsores, baffles etc.), es la medición final del rendimiento del sistema.

Generalmente, como el tamaño del sistema incrementa el flujo del impulsor, por un arreglo en la fuerza o potencia interna, se incrementará más rápido, como si hubiera turbulencia en el sistema. Aún con el mismo grado de turbulencia, no es seguro que el efecto de agitación, transferencia de masa, etc., sea el mismo a lo largo del sistema.

Una vez analizado ésto, puede ser determinado si el proceso resultante es controlado, por flujo o turbulencia.

APENDICE C

TRATAMIENTO ESTADISTICO DE LOS DATOS EXPERIMENTALES

Para el tratamiento estadístico de los datos experimentales, se utilizaron tres pruebas estadísticas:

- 1.- Prueba de Smirnof.
- 2.- Prueba t-student.
- 3.- Prueba de Friedman.

1.- Prueba de Smirnof: Es utilizada para comparar dos pruebas experimentales tomadas de la misma población, y ver si existe diferencia significativa entre ellas.

La prueba consiste en:

- .- Calcular la diferencia entre los valores a comparar (conversión X_{Ai}) a un mismo tiempo de reacción.
- .- Sacar su valor absoluto.
- .- Comparar la diferencia obtenida D , con el valor crítico de la tabla:5:2, a un nivel de significancia escogido.
- .- Si la diferencia experimental es mayor o igual que el valor crítico, se rechaza la hipótesis nula H_0 .

Esta prueba se caracteriza, por tener mucha holgura en sus valores críticos.

2.- Prueba s-student:

Condición: Son dos conjuntos de datos apareados, que proceden del mismo sujeto y método.

Por medio de esta prueba, se compara la diferencia observada entre promedios, con la variabilidad entre los datos, medida por la desviación estándar, para ver si la diferencia entre ellos es significativa.

La prueba consiste en calcular la desviación estándar $s(\bar{D})$ y calcular el valor de t y compararlo con el valor crítico de la tabla: 5:3.

La prueba se hizo con la suposición de que las conversiones promedio de las muestras hechas por pares es igual, y la diferencia entre ellas es igual a cero.

Donde:

t = valor experimental s-student.

$$t = \frac{\bar{D} - 0}{s(\bar{D})}$$

D = Diferencia entre los valores comparados.

$$\bar{D} = \sum D/n$$

$$s(\bar{D}) = \sqrt{\frac{\sum (D - \bar{D})^2}{n-1}}$$

\bar{D} = Diferencia promedio.

n = tamaño de la muestra.

$$n-1 = \text{grados de libertad} = 12 - 1 = 11$$

3.- Prueba de Friedman: (para más de dos muestras relacionadas).

La prueba de Friedman pertenece a las pruebas de rango, y los datos en que se basa esta prueba son:

Se aplican K tratamientos a una serie de datos que constituyen un bloque y se repite el proceso para cada uno de los bloques (r).

Los r bloques son seleccionados aleatoriamente de

la población.

ESTADÍSTICO: Dentro de cada bloque se asignan rango a los tratamientos.

$$R(Y_{ij}) = 1, 2, \dots, k.$$

$$R_j = \sum_{i=1}^n R(Y_{ij})$$

R_j = Suma de los rangos asignados al tratamiento j en los r bloques.

El estadístico T es:

$$T = \frac{12}{rk(k+1)} \sum_{j=1}^k R_j^2 - 3r(k+1)$$

Regla de decisión: Se usa una aproximación de la χ^2

Se rechaza H_0 si $T \geq \chi^2$

Grados de libertad = $k - 1 = 4 - 1 = 3$

valores críticos tabla: 5:1

La prueba de Friedman, en el presente estudio se aplica de la siguiente manera:

Datos:

$K(\text{tratamiento}) = \text{puntos de muestreo (A,B,C,D)}.$

$r(\text{bloque}) = t_{Rxn} \text{ (horas).}$

$Y_{ij} = \text{Conversión promedio a un mismo } t_{Rxn} \text{ y}$
punto de muestreo.

