

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUÍMICA**

**DISEÑO, CONSTRUCCION Y OPERACION**  
**DE UN REACTOR CATALITICO INTEGRAL**

332

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE**  
**INGENIERO QUIMICO**  
**P R E S E N T A**

**RICARDO SHAHIN KATTAS**

**1 9 7 4**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

José  
1974  
FECHA: 14.10.74  
PROF: [Signature]

307



QUIMICA

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE	DR. MARTIN HERNANDEZ LUNA
VOCAL	DR. JAIME NORIEGA BERNECHEA
SECRETARIO	DR. ENRICO MARTINEZ SAENZ
1er. SUPLENTE	ANTONIO FRIAS MENDOZA
2o. SUPLENTE	CUTBERTO RAMIREZ

...

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:  
LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA.

DIRECTOR DE TESIS : DR. ENRICO MARTINEZ SAENZ.

A MIS PADRES

A MIS HERMANOS

A PATRICIA

A MIS COMPAÑEROS DEL GRUPO DE CATALISIS

A BLANQUITA

Y A PAUL

MI AGRADECIMIENTO POR EL  
GRAN APOYO QUE SIEMPRE  
ME HAN BRINDADO.

AL DR. ENRICO MARTINEZ SAENZ

POR SU DESINTERESADA AYUDA  
Y COLABORACION PARA LA REAL  
LIZACION DE ESTA TESIS.

QUIERO EXPRESAR MI RECONCIMIENTO A LAS  
AUTORIDADES DE LA DIVISION DE ESTUDIOS -  
SUPERIORES, MUY ESPECIALMENTE AL JEFE  
DEL DEPARTAMENTO DE INGIENIERIA QUIMICA  
DR. MARTIN HERNANDEZ LUNA .



## RESUMEN

El diseño de Reactores catalíticos de laboratorio es un aspecto importantísimo dentro de la investigación en catálisis heterogénea. En el presente estudio se incluye el diseño y construcción de un reactor catalítico integral con el objeto de -- evaluar el comportamiento de catalizadores, fácil y rápidamente. Para probar la eficacia del reactor se usó la oxidación de metanol sobre un catalizador de fierro-molibdeno soportado sobre alúmina calcinada. Las corridas experimentales se hicieron a dos temperaturas  $260^{\circ}\text{C}$  y  $300^{\circ}\text{C}$ , variando en cada caso el espacio velocidad para obtener datos de conversión. Se calcularon los gradientes radiales de concentración y temperatura en la película de gas que rodea a la partícula del catalizador resultando este último significativo.

Los datos obtenidos muestran que el reactor y el catalizador tuvieron un funcionamiento adecuado, - obteniéndose resultados reproducibles y satisfactorios con un mínimo de dificultades de operación.

## CONTENIDO

Capítulo I. -	Introducción . . . . .	1
Capítulo II. -	Estudio Bibliográfico . . . . .	4
Capítulo III. -	Consideraciones Teóricas . . . . .	15
Capítulo IV. -	Experimentación . . . . .	20
Capítulo V. -	Estimación de Resistencias de transporte . . . . .	30
Capítulo VI. -	Presentación y Discusión de Resultados . . . . .	35
Capítulo VII. -	Conclusiones . . . . .	46
Bibliografía . . . . .		48
Apéndice . . . . .		51

LISTA DE TABLAS

Tabla I. -	Corridas para probar la reproducibilidad de los datos .....	37
Tabla II. -	Muestra la reproducibilidad de los resultados .....	38
Tabla III. -	Resultados para una composición de oxígeno de 0.1978 .....	39
Tabla IV. -	Resultados para una composición de oxígeno de 0.1472 .....	40
Tabla B-1, B-4	Datos Lefdos directamente .....	54,
Tabla C-1, C-4	Datos calculados .....	58,

LISTA DE FIGURAS.

