

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

"DISEÑO DE UN REACTOR PARA LA
FUSION ALCALINA DE LA SAL DE
KOCH EN EL PROCESO DE OBTENCION
DEL ACIDO H⁺".

JUAN ANTONIO MIGLIANO MAURE

INGENIERO QUIMICO

1969



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 esta 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.

Jurado asignado originalmente según el tema:

PRESIDENTE	Ing. Jaime Keller Torres.
VOGAL	Ing. Jorge Robles Glenn.
SECRETARIO	Ing. Juan Bosco Boué.
1er. SUPLENTE	Ing. Ma. Elena Eternod Palacios.
2do. SUPLENTE	Ing. Lucía Arciniega Carrillo.

Sitio donde se desarrollo el tema: México, D.F.

SUSTENTANTE: Juan Antonio Migliano Maure.

Firma. *J Keller*

ASESOR DEL TEMA: Ing. Jaime Keller Torres.

Firma. *J Keller*

INTRODUCCION.

El desarrollo industrial de México en el ramo de los pigmentos y colorantes ha tomado un gran auge en los últimos veinte años.

Las fábricas elaboran sus productos a partir de intermediarios de importación, lo cual encarece la producción nacional, haciéndose imperativo la fabricación de dichos intermediarios en México, acordes a nuestra política de integración nacional.

Las técnicas empleadas en la producción de intermediarios son tradicionales y de una tecnología relativamente sencilla, que no ha variado en el transcurso de los años, pues aún no ha sido posible llevar a cabo estas reacciones en forma continua.

El objetivo que se pretende estudiar en esta tesis es el último reactor del proceso de obtención del ácido H (8 amino 1 naftol 3,6 disulfónico) a partir del naftaleno, o sea el reactor que efectúa la fusión alcalina -

de la sal de Koch (8 amino 1,3,6 naftalentrissulfonato de sodio).

El ácido H es el intermediario derivado del naftaleno que mayor empleo tiene en la industria de colorantes, con excepción del 2 naftol.

GENERALIDADES.

En la obtención del ácido H se emplean una serie de procesos químicos, los cuales iremos describiendo brevemente con el objeto de comprender mejor la síntesis de este importante derivado del naftaleno, así como del reactor tema de esta tesis.

En el proceso partimos de naftaleno y lo ~~trifluor~~fonamos en tres pasos sucesivos, el primero a presión atmosférica y a una temperatura de $160 - 165^{\circ}\text{C}$ con ácido sulfúrico (96%) en proporciones equimoleculares o en ligero exceso (1), con lo cual damos preferencia a la introducción del grupo sulfónico en posición β ; luego se efectúan las siguientes sulfonaciones según las reglas de (2) Armstrong y Wynne que establecen que por sulfonación directa dos sulfogrupos no pueden ocupar entre sí posiciones orto, para o peri, lo cual para el naftaleno limita a cuatro el número de sulfó substituyentes.

La segunda sulfonación es menos exotérmica (3)

que la primera y se lleva a cabo con oleum (66%) a presión atmosférica y a 25 - 30°C con el objeto de inducir la substitución a una posición α , obteniéndose principalmente los derivados 1,6 y 1,7 naftalen disulfónicos (4,5) a esta misma masa reaccionante se le calienta hasta una temperatura de 160 - 170°C y pasa por un rearrreglo molecular el derivado 1,7 a 2,7 casi totalmente durante el calentamiento (3,6,7,8) y llevándose a cabo la trisulfonación a esa temperatura, siendo los derivados 1,6 y 2,7 los únicos que permiten obtener el ácido 1,3,6 naftalen trisulfónico, mismo que no puede sulfonarse posteriormente para obtener el derivado tetrasulfonado.

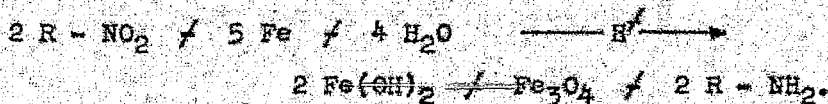
Investigadores rusos (9) concluyeron que la máxima eficiencia obtenible del ácido 1,3,6 naftalen trisulfónico es de 65%, aunque no se alcanza el equilibrio. (10 y 11).

Al ácido 1,3,6 naftalen trisulfónico se le nitrifica posteriormente, llevando este proceso a cabo a temperatura ambiente o moderada (50 - 60°C) con ácido nítrico (66%), el grupo nitro se introducirá en el naftalen derivado según las reglas de Hodgson y Ward (12) que establecen que el grupo nitro tiende a entrar en posición α , si esta se encuentra ocupada tomará una posición peri como primera opción o el carbono cinco como segunda; además establecen que los grupos nitro y sulfo inhiben la nitrificación.

ción del carbono adyacente, lo que limita a cuatro el máximo número de nitro o sulfo derivados del naftaleno.

Después el nitro derivado es reducido a amino derivado por medio del sistema de Béchamp, o de reducción por fierro. (13). Esta reducción se basa en el poder reductor del hidrógeno nascente producido por la acción de la limadura de fierro con el agua, fuertemente activados por la presencia de iones hidrógeno suministrados por el medio ácido.

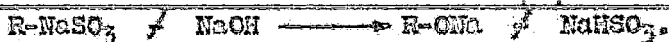
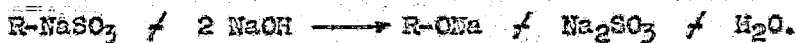
La reacción efectuada es:



Después de remover el exceso de ácido sulfúrico con cal, la sal de Koch se precipita por saturación de la solución con sal común.

La sal de Koch así obtenida se pasa luego al reactor donde se efectúa la fusión alcalina, tema de esta tesis.

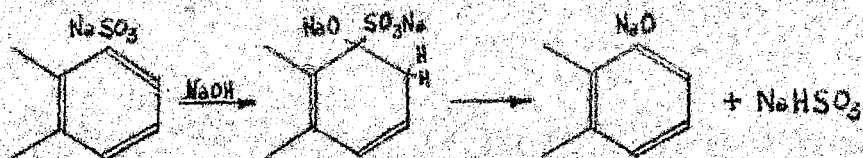
La reacción efectuada podría establecerse simplemente así:



en realidad es más compleja de lo que estas reacciones re

presentan, siendo en todo caso más representativa la segunda reacción.

Vorozhtzof (14) sugirió un mecanismo en el cual el hidróxido de sodio se adiciona a la doble ligadura adyacente al sulfogruppo, con la subsecuente eliminación de bisulfito de sodio. La evidencia de este mecanismo no es concluyente debido al comportamiento poco ortodoxo propuesto para el hidróxido de sodio.



Makolkin (15) hizo experimentos con reactivos producidos con isótopos para estudiar el mecanismo de la reacción pero no llegó a resultados concluyentes.