$t_{k,n}$ bloque (i)	(k) Puntos de muestreo (tratamiento)			
	1	2	3	4
1:00	X_{A1}	X_{A2}	X_{A3}	X_{A4}
2:00	$X_{A1} \dots$	X_{A2}	X_{A3}	X_{A4}
3:10	X_{A1}	X_{A2}	X_{A3}	X_{A4}
4:10	X_{A1}	X_{A2}	X_{A3}	X_{A4}
5:10	X_{A1}	X_{A2}	X_{A3}	X_{A4}
6:30	X_{A1}	X_{A2}	X_{A3}	X_{A4}

Se asignan rangos a los tratamientos dentro de cada bloque y se efectúen los siguientes cálculos.

$$\sum_1^6 R_1; r=6, k=4 \quad \sum_1^6 R_1^2 =$$

$$T = \frac{12}{(6)(4)(4+1)} \sum_1^6 R_1^2 - 3(6)(4+1)$$

$$\chi^2 = \frac{NS^2}{\sigma^2} = \frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + \dots + (x_n - \bar{x})^2}{\sigma^2}$$

$$s^2(\bar{x}) = \frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}$$

$$\sigma^2(x) = \frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n}$$

Prueba de Smirnof:

Se utilizó para estudiar la repetitividad de los datos obtenidos.

Esta prueba se aplica de la siguiente manera:

Sacar la conversión promedio \bar{X}_A de los datos experimentales obtenidos originalmente.

Sacar el valor de \bar{X}_{AR} de las réplicas.

Estas conversiones promedio se calculan a un mismo t_{Rxn} e igual velocidad de agitación.

Sacar el valor de $\bar{D} = \bar{X}_A - \bar{X}_{AR}$, y su valor absoluto si \bar{D} tiene un valor negativo. Comparar la \bar{D} calculada con los valores críticos de la tabla:5:2 con un total de 48 observaciones.

La otra aplicación de la prueba de Smirnof fué para estudiar la influencia de la agitación sobre la reacción estudiada.

Se aplica, haciendo una comparación entre las tres velocidades de agitación utilizadas, haciendo una combinación de la siguiente manera:

(411,644), (411,815), y (644,815) RPM.

Se aplica de la siguiente manera:

Se saca el valor de \bar{X}_A de los ocho datos obtenidos experimentalmente a una misma velocidad de agitación y tiempo de reacción.

Sacar el valor de \bar{D} entre las velocidades a comparar a un mismo tiempo de reacción.

Sacar el valor absoluto se el valor de \bar{D} es negativo.

Comparar el valor de \bar{D} obtenido con los valores críticos de la tabla:5:2, y rechazar la hipótesis si $\bar{D} \geq c$ (valor crítico tabla:5:2).

Prueba t-student.

Esta prueba es muy estricta en sus valores críticos.

Se aplica de la siguiente manera:

Se calcula \bar{X}_A a diferentes tiempos de reacción e igual velocidad de agitación.

Se calcula \bar{D} a una misma velocidad de agitación y tiempo de reacción.

Se calcula $s(\bar{D})$.

Se calcula el valor de t .

Se compara el valor de t con los valores críticos de la tabla: 5:3. al nivel de confianza escogido.

Si $t \geq c$ (valor crítico tabla:5:3) se rechaza H_0 .

Para estudiar la influencia de las tres velocidades de agitación sobre la reacción estudiada, se utilizó la prueba de t-student de la siguiente manera:

Se aplica bajo la suposición de que la diferencia entre las conversiones promedio es igual a cero, entre las tres velocidades de agitación a comparar.

(411,644), (411,815) y (644,815) RPM.

Se toman en cuenta los ocho datos obtenidos originalmente, a un mismo tiempo de reacción y velocidad de agitación.

Se seleccionan las velocidades a comparar.

Se calcula el valor de \bar{X}_A a un mismo tiempo de reacción y velocidad de agitación.

Se calcula el valor de \bar{D} a un mismo tiempo de reacción y diferente velocidad de agitación.

Se calcula el valor del promedio global de las diferencias \bar{D} .

Se calcula la desviación estándar, $s(\bar{D})$.

Se calcula el valor de t .

Se compara el valor obtenido de t con valor crítico tabla:5:3 al nivel de confianza escogido.

Si t calculad $\geq c$ (valor crítico tabla:5:3) se rechaza la hipótesis H_0 .