Figura 1.-	Reactor catalítico para el estudio de la Oxidación de Etileno (1) según R.E. -- Kenson y M. Lapkin ...	5
Figura 2.-	Reactor según D-Klugherz y P.Harriott Para el estudio sobre la Oxidación de - Etileno (2) ...	7
Figura 3.-	Reactor según P.H.Calderbank para el estudio de la Oxidación de Etileno (3)..	9
Figura 4.-	Reactor catalítico para el estudio de la Cinética del Cracking de cumeno según T.E. Corrigan , J.C.Garver (4) ...	11
Figura 5.-	Reactor para el estudio de la cinética- de Oxidación del Oxido de azufre (5)..	12
Figura 6.-	Curva de conversión vs.masa velocidad..	16
Figura 7.-	Reactor catalítico integral usado en el presente trabajo ....	24
Figura 8.-	Diagrama de flujo de gases...	26
Figura 9.-	Curva de conversión vs.W/F. para la- oxidación del metanol...	41
Figura 10.-	Curva de conversión vs.W/F. para la- oxidación de metanol ...	42
Figura 11.-	Curva de conversión vs.W/F. para la- oxidación del metanol...	43
Figura A-1	Curva de calibración del capilar diferen- cial...	53
Figura 1	Esquema del Reactor Catalítico Integral	67
Figura 2	Esquema de la Bayoneta	68

## NOMENCLATURA

- am - Área externa de la pastilla por unidad de masa.
- $C_p$  - Calor específico a presión constante :  
energía / (moles) temperatura.
- $\mathcal{D}$  - Difusividad (longitud<sup>2</sup> / tiempo).
- $d_p$  - Diámetro de una pastilla de catalizador.
- F - Gasto de alimentación : masa o moles/tiempo.
- G - Masa velocidad del fluido: masa/(Área) (tiempo).
- $\Delta H$  - Cambio de entalpia : energía/mol.
- h - Coeficiente de transferencia de calor:  
energía/(tiempo)(Área)(temperatura).
- j - Número dimensional para transporte (D, masa)  
(H, calor).
- $k_m$  - Coeficiente de transferencia de masa.
- m - Mezcla.
- n - Número de moles.
- $P^o$  - Presión de vapor en mm Hg.
- P - Presión en atmósferas.
- Q - Flujo o gasto volumétrico: volumen/tiempo.
- $Q_T$  - Flujo o gasto volumétrico total. =  $Q_{N_2} + Q_M$
- $Q'_T$  -  $Q_T + Q_{O_2}$

- r - Velocidad global de reacción: Moles/masa de cat(tiempo).
- R - Constante de los gases (Presión)(volumen)/(temperatura)  
(mol).
- T - Temperatura absoluta.
- T<sub>a</sub> - Temperatura ambiente.
- T<sub>R</sub> - Temperatura de Reacción.
- t - Tiempo que dura una corrida, minutos.
- V - Volumen.
- W - Masa de catalizador, g.
- X - Conversión.
- Y - Fracción mol. Q<sub>i</sub>/Q<sub>T</sub>.
- Y' - Q'<sub>i</sub>/Q<sub>T</sub>.
- Θ - Gradiente de temperaturas.
- $\mu$  - Viscosidad, masa/(longitud)(tiempo).
- $\rho$  - Densidad masa/volumen.
- $\rho_m$  - Densidad de la mezcla.

## SUBINDICES

- a - Ambiente.
- F - Formaldehído.
- i - Cualquier componente.
- M - Metanol.
- m - Mezcla.
- p - Referente a una pastilla de catalizador.

## INTRODUCCION

La necesidad de desarrollar procesos nuevos es evidente, y en este contexto se incluyen el -- diseño de aparatos y la utilización de reactivos y demás substancias como por ejemplo catalizadores.

Uno de los aspectos más importantes en el -- desarrollo de un proceso es la reacción química, por lo cual es necesario contar con reactores de laboratorio que permitan evaluarla adecuadamente; en este caso particular, enfocaremos nuestra atención a los reactores catalíticos heterogeneos los -- cuales pueden clasificarse en dos grupos princi-- palmente:

- a) - La obtención de datos cinéticos, los -- cuales deben ser precisos y libres de interferencias.
- b) - En el otro caso, se trata de obtener -- rápidamente datos de actividad.