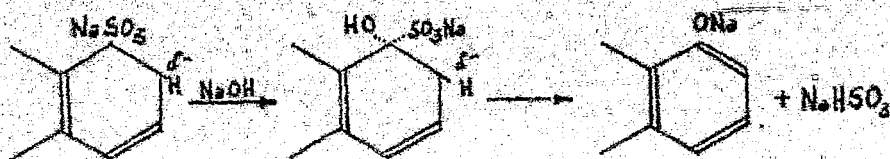
Parece razonable el pensar que una mezcla que contiene grandes cantidades de iones hidroxilo, sean estos atraídos al carbono con menor densidad electrónica, que será el carbono α debido a que el sulfogruppo que posee y al núcleo bencénico que tiene adjunto le debilitan electrónicamente favoreciendo el ataque nucleofílico de la hidrólisis con sosa.

La adición del grupo hidroxilo forma el complejo de transición, que se estabilizará al efectuarse la

substitución mediante la eliminación del ion bisulfito.

Este mecanismo no deja de ser una especulación aún no comprobada debido a que no ha sido posible aislar el complejo formado y estudiarlo.

De la teoría podríamos suponer razonablemente que se trata de una reacción de sustitución nucleofílica que se comporta como de primer orden por un efecto aparente de solvólisis (16) debido a la gran cantidad de sosa presente, lo cual hace suponer que la velocidad de reacción sea solo una función apreciable de la concentración de la sal de Koch y no de la concentración de sosa.



La suposición de este mecanismo es congruente con los datos reportados por químicos alemanes (17) que en experimentaciones variaron la concentración de sosa entre 20 y 30% sin afectar ni el rendimiento ni la calidad del producto obtenido.

Estos mismos químicos trataron de llevar a cabo la fusión alcalina en forma continua pero encontraron que el bisulfito de sodio que se precipita obstruye los tubos del reactor, en las bajas temperaturas necesarias para la obtención del ácido H (18), y que a mayores temperaturas

este mismo proceso dará el ácido 4,5 dihidroxi 2,7 naftalen diantrónico, comercialmente llamado ácido cromotrópico, de menor importancia industrial.

La reacción de fusión alcalina se lleva a cabo en autoclave, bajo condiciones reguladas, de modo que solo el sulfogrupos sea substituido por el grupo hidroxilo si esta reacción se llevara a cabo a temperaturas mayores de 180°C, que es la empleada comunmente, produciríamos también la hidrólisis del grupo amino y obtendríamos el ácido cromotrópico.

La gran importancia que tiene el ácido H como intermediario esta basada en que posee tanto el grupo amino como el grupo hidroxilo, que le sirven como diazocomponentes y como componentes de enlace; además que le permiten hacer enlaces de diazotación selectivos según el rango de pH al cual se trabaje, siendo la posición 7 favorecida a pH de 5 a 7, y la posición 2, que es la posición orto respecto al grupo hidroxilo, favorecida a pH de 8 a 10 (19).

DISEÑO DEL REACTOR

Por estudios del mercado nacional (20) se ha previsto un requerimiento de 110 toneladas anuales de ácido H.

Debido a que la producción del ácido H, como se ha visto, involucra una larga cadena de procesos químicos suponemos en forma conservadora 250 días hábiles por año para planear el reactor, y que solo se efectuará un lote diario, lo que nos permite establecer un amplio margen para expansión y un programa satisfactorio de mantenimiento para el equipo.

Según datos reportados por la tecnología se procesarán una mol de sal de Koch por cada cuatro moles de sosa (21), en solución al 25%, para obtener la sal sódica del ácido H.

El proceso se lleva a cabo en una autoclave con agitación continua, durante 7 horas, a una temperatura de 180°C, lo que eleva la presión interna del reactor entre 7 y 8 atmósferas.

En la práctica para la obtención de 440 kg. día

rios de ácido H, hace falta procesar 2040 kg del lodo que contiene aproximadamente 1820 kg de sal de Koch, siendo lo demás humedad e impurezas, fruto de los procesos químicos anteriores; y agregarles 2560 kg de solución de sosa al 25%, equivalente a 640 kg de sosa anhidra.

Se decide que para una producción más uniforme y una demanda más constante de servicios, se diseñarán dos reactores gemelos que procesarán cada uno 2300 kg de material reaccionante. Para tener un equipo más ligero se elige un reactor cuyo diámetro interno y altura de la sección recta sean iguales.

De acuerdo con la técnica se diseña el reactor de fierro colado gris, con tapa del mismo material, encastrado y con agitador de tipo de ancla, rozante a la pared, para facilitar así la homogeneidad de la mezcla reaccionante y la transmisión de calor.

Para el cálculo del volumen de reacción se determinó en el laboratorio la densidad de la mezcla reaccionante, suponiendo que no existen contracciones de volumen durante la reacción, esta densidad es 1.43 gr/cm^3 .

Se determina que el reactor debe tener un diámetro y una altura de la sección recta de 127 cm. (50"), con fondo y tapa torisféricas.

DISEÑO DEL RECIPIENTE DE REACCION

El material designado para el diseño del recipiente es fierro gris colado clase 60 ASME. En los cálculos se empleará un factor de seguridad de 5 sobre el esfuerzo último a la tensión; lo que nos ampliará el margen de seguridad aconsejado por Brownell & Young (22) de 4 para recipientes a presión contruidos con material frágil, y sobre el código ASME (23) de 4 sobre el mínimo esfuerzo a la tensión separado a la temperatura máxima de operación.

1) DISEÑO DE LA SECCION RECTA.

Empleemos la fórmula dada por el código ASME para recipientes a presión de pared delgada.

$$t = \frac{PR}{SE - 0.6P} \quad \neq 0.$$

t.- Espesor de pared. in.

P.- Presión de diseño, emplearemos 1.5 veces la presión de trabajo, despreciando la presión hidrostática. psig

R.- Radio interno del recipiente. in.

S.- Máximo esfuerzo disponible. psi.

E.- Eficiencia de soldadura o colado.

C.- Tolerancia por corrosión. in.

$$t = \frac{180 \times 25}{(60000 \pm 0.2 \pm 0.8) - 0.6 \times 180} \quad \neq 0.125$$
$$= 0.6 \text{ in. (1.53 cm).}$$

11) DISEÑO DEL FONDO Y LA TAPA.

Se seleccionaron cabezas toriesféricas, del mismo material, con un radio en la sección de transición de 6% del radio del casquete. Según la fórmula del código ASME el espesor de pared será:

$$t = \frac{0.885 PR'}{SE - 0.1P} \quad \text{✓} \quad C.$$

R'.- Radio de curvatura del casquete. in.

$$t = \frac{0.885 \times 180 \times 48}{(60000 \times 0.2 \times 0.8) - 0.1 \times 180} \quad \text{✓} \quad 0.125$$
$$= 0.925 \text{ in. } (2.35 \text{ cm}).$$

111) DISEÑO DE LA BRIDA DE LA TAPA.