En el primer inciso se obtienen datos muy exactos y minuciosamente elaborados, mediante una experimentación por demás cuidados y meticulosa lo --



cual resulta en ocasiones muy tardado y costoso.

En el segundo se desea tener versatilidad y rapidez en la obtención de resultados, por ejemplo: interesa saber si cierto catalizador funciona o no, pero rápidamente para decidir en qué forma se -- continúa la investigación sobre la fabricación del mismo.

Dentro de los reactores catalíticos de laboratorio se tienen 4 tipos:

- 1.- Reactor Continuo Agitado
- 2.- Reactor de Lecho Fijo Integral
- 3.- Reactor de Lecho Fijo Diferencial
- 4.- Reactor de Lecho Fijo con Recirculación.

En este tipo de aparatos se tiene que las resistencias a la transferencia de masa y calor en la interfase sólido-gas y los gradientes radiales de concentración y temperatura se han reducido a un mínimo.

Los reactores de los casos uno y cuatro son muy útiles para obtener resultados precisos y determinar la cinética de las reacciones.

La razón fundamental de la utilización de los reactores integrales es la obtención rápida de resultados debido a las siguientes ventajas:

- I.- Es fácil de operar
- II.- Consta de muy poco equipo adicional de control.
- III.- Se maneja con gran rapidez
- IV.- El análisis de resultados es fácil y rápido.
- V.- Es muy versátil (puede manejar pastillas de diferentes formas)
- VI.- Es fácil de fabricar
- VII.- Tiene un costo reducido en relación a los otros tipos de reactores de laboratorio.

Una ventaja adicional que ofrece el presente reactor es la facilidad de cambio de catalizador mediante una bayoneta que puede sacarse estando caliente el reactor, esto se debe a la existencia de una zona fría en la parte inferior del reactor.

Los objetivos que se persiguen en este trabajo son:

- A) - Diseñar el reactor
- B) - Construir el aparato
- C) - Montar el aparato
- D) - Poner la instrumentación necesaria y adecuada.
- E) - Comprobar su buen funcionamiento.

ESTUDIO BIBLIOGRAFICO.

-----

La literatura relacionada con el tema nos muestra los esfuerzos desarrollados en los últimos años para diseñar reactores de laboratorio útiles para la obtención de los datos necesarios en la evaluación del catalizador y el diseño de reactores industriales.

Por lo que se refiere a los reactores integrales de lecho fijo de laboratorio, se tiene una gran variedad de diseños, entre los que se pueden mencionar los siguientes por la relación estrecha con el presente trabajo.

R. E. Kenson y M. Lapkin (1) usaron un aparato semejante al que nos ocupa para estudiar la oxidación de etileno. Consistía de una alimentación, mezclado de reactivos, el reactor y un analizador según se muestra en la figura : 1.

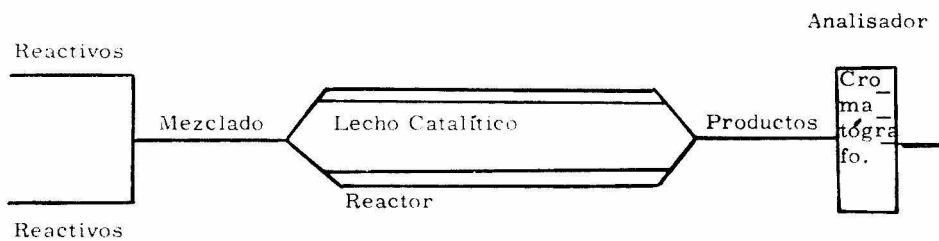


FIG. 1

Reactor según R. E. Kenson y M. Lapkin (1).

Los tubos de alimentación son de 0.635 cm. de -- Acero Inoxidable; válvulas de aguja para controlar el flujo de gas. El premezclado fue hecho en un recipiente de Acero Inoxidable provisto de un manómetro. El tubo de carga al reactor fué precalentado con una cinta calefactora. El reactor consistía en un tubo enchaquetado con 5.08 cm. de -- Acero al carbón y un tubo interno de 3.34 cm. Por la chaqueta circulaba un baño de aceite para mantener la temperatura constante. Como aislante se usaron cañas de teflón. Respecto a la cama catalítica, esta se distribuyó a todo lo largo del tubo.

En otro estudio sobre la oxidación del etileno- Peter D.KLUGHERZ y Peter HARRIOTT, usaron un reactor catalítico integral que se describe a continuación:( 2 ).

El reactor tenía 28" de longitud de un tubo de  $\frac{1}{2}$ ". El control de temperatura se obtuvo mediante la inmersión del reactor en un baño fluidizado de arena calentado eléctricamente.

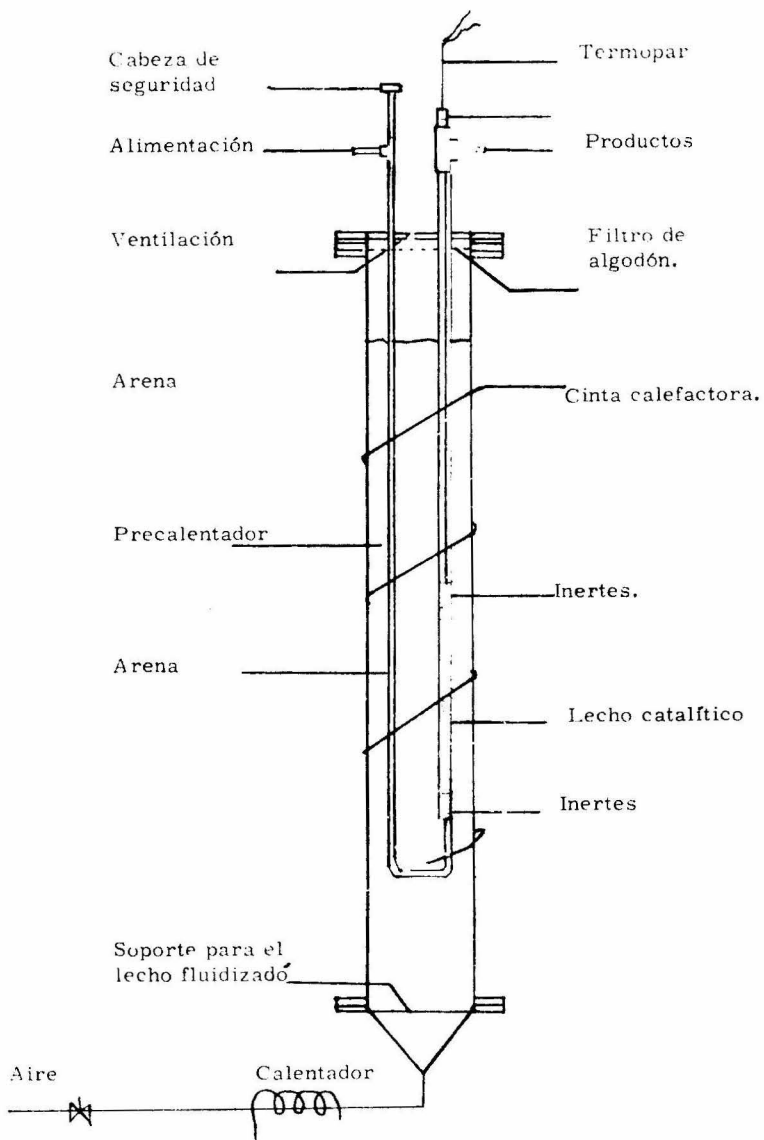


Fig. 2  
 Reactor según Peter D. KLUGHERZ y Peter HARRIOTT (2).

Se utilizó una pequeña sección de tubo de  $\frac{1}{4}$ " como precalentamiento de los gases a la temperatura de reacción.

en la figura 2. vemos un esquema del aparato. - El lecho catalítico fué de 7" de largo y con 10g. de catalizador activo, diluido con peso igual de alumina inerte como soporte catalítico. Se usó un termocople de hierro constantan para medir el perfil axial de temperaturas dentro del reactor.

Los experimentos sobre reacciones de oxidación siguen adelante y se continúa usando reactores integrales como el de P.H. CALDERBANK usado en el estudio de oxidación de etileno. (3).