La brida seleccionada será del tipo de anillo simple lo que facilita el obtenerla en forma integral en el colado.

Se calcula según el método desarrollado por Waters, Rossheim, Weststrom y Williams (24).

Nomenclatura empleada:

A.- Diámetro externo de la brida. in.

Ab.- Area actual de sección de tornillos. in².

Am.- Area mínima de tornillos. in².

B.- Diámetro exterior del recipiente. in.

b.- Asiento efectivo del empaque. $b = \frac{1}{3} b_o^{\frac{1}{3}}$. in.

bo.- Ancho del empaque. in.

C.- Diámetro del centro de los tornillos en la brida. in.

- D.- Diámetro interno del recipiente. in.
- di.- Diámetro interno del empaque. in.
- do.- Diámetro externo del empaque. in.
- E.- Distancia radial. $\frac{1}{2}(A - C)$. in. (Tabla II).
- fb.- Máximo esfuerzo disponible para los tornillos. psi.
- f.- Máximo esfuerzo disponible para la brida. psi.
- G.- Diámetro medio del empaque. in.
- go.- Espesor del recipiente. in.
- H.- Fuerza hidrostática total. lb.
- Hd.- Fuerza hidrostática en el área interna de la brida.
- hd.- Distancia radial. $\frac{1}{2}(C - B)$.
- Hg.- Fuerza. $W - H$. lb.
- hg.- Distancia radial. $\frac{1}{2}(C - G)$. in.
- Hp.- Carga para mantener la junta en operación. lb.
- Ht.- Fuerza $H - Hd$. lb.
- ht.- Distancia radial $\frac{1}{2}(hd / hg)$. in.
- K.- Relación A/D.
- m.- Factor de empaque. (Tabla I)
- Ma.- Momento producido por los tornillos sin presión interna. $W.h_g$ lb-in.
- Md.- Momento de la presión hidrostática en el área interna de la brida. $Hd.h_d$ lb-in.
- Mg.- Momento del efecto neto de la fuerza de los tornillos y la fuerza hidrostática total. $Hg.h_g$ lb-in.
- Mo.- Momento total sobre la brida en operación. lb-in.

Mt.- Momento del efecto neto de la fuerza hidrostática total y la fuerza hidrostática en el área interna de la brida. Mt.h_t lb-in.

p.- Presión de diseño. psi.

R.- Distancia radial. $\frac{1}{2}(C - B)$. in. (tabla II).

t.- Espesor de la brida. in.

W.- Carga de los tornillos en la brida. lb.

W₁- Carga de los tornillos para las condiciones máximas de operación. lb.

W₂- Carga de los tornillos requerida, a temperatura ambiente y sin presión interna. lb.

Y.- factor que es función de A/D.

y.- Carga de asentamiento del empaque. psi. (Tabla 1).

μ.- Relación de Poisson.

Datos requeridos:

Presión de trabajo: 117.6 psig. (8 atmósferas).

Presión de diseño: 150 psig. (10.2 atmósferas).

Temperatura de diseño: 400°F (204.4°C).

Diámetro del recipiente: 50 in. (127 cm.)

Espesor del recipiente: 0.6 in. (1.53 cm)

Máximo esfuerzo disponible en la brida: 15000 psi.

Material de la brida: Hierro gris colado clase 60 ASME.

Máximo esfuerzo disponible en los tornillos: 20000 psi.

Material de los tornillos: ASTM A - 193 grado B - 7.

Empaque: Asbesto.

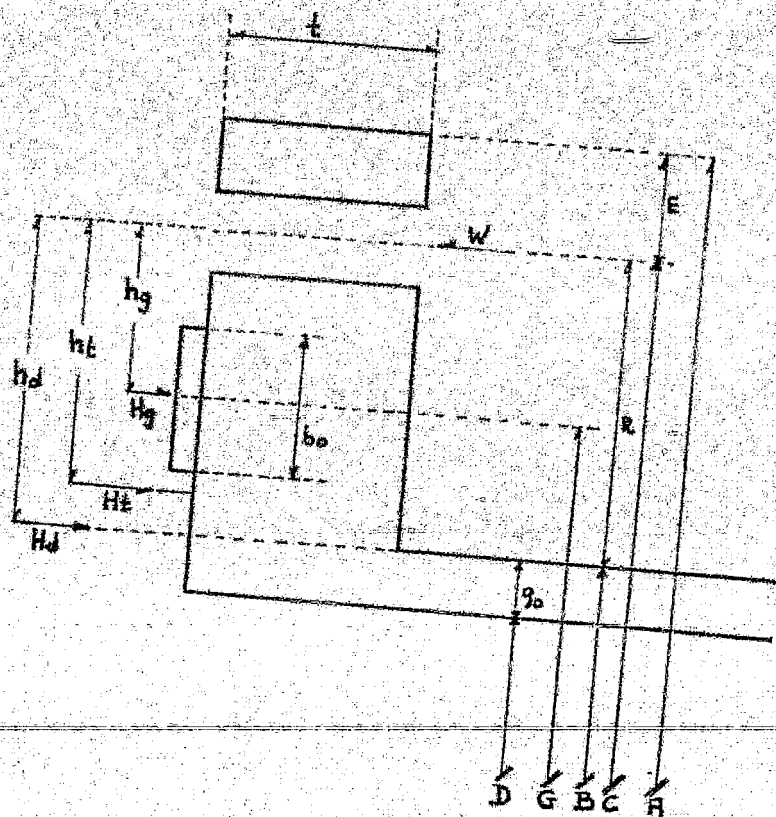


TABLA I

Material de empaque y especificaciones.	Factor de empaque m	Mínima carga de asentamiento. Y
Hule, Dureza menor de 75 Shore	0.50	0
Dureza mayor de 75 Shore	1.00	200
Asbesto con soporte. Grueso 1/8"	2.00	1600
Grueso 1/16"	2.75	3700
Grueso 1/32"	3.50	6500
Hule con fibra de Algodón	1.25	400
Fibra vegetal	1.75	1100
Metal plano. Aluminio	4.00	8800
Cobre o bronce	4.75	13000
Hierro suave	5.50	18000
Monel	6.00	21800
Acero inoxidable	6.50	26000

TABLA II

Tamaño de Tornillo	Mínima distancia radial R	Tamaño de ceja. E
7/8"	1 1/4"	15/16"
1 "	1 3/8"	1 1/16"
1 1/8"	1 1/2"	1 1/8 "
1 1/4"	1 3/4"	1 1/4 "
1 3/8"	1 7/8"	1 3/8 "

a) Cálculo del empaque

Se decide emplear empaque de asbesto de $1/8"$ (3.25 mm) de grueso.