El aparato consistió en un bloque cilíndrico de aluminio de 9" de longitud y 6" de diámetro. El catalizador fué soportado en el reactor mediante una espira de acero inoxidable y con un asiento -- para termocople de vidrio que iba del fondo al -- precalentador. El reactor se encontraba rodeado por una resistencia de Nichrome recubierta de mica.

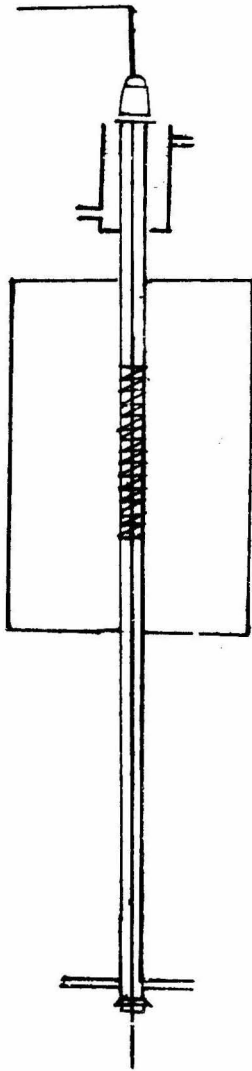


Fig. 3

Reactor según P. H. CALDERBANK (3)



Otro ejemplo del uso del reactor integral fué reportado para la investigación de la cinética del cracking de Cumeno (4).

En dicho aparato se tenfa de igual forma un tubo central de acero inoxidable donde estaba el lecho catalítico, así como la entrada y salida que eran de cobre. Fig. 4

Otro reporte de un reactor catalítico se presenta en el artículo de la oxidación del  $\text{SO}_2$  (5) por J. BESOMBES Valhé y G. BANTIGNIES. Consiste en una alimentación de gases, un mezclador y el lecho catalítico. Como medio de analisis se usa un cromatógrafo. Fig. 5.

...

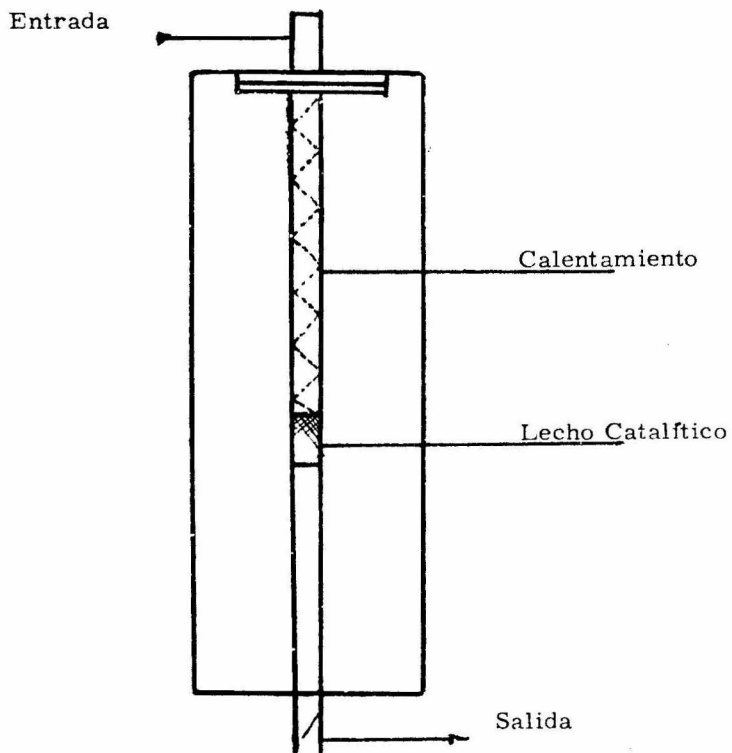


Fig. 4

Reactor según T.E. Corrigan, J.C. Garver, (4).