$$\frac{d_o}{d_i} = \sqrt{\frac{y - km}{y - p(\pi + 1)}}$$

De la tabla 1, se encuentra que: $m = 2.00$ y $p = 1600$

$$\text{entonces: } \frac{d_o}{d_i} = \sqrt{\frac{1600 - 150 \times 2}{1600 - 150 \times 3}} = 1.06$$

Assumiendo el diámetro interno del empaque $d_i = 51.5"$ (130.8 cm). luego $d_o = 1.06 \times 51.5 = 54.75"$ (139 cm).

$$\text{ancho del empaque: } b_o = \frac{1}{2}(d_o - d_i) = \frac{1}{2}(54.75 - 51.5) = 1.625" (4.13 \text{ cm})$$

$$\text{Diámetro medio del empaque: } G = d_i + \frac{1}{2}(d_o - d_i)$$

$$G = 51.5 + \frac{1}{2}(54.75 - 51.5) = 53.125"$$

b) Cálculo de los tornillos

$$\text{Carga para asentar el empaque: } W_2 = bW_Gy.$$

$$W_2 = 0.6372 \times 3.1416 \times 53.125 \times 1600 = 170182 \text{ lb.}$$

Carga para mantener el empaque en operación:

$$H_p = 2bW_{Gmp} = 2 \times 0.6372 \times \pi \times 53.125 \times 2 \times 150 = 63818 \text{ lb.}$$

$$\text{Carga debida a la presión interna: } H = 0.7854 G^2 p$$

$$H = 0.7854 \times (53.125)^2 \times 150 = 332491 \text{ lb.}$$

$$\text{Carga de operación: } W_1 = H + H_p$$

$$W_1 = 332491 + 63818 = 396309 \text{ lb.}$$

Como $W_1 > W_2$ será la carga que controle.

Area mínima de sección de tornillos: $A_m = W_1 / F_b$

$$A_m = 356309 / 20000 = 19.815 \text{ in}^2.$$

Se selecciona la cantidad y tamaño de tornillos, de manera que satisfaga esta area requerida y se aproxime la cantidad de tornillos al múltiplo de cuatro superior, con el objeto de facilitar la simetría, tanto al construir el reactor como al apretar los tornillos.

De tablas (25) sacamos el tamaño y la sección unitaria de los tornillos estandar.

Tamaño	Area unitaria	Tornillos req.	Tornillos reales
7/8"	0.419 in ²	47.3	48
1 "	0.551 in ²	35.95	36
1 1/8"	0.693 in ²	28.6	32

De estas selecciones se decide emplear la de 36 tornillos de 1".

Area real de la sección de tornillos:

$$A_b = 36 \times 0.551 = 19.836 \text{ in}^2.$$

Mínimo ancho de empaque que puede emplearse:

$$\frac{A_{brb}}{2 \pi r_g} = \frac{19.836 \times 20000}{2 \times 1600 \times \pi \times 53.125} = 0.7426" \text{ aprox. } 3/4"$$

y se emplea 1 5/8", lo que da amplio margen.

a) Dimensionalización de la brida.

El diámetro de los centros de los tornillos sobre la brida, de manera que sean accesibles para poder

nipularlos con herramientas comunes.

$$C = D \div 2(1.415 S_0 \div R).$$

$C = 50 \div 2(1.415 \times 0.6 \div 1.375) = 54.443''$ usamos $54 \frac{1}{2}''$ equivalentes a 138.4 cm.

Diámetro externo de la brida: $A = C \div 2 \cdot B$.

$$A = 54.5 \div 2(1 \frac{1}{16}) = 56.625'' \quad (143.8 \text{ cm})$$

c.1) Cálculo de momentos.

Para poder calcular el espesor de la brida es necesario evaluar todos los esfuerzos a los cuales está sometida.

Esfuerzo de los tornillos en la brida, sin considerar la presión interna.

$$W = \frac{1}{2}(A_b \div A_m) F_b$$

$$W = \frac{1}{2}(19.815 \div 19.836) \times 20000 = 396515 \text{ lb.}$$

brazo de palanca correspondiente: $h_g = \frac{1}{2}(C - G)$

$$h_g = \frac{1}{2}(54.5 - 53.125) = 0.6875''$$

Momento de la brida: $M_a = W \cdot h_g$

$$M_a = 396515 \times 0.6875 = 272604 \text{ lb-in.}$$

Esfuerzos debidos a las condiciones de operación:

Esfuerzo debido a la presión hidrostática en el área interna de la brida.

$$H_d = 0.7854 B^2 p$$

$$H_d = 0.7854 \times (51.2)^2 \times 150 = 308832 \text{ lb.}$$

el brazo de palanca será: $h_d = \frac{1}{2}(C - B)$.

$$h_d = \frac{1}{2}(54.5 - 51.2) = 1.65"$$

momento correspondiente: $M_d = H_d h_d$

$$M_d = 308832 \times 1.65 = 509573 \text{ lb-in}$$

Esfuerzo debido al efecto neto entre la fuerza de los tornillos y la fuerza hidrostática total:

$$H_g = W - H$$

$$H_g = 396515 - 332491 = 64024 \text{ lb}$$

cuyo brazo de palanca es: $h_g = \frac{1}{2}(G - G)$

$$h_g = \frac{1}{2}(54.5 - 53.125) = 0.6875"$$

momento correspondiente: $M_g = H_g h_g$

$$M_g = 64024 \times 0.6875 = 44017 \text{ lb-in.}$$

Esfuerzo debido al efecto neto de la fuerza hidrostática total y la fuerza hidrostática en el área interna de la brida:

$$H_t = H - H_d$$

$$H_t = 332491 - 308832 = 23659 \text{ lb}$$

con un brazo de: $h_t = \frac{1}{2}(h_d + h_g)$

$$h_t = \frac{1}{2}(1.65 + 0.6875) = 1.169"$$

momento correspondiente: $M_t = H_t h_t$

$$M_t = 23659 \times 1.169 = 27651 \text{ lb-in}$$

La suma de los momentos en las condiciones de operación será: $M_o = M_d + M_g + M_t$

$$M_o = 509573 + 44017 + 27651 = 581241 \text{ lb-in}$$

como $M_o > M_d$ será el que controle.

Conocido el esfuerzo máximo se procede a calcular el espesor de la brida.

c.2) Cálculo del espesor de la brida.

$$t = \sqrt{Y.M \text{ max} / F.B} \quad , \text{ donde:}$$

$$Y = \frac{3}{\pi(K-1)} \left[(1-\mu) + (1/\mu) \frac{K^2}{K^2-1} \ln K \right]$$

$$= \frac{3}{\pi(0.1325)} \left[(1-0.3) + (1/0.3) \frac{(1.1325)^2}{(1.1325)^2-1} \ln 1.1325 \right]$$

$$= 10$$

$$t = \sqrt{10 \times 581241 / 15000 \times 51.2} = 2.75" \quad (7 \text{ cm})$$

iv) DISEÑO DEL SISTEMA DE AGITACION.

El agitador será también de fierro colado gris clase 60 ASME, de tipo de ancla rozante a las paredes del reactor, para facilitar la transmisión térmica y homogeneizar la mezcla reaccionante.

a) Cálculo de la potencia del agitador.

La potencia requerida por el sistema de agitación se calcula según la fórmula de White et al. (26)

$$HP = 1.29 \times 10^{-4} D^{1.1} L^{2.72} N^{2.86} \gamma^{0.3} z^{0.6} \mu^{0.14} \rho^{0.86}$$

D.- Diámetro del reactor ft.

L.- Longitud del agitador ft.

N.- Revoluciones por segundo.

γ .- Ancho del agitador ft.

z.- Altura húmeda del reactor ft.

μ .- Viscosidad lb / ft-sec.

ρ .- Densidad lb / ft³.

HP.- Potencia en caballos.

La viscosidad de la mezcla reaccionante se determinó en laboratorio, en las condiciones iniciales de la reacción, que se supone son las de mayor viscosidad, - fué de 2000 centipoises, o sea 1,344 lb / ft-sec.

De la observación de la fórmula se ve que un error relativamente grande en esta determinación no afectará prácticamente la precisión de la fórmula.

$$\begin{aligned} \text{HP} &= 1.29 \times 10^{-4} \times (4.167)^{1.1} \times (3.75)^{2.72} \times (1.25)^{2.85} \\ &\times (4.081)^{0.3} \times (4.167)^{0.6} \times (1.344)^{0.14} \times (89.1)^{0.26} \\ &= 7.68 \text{ HP} \end{aligned}$$

En la práctica se emplea un motor de 10 HP.

b) Cálculo de la flecha.

Se decide emplear una flecha de acero, rolado en frío.

Nomenclatura empleada:

D.- Diámetro ft.

G.- Módulo de elasticidad angular psi.

J.- Momento polar de Inercia ft⁴.

L.- Longitud de la flecha ft.

P.- Potencia lb - ft / sec.

T.- Torque ft - lb.

w.- Velocidad angular 1 / sec.

φ.- Tolerancia de deflexión en radianes.

Potencia transmitida: $P = 10 \times 550 = 5500 \text{ ft-lb} / \text{sec.}$

Velocidad angular: $\omega = 1.25 \times 2 = 7.854 \text{ sec}^{-1}$.

Torque transmitido: $T = P / \omega$.

$$T = 5500 / 7.854 = 700 \text{ ft-lb.}$$

La deflexión máxima tolerada para el diseño será de $1/50$ de radián.

De las fórmulas de momento polar de inercia:

$$J = TL / G\theta \text{ y } J = \pi D^4 / 32 \text{ despejamos } D$$

$$D = \sqrt[4]{32 TL / \pi G\theta}$$

$$D = \sqrt[4]{32 \times 700 \times 5 / \pi \times 12 \times 10^6 \times 144 \times 2 \times 10^{-2}}$$

$= 0.1792 \text{ ft. o sea } 2.15"$, en la práctica emplearemos una flecha de $2 \frac{1}{4}"$, Lo que nos dejará un amplio margen de seguridad debido al excedente que hay entre el torque suministrado y el par resistente calculado anteriormente, aparte que la tolerancia de deflexión angular puede ser mucho mayor en una flecha de esta longitud.

DISEÑO DEL SISTEMA DE CALENTAMIENTO.

Se decide emplear vapor condensante de Dowtherm E como medio de calentamiento, pese a su alto costo (de \$ 3.25 el kilo), debido a las grandes ventajas que presenta: baja presión de operación, no corrosivo, no tóxico, - de bajo costo de operación y fácil control.

La determinación del calor de reacción se hizo con el método desarrollado por Pauling, Syrkin, Dyatkina, y Offermatt (27), basado en la obtención de los calores de formación a partir de la energía de valencia, y se determinó ser: $4.12 \text{ K cal / g mol}$ exotérmica. En el balance térmico este calor no se considerará, debido a que es muy pequeño y que la reacción se lleva a cabo con una eficiencia relativamente baja y se realiza en un tiempo muy grande; esta consideración nos aumentará ligeramente el margen de seguridad al calcular el sistema de calentamiento del reactor

Por experiencia podemos decir que un reactor de

este tipo requiere mucho tiempo para calentarse, lo cual ~~aumenta innecesariamente~~ nuestros tiempos muertos, por lo que conviene efectuar el precalentamiento de algún reactivo.

Se decide precalentar la solución al 25% de sosa lo que se pueda efectuar fácilmente, con mínimo control, mediante fuego directo o calor residual de otro proceso, en el tanque disolvedor o depósito de solución.

Al observar una gráfica de Dühring (28) para el sistema Agua - Sosa, se ve que para la ciudad de México - donde el agua pura hierve a 92°C , la solución de sosa al 25% hervirá a 110°C , por lo que podría calentarse hasta ese punto.

Para la determinación de los calores específicos de los reactivos orgánicos se empleó el método de los calores aditivos debido a Johnson & Huang (29), que tiene una exactitud aceptable para productos homólogos.

El Cp de la solución de sosa al 25% es $0.825 \text{ cal/gr } ^{\circ}\text{C}$

El Cp del reactivo húmedo (sin sosa) $0.525 \text{ cal/gr } ^{\circ}\text{C}$

El Cp de la mezcla reaccionante es $0.692 \text{ cal/gr } ^{\circ}\text{C}$

La temperatura a la cual ascenderá la mezcla reaccionante, al agregarle la sosa precalentada será:

$$t_1 = \frac{1280 \times 0.825 \times 110}{2500 \times 0.692} + \frac{1020 \times 0.525 \times 25}{2500 \times 0.692}$$

$$= 61.4^{\circ}\text{C}.$$

1) REQUERIMIENTO TÉRMICO PARA EFECTUAR EL CALENTAMIENTO.

$$Q = W C_p \Delta t = 2300 \text{ kg} \times 0.692 \text{ Kcal/kg}^\circ\text{C} \times (180 - 61)^\circ\text{C} \\ = 157570 \text{ K cal.}$$

11) CÁLCULO DE LOS COEFICIENTES DE TRANSMISIÓN DE CALOR

a) Coefficiente de película para el Dowtherm E.

Este coeficiente saca de las gráficas del Dowtherm Handbook (30), para vapor de Dowtherm condensando a 400°F (204.4°C).