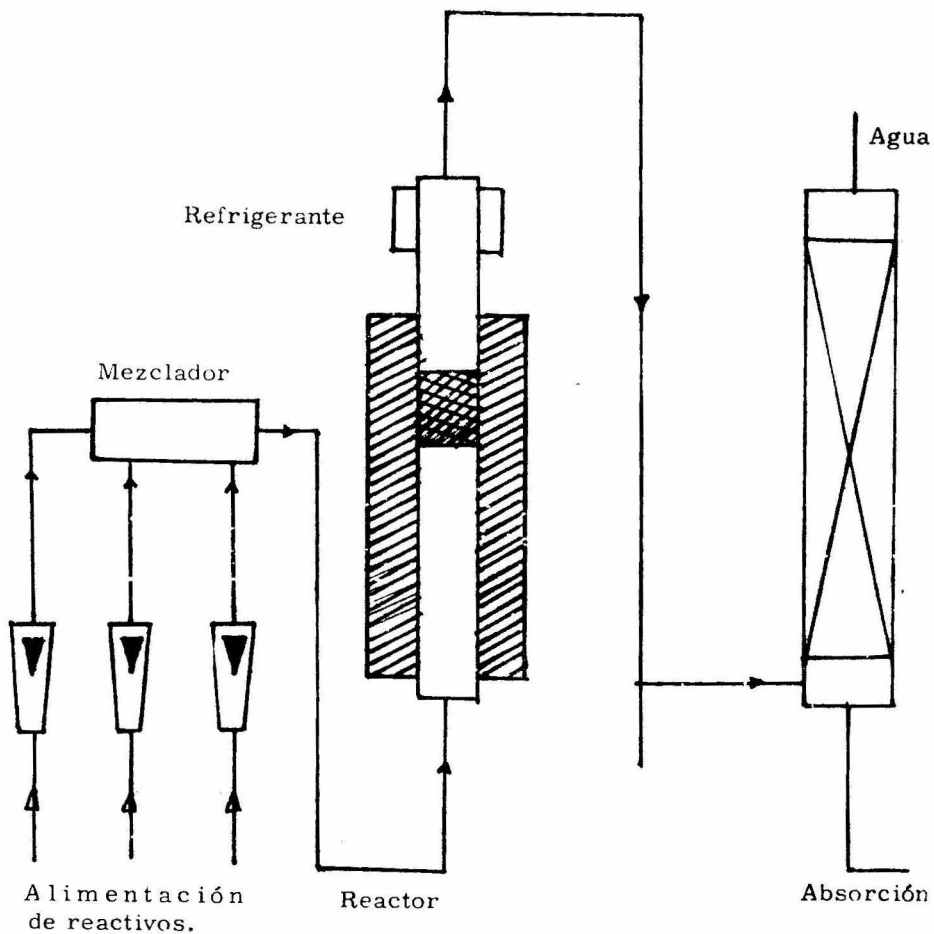


Fig. 5

Reactor para el estudio de la cinética de oxidación del óxido de azufre (5).

## C O N C L U S I O N E S

---

A partir de la revisión Bibliográfica anterior, se puede obtener algunas conclusiones de utilidad para el diseño de nuestro reactor integral en particular estos son:

1. - Suele usarse (y sería lo más adecuado) un sistema de recirculación de aceite para el calentamiento ya que esto permite un mejor control de temperatura, sin embargo resulta costoso.
2. - Utilización de solamente una parte reducida del tubo calentado para empacar el catalizador.
3. - Un sistema que permita un mezclado adecuado de las corrientes de reactivos.
4. - Un sistema analítico integrado al aparato.

5.- Los termopares para medir y controlar la temperatura generalmente se colocan a la salida de los gases, así como en el lecho catalítico, además de la entrada y salida del baño de aceite.

6.- En general es conveniente usar acero inoxidable como material de construcción pues se manejan productos corrosivos y este material permite que el reactor tenga una vida prolongada.

...

CONSIDERACIONES TEORICAS.

Cálculo de Conversiones y Velocidad de Reacción:

La interpretación de resultados es sencilla y se basa en la obtención de una curva de conversiones  $x$  contra  $W/F$ . Para ello se tienen que obtener una serie de Conversiones variando los gastos de alimentación, pero manteniendo constante la masa del catalizador y las composiciones de reactivos alimentados, además de la temperatura. Con esto se puede entonces tener una gráfica de conversión contra  $W/F$ .

Suponiendo que el comportamiento del reactor es de flujo tapón, el balance de masa será:

$$W = F \int_0^x \frac{dx}{r}$$

de manera que:

$$r = \frac{d x}{d \left( \frac{W}{F} \right)}$$

Así que se hace una diferenciación de las curvas ( como muestra la ecuación anterior) de  $X$  vs.  $W/F$ .

Las curvas son de la siguiente forma: (Fig. 6)

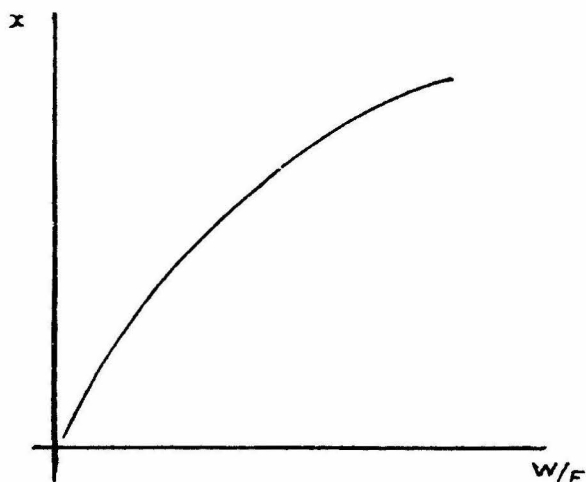


Fig. 6

Para conocer la conversión a partir de los datos experimentales la cantidad total de formaldehído se obtiene a partir del análisis de lo producido, y suponiendo que la mezcla gaseosa se comporta como gas ideal se tiene para el metanol en la alimentación:

$$PV = nRT \quad \dots\dots 1$$

$$V = QYt \quad \dots\dots 2$$

sustituyendo 1 en 2:

$$PQYt = nRT \quad \dots\dots 3$$

Despejando de (3) n:

$$n = \frac{PQYt}{RT} \quad \dots\dots 4$$

Si la conversión a un producto se define por:

$$X = \frac{n_1}{n^o_2} \quad \dots\dots 5$$

A partir del análisis de los productos obtenemos que:

$$n = g/PM \quad \dots\dots 6$$

$$\dots X_1 = \frac{g}{PM} \times \frac{R \times T}{Q \times Pt \times Y} \quad \dots\dots 7$$

Con la ecuación 7 se puede entonces obtener la conversión respecto a uno de los reactivos. Y con la información anterior se podrá obtener datos de X para hacer la curva X vs W/F y obtener "r" a partir de la pendiente.



BALANCE DE MATERIA

. Balance para Metanol en el saturador:

$$\text{Rapidez de entrada} = \text{Rapidez de salida}$$

I II

$$+ \text{ Rapidez de transformación}$$

III

sea:

$$Q_T = Q_{N_2} + Q_{Me} \dots A$$

$Q_{N_2}$  se lee directamente.

$$I = Q_T Y_{Me} \quad ; \quad II = Q'_T Y'_{Me} \quad III = 0$$

III = 0 porque en el saturador no hay conversión.

Donde  $Q'_T$  y  $Y'_M$  se refieren a la corriente de los gases.

$$Y_M = Y_{Me}$$

$$Y_M = \frac{P^0}{P_{at}} \dots \dots \dots B$$

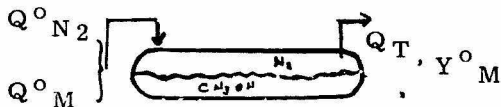
igualando I y II se tiene que:

$$Q_T Y_M = Q'_T Y'_M$$

$$Y'_M = \frac{Q_T Y_M}{Q'_T} \dots \dots \dots C$$

$$Y_M = \frac{P^0}{P}$$

En el saturador:



Balance para Nitrógeno:

$$Q_{N_2} = Q_T Y_{N_2} \dots C$$

$$Y_{N_2} = f - Y_M \dots D$$

$$\boxed{Q'_T = \frac{Q_{N_2}}{Y_{N_2}}} \dots E$$

Si  $Q'_T = Q_M + Q_N$

$$\boxed{Q'_T = Q_M + Q_{N_2} + Q_{O_2}} \dots F$$

...