En la pared vertical del reactor: $h = 210 \text{ BTU/hrft}^2^\circ\text{F}$

En la base del reactor : $h = 260 \text{ BTU/hrft}^2^\circ\text{F}$

b) Coefficiente de película en el tanque.

Este coeficiente se calculará de acuerdo a la correlación debida a Chilton, Drew y Jebens (31) para recipientes con sistema de agitación mecánica y con chaqueta para calentamiento.

$$h = 0.36 \frac{k}{D} \left(\frac{L^2 N \rho}{\mu} \right)^{2/3} \left(\frac{C_p \mu}{k} \right)^{1/3} \left(\frac{\mu}{\mu'} \right)^{0.14}$$

h.- Coeficiente de película BTU / hr ft² °F

k.- Conductividad térmica BTU / hr ft² (°F / ft)

D.- Diámetro del recipiente ft.

L.- Longitud del agitador ft.

N.- Velocidad del agitador Revoluciones / hr.

ρ .- Densidad lb / ft³

μ .- Viscosidad lb / ft hr.

μ' .- Viscosidad en la película de pared lb / ft hr

Cp.- Calor específico BTU / lb °F.

En el cálculo despreciamos la corrección por viscosidad del fluido a la temperatura de pared, por suponer que ambas viscosidades son prácticamente iguales.

$$h = 0.36 \times 0.1/4.167 \times [(4.081)^2 \times 4500 \times 89.1 / 4340]^{2/3} \times (0.892 \times 4840 / 0.1)^{1/3} = 35 \text{ BTU / hr}^2 \text{ °F}$$

c) Coefficiente total de transmisión de calor.

Se calcula según la siguiente fórmula:

$$U = (1/h_{10} + 1/h_o + L/k + r_1 + r_o)^{-1} \text{ BTU / hr ft}^2 \text{ °F}$$

U.- Coeficiente total de transmisión de calor.

h_{10} .- Coeficiente interno de película referido al área externa. $h_{10} = h_1 \times D_1 / D_o$ BTU / hr ft² °F

h_o .- Coeficiente externo de película, aquí se puso un promedio que considera que una tercera parte del Dowtherm condensa en la base del reactor, y el resto en la pared vertical. BTU / hr ft² °F

k.- Conductividad de la pared. BTU / hr ft² (°F / ft)

L.- Grueso del recipiente. ft.

r_1 .- Resistencia interna de incrustación hrft²°F/BTU

r_o .- Resistencia externa de incrustación hrft²°F/BTU

$$U = (1/34.6 + 1/225 + 0.05/28 + 0.001 + 0.0004)^{-1} = 29.7$$

iii) DETERMINACION DEL TIEMPO DE CALENTAMIENTO.

Al efectuar el calentamiento empleamos un medio isotérmico, para el cual podemos efectuar un balance diferencial de calor en la siguiente forma:

$$dq / dq = MCP dt / dq = UA \Delta t$$

donde: $\Delta t = T - t$

separando variables e integrando entre límites queda:

$$\theta = MCP / UA \times \ln(T - t_1 / T - t_2)$$

θ .- Tiempo hr.

M.- Masa reaccionante lb.

Cp.- Calor específico BTU / lb °F

U.- Coeficiente de transmisión de calor BTU/hr ft² °F

A.- Area de calentamiento ft².

T.- Temperatura de condensación del vapor °F.

t₁.- Temperatura inicial del proceso °F

t₂.- Temperatura final del proceso °F.

$$\begin{aligned} \theta &= 5060 \times 0.692/29.7 \times 61.9 \ln(400 - 178.5/400 - 356) \\ &= 3.08 \text{ horas, o sea 3 horas con 5 minutos.} \end{aligned}$$

iv) DETERMINACION DE LA CALDERA REQUERIDA

Para poder especificar la caldera necesaria en una industria se requiere conocer las demandas en cada fase del proceso. En nuestro caso no consideraremos la demanda máxima puesto que no es de esperarse que en un proceso múltiple todo esté a la vez operando en condicio-

nes críticas de máxima demanda.

Promedio de consumo durante el calentamiento:

$$q / \theta = 157570 / 3 = 52524 \text{ K cal/hr.}$$

Potencia en caballos caldera:

$$52524 \text{ Kcal/hr} \times 1.1855 \times 10^{-4} \text{ HP caldera} \times \text{hr} / \text{K cal.}$$

= 6.22 HP caldera, que suponiendo una eficiencia combinada de caldera y transmisión de 75% se requerirán 8.3 HP caldera para el reactor.

v) REQUERIMIENTO DE DOWTHERM E.

El calor latente de vaporización (λ) se saca del Dowtherm Handbook (30), y es de 113 BTU / lb a 400°F, o sea 62.72 K cal / Kg a 204.4°C.

$$W = q / \lambda = 52524 / 62.72 = 837.43 \text{ Kg / hr. de gasto promedio.}$$

DIMENSIONALIZACION DE LOS ACCESOS A LA CHAQUETA.

El gasto promedio de 837.43 Kg / hr, de Dowtherm E, equivale a 0.512 lb / sec .

Para el cálculo de los volúmenes que esto representa, del Dowtherm Handbook (30) se sacan las densidades del vapor y el líquido de Dowtherm a 400°F, siendo respectivamente: 0.502 lb / ft³ y 68.9 lb / ft³.

Gasto de vapor: $W/p = 0.512 / 0.502 = 1.02 \text{ ft}^3 / \text{sec}.$

Gasto de líquido: $W/p = 0.512 / 68.9 = 7.43 \times 10^{-3} \text{ ft}^3 / \text{sec}.$

Si para el vapor damos una velocidad recomendada de 30 ft/sec. aproximadamente, nos dará una tubería cuyo diámetro nominal sea 2 1/2" cédula 40.

Si para el líquido damos una velocidad recomendada no menor de 2 ft/sec, ni mayor de 6 ft/sec, tendremos una tubería de 3/4" cédula 40, diámetro nominal.

Se prevé una salida para venteo de 1/4", diámetro nominal, cédula 40.

DISEÑO DE LA CHAQUETA.

Se especifica que el claro entre la chaqueta y el reactor sea de 1/2" (1.27 cm). El espesor de la chaqueta no se determina tomando en cuenta la presión interna de la misma, debido a que es muy pequeña (16.8 psig en la ciudad de México, para vapor condensante de Dowtherm E a 400°F), y daría un grueso menor de 1/32", por

lo cual se especifica lámina de acero al carbón con un -
grueso de $5/16"$ (4.75 mm).

DISEÑO DE LOS SOPORTES DEL REACTOR.

Estos soportes se calcularán solo considerando el esfuerzo cortante, debido a que es el esfuerzo crítico.

Según los códigos de la AWS y la AISI (33), el es- -
fuerzo (S) cortante unitario permitido para la soldadura de acero a tope es de 13600 psi, con una eficiencia (E) -
no menor de 90%.

Nuestro reactor tiene a plena carga un peso no mayor de 5 toneladas, con el objeto de ampliar nuestro -
margen de seguridad haremos los cálculos suponiendo un pe-
so de 6 toneladas (13200 lb); especificando lámina de -
 $1/2"$ para los cuatro soportes.

Esfuerzo cortante por soporte: $13200/4 = 3300$ lb
correspondientes a una área (A) de soldadura:

$$A = P / SE = 3300 / 13600 \times 0.9 = 0.27 \text{ in}^2.$$

que equivale a un cordón doble de soldadura cuya longi-
tud sea: $0.27/0.5 = 0.54$ in.

En la práctica, arbitrariamente, se especifican soportes triangulares de doble lámina, con base cuadrada y altura 1 $1/2$ veces mayor que la base, soldando al reactor con doble filete de soldadura, solo los componentes -

verticales del soporte. Para nuestro reactor especificaremos una base de 6 x 6" (15.25 x 15.25 cm) y una altura de 9" (22.85 cm), esto tiene por objeto el poder manipular herramientas comunes para poder apretar los tornillos de anclaje, que se especifican de 1 1/4".

De estas especificaciones se observa que los soportes propuestos para el reactor, tienen factores de seguridad muy excedidos.

ACCESOS Y ACCESORIOS DEL REACTOR.

- 1.- Acceso principal para la carga del reactor, tapa con bisagras, cerrada por medio, de grapas y con empaque de Teflón, de 10 x 18" (25.4 x 45.8 cm), con dos lados paralelos y los otros semicirculares, en placa de acero de 1 3/4" (4.45 cm) de grueso.
- 2.- Entrada para la solución de sosa y de agua de lixiviación de 2" de diámetro.
- 3.- Salida para el licor de lixiviación, 2" de diámetro.
- 4.- Dispositivo de seguridad para sobrepresión, de 3/4" de diámetro, con disco de ruptura y sobre de este una válvula de presión con deflector.
- 5.- Toma para efectuar la termomedición del control, de 1 1/2" de diámetro.
- 6.- Toma para manómetro, de 1/2" de diámetro.
- 7.- Entrada para aire de descarga a presión y venteo del

mismo, de 1/2" de diámetro.

8.- Brida soporte del sistema de agitación, de 8" de diámetro, con espesor de 1 1/4",

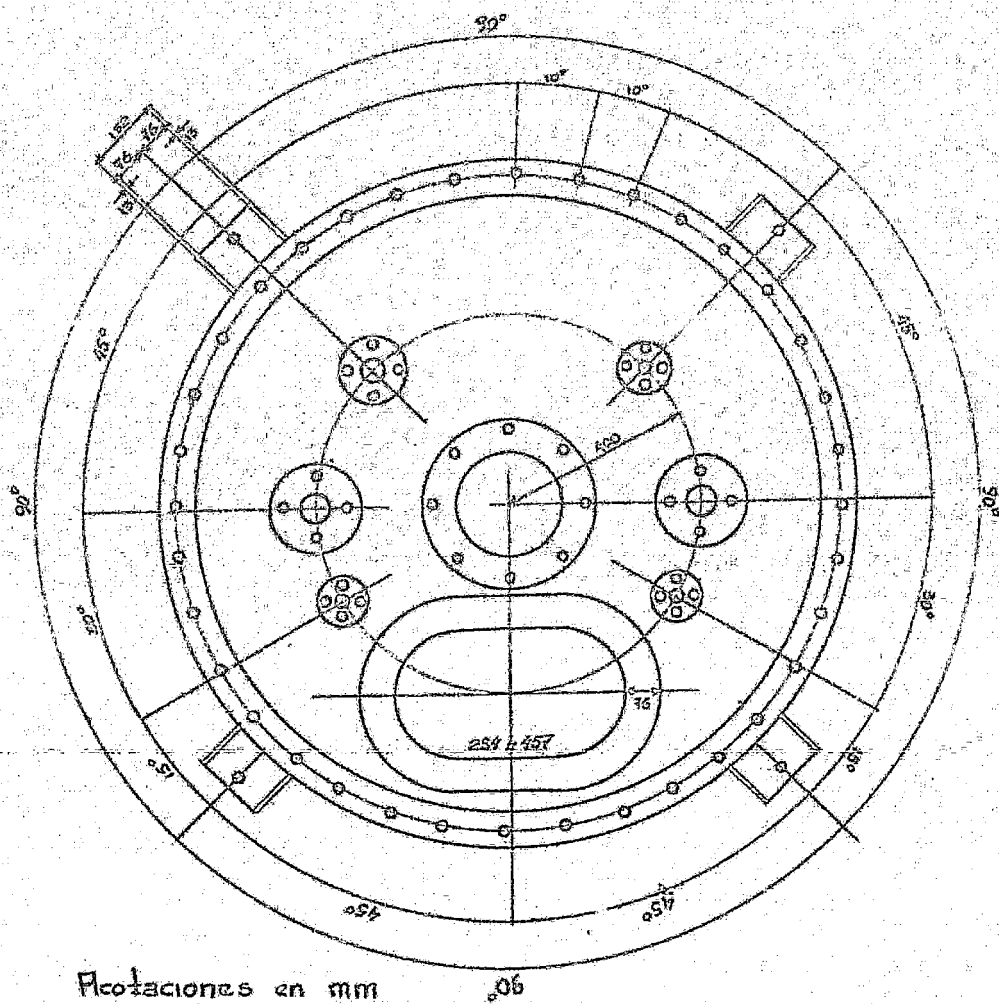
9.- Salida del reactor, emplea válvula de pistón de 2" de diámetro, marca Strahman, Yarway o similar.

Todos estos accesos emplearán bridas estandar para 150 lb/in², presión de diseño.

Se propone un sello mecánico (34) para retén del sistema de agitación a alta presión, marca Ffaudler, Crane Packing u otro similar.

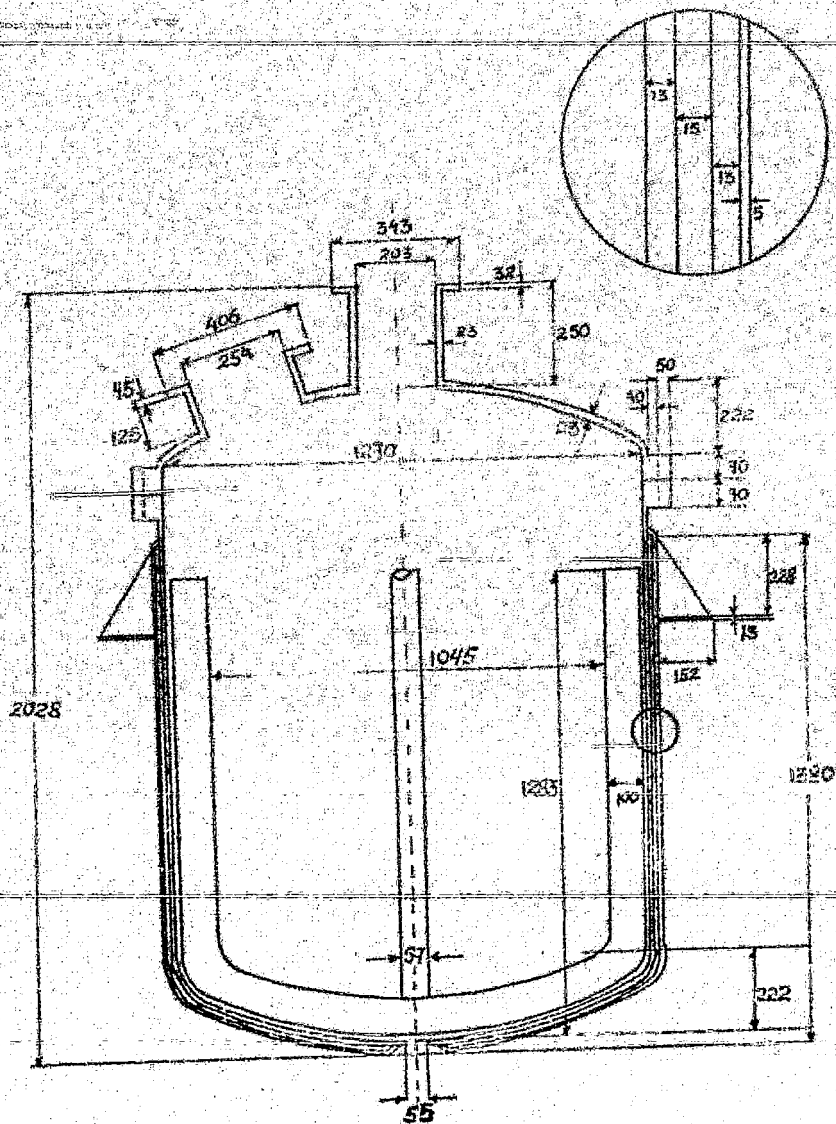
AUTOMATIZACION.

Debido a que se requiere un control bastante preciso del rango de temperatura de operación, con el objeto de tener un alto rendimiento de la reacción y prevenir a la vez la formación de ácido cromotrópico, se propone ~~emplear un sistema~~ de control proporcional con reajuste. (32).



Notaciones en mm

06



Dimensiones en mm

CONCLUSIONES.

- 1.- La fácil tecnología para la obtención de intermediarios, hace que se puedan interesar inversionistas Mexicanos y lograr así la integración nacional en el ramo de colorantes, que es un mercado tradicional de importación.
- 2.- Reactores como el propuesto, son de gran versatilidad, fácil construcción, existiendo en el país numerosas fundiciones que podrían construirlo a precios y calidad competitivos con los reactores de producción extranjera.
- 3.- Reactores de este tipo tienen una vida útil muy grande y bajo costo de mantenimiento por lo que pueden ser una inversión muy rentable.
- 4.- El costo estimado de la construcción de un reactor de este tipo, incluyendo el aislamiento y los accesorios es del orden de los \$ 85,000,00 M.N.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Witt O.N. Ber. Chem. 48 743 (1915).
- 2.- Armstrong H.E. and Wynne E.W. Chem. News 62 174 (1890).
- 3.- Fierz David H.E. and Richter G. Helv. Chim. Acta. 28 257 - 74 (1945).
- 4.- Fierz David H.E. and Hasler. Helv. Chim. Acta 6 1134 (1923).
- 5.- Lantz R. Bull. Soc. Chim. France 12 262 - 74 (1945)
- 6.- IG Farbenindustrie FIAT 1313 - I PB 70150 (464 - 6)
- 7.- Heid J.L. J. Am. Chem. Soc. 49 844 (1937).
- 8.- Lantz R. Compt. Rend. 222 1239 - 40 (1946)
- 9.- Ufinzev and Krivosheina J. Prakt. Chem. 141 172 (1934).
- 10.- Lantz R. Bull. Soc. Chim. France 14 95 - 101 (1947)
- 11.- Lantz R. Compt. Rend. 222 1111 (1946).
- 12.- Hodgson H.H. and Ward J. Soc. Dyers Colourists 63 177 (1947).
- 13.- IG Farbenindustrie FIAT 1016 PB 67569 37
- 14.- Vorozhtzov Org. Chem. Ind. (URSS) 6 293 - 300 (1939)
- 15.- Makolkin Acta Physicochim. (URSS) 16 88 - 96 (1942)
- 16.- Benson S.W. "The Foundations of Chemical Kinetics"
Mc Graw Hill 1960.
- 17.- IG Farbenindustrie FIAT 1313 - I PB 70361 6671 - 3
- 18.- IG Farbenindustrie FIAT 1313 - I PB 25623 203 - 4
- 19.- Roberts J.D. and Caserio M.C. "Basic Principles of
Organic Chemistry" Benjamin 1965.
- 20.- Portilla B. M. Tesis Profesional F.Q. UNAM 1966.

- 21.- Molinari H. "Química General y Aplicada a la Industria" Tomo II Ed. G. Gill 1922.
- 22.- Brownell E.L. and Young E.H. "Process Equipment Design" J. Wiley 1959
- 23.- ASME Boiler and Pressure Vessel Code Sect VII 1956.
- 24.- Waters E.C. et al. "Development of General Formulas for Bolted Flanges" Taylor Forge and Pipe Works 1949
- 25.- "Manual para Constructores" Cía. Fundidora de Hierro y Acero de Monterrey, S.A. 1965
- 26.- Perry J.H. "Chemical Engineers' Handbook" Mc Graw - Hill 1950.
- 27.- Pauling L. "The Nature of Chemical Bond" Cornell 1960
- 28.- Foust A.S. et al. "Principles of Unit Operations" Wiley 1959.
- 29.- Johnson and Huang Can. J. of Technol. 33 421 - 3 1955.
- 30.- "Dowtherm A and E Handbook" The Dow Chem. Co.
- 31.- Chilton T.H., Drew T.B. and Jebens R.H. Ind. Eng. Chem. 36 510 - 16 1944.
- 32.- Honeywell Boletín M 95 - 3.
- 33.- Seely F.E. "Resistance of Materials" Wiley 1944.
- 34.- Samoiloff A.A. Chem. Eng. 75 N° 3 130 1968.