EXPERIMENTACION

Como ya se ha mencionado, el objetivo fundamental del presente trabajo, consiste en la construcción y puesta en marcha del aparato experimental utilizando la reacción de oxidación del metanol -- para comprobar su efectividad en operación.

Aparato y Materiales:

- 1.- Catalizador.- El catalizador utilizado es - un catalizador de Fierro/Molibdeno que se preparó de la siguiente manera: (6).

Se prepara una solución de Heptamolibdato de Amonio a  $\text{PH}=2$ ; se toman 500 ml de esta solución y se le agregan 5 g. de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  luego se evapora a sequedad en la estufa a  $120^\circ\text{C}$  por 4 horas, y se calcina después en la mufla por espacio de 6 horas a una temperatura de  $320^\circ\text{C}$ . El catalizador preparado así -- tiene 38% de Fierro según se determinó por un método volumétrico convencional.

Hecho lo anterior se presenta el problema de - - como usar el catalizador que podría ser, haciendo pastillas con él o bien incorporarlo a su so-- porte. Probando ambos métodos se obtiene que la pastilla es muy poco consistente y se desmo-- rona con gran facilidad. Se trató entonces de - poner una goma, pero sin resultados positivos.- Se pensó entonces en la incorporación del catali-- zador sobre un soporte, la cual se efectuó por - mezclado directo del catalizador y el soporte de alúmina calcinada, de esta manera el catalizador se incorpora sobre la superficie externa del so-- porte. El catalizador así preparado fué el que se utilizó en este trabajo.

## 2. - Reactivos:

2a.- Reactivos para preparar el Catalizador:

<u>Substancia</u>	<u>Proveedor</u>	<u>Grado</u>
Alúmina Calcinada	-----	-----
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Merck	Reactivo
Para Molibdato de Hierro.	Merck	Reactivo

## SUBSTANCIA

2b.- Reactivos para analizar el catalizador:

<u>Substancia</u>	<u>Proveedor</u>	<u>Grado</u>
Acido Clorhidrico 12 F.	Merck	12 F. R. A.
Cloruro de Estaño	Merck	A. 018 F
Cloruro de Mercuriol	Merck	A. 018 F
Reactivo de Zimmermann-Reinhardt.	Merck	A. 018 F

2c.- Reactivos para la reacción:

<u>Substancia</u>	<u>Proveedor</u>	<u>Grado</u>
Metanol	Solventes Prod . Químicos	Absoluto
Nitrógeno	A. G. A.	Industrial
Oxígeno	A. G. A.	Industrial

2d.- Reactivos para analizar productos:

<u>Substancia</u>	<u>Proveedor</u>	<u>Grado</u>
Tiosulfato de Sodio	Titrisol	R. A.
Yoduro de Potasio	Merck	R. A.
Acido Clorhidrico	Merck	R. A.
Hidroxido de Sodio	Merck	R. A.

### 3.- Reactor catalítico de Lecho Fijo integral:

Descripción del Reactor:

El reactor utilizado en el presente trabajo se representa por la figura 7 con la siguiente descripción:

Está contruido totalmente de Acero Inoxidable 316 y consiste en un tubo exterior de diámetro interno de 4.123 cm. y de 51 cm. de longitud. Por dentro esta provisto de una bayoneta donde encuentra el lecho catalítico que es un cilindro de 3.53 cm. de diámetro interno x 16.9 cm. de largo. Dicho cilindro se encuentra montado sobre un tubo (temopozo) de 0.55 cm. de diámetro interno x 65 cm. de largo. El cilindro está provisto de 2 tapas perforadas de 4.12 cm. de diámetro externo con perforaciones de 0.49 cm. de diámetro por donde circulan los gases. Para evitar que el catalizador caiga se dispone de malla de Acero Inoxidable de 14 mesh 0.119 cm. (Fig. 7), (Fig. F1, Fig. F2).

Acoplado al Reactor se tiene un refrigerante de Acero Inoxidable de 1/4" de diámetro interno, y una coraza de Acero al carbón de 2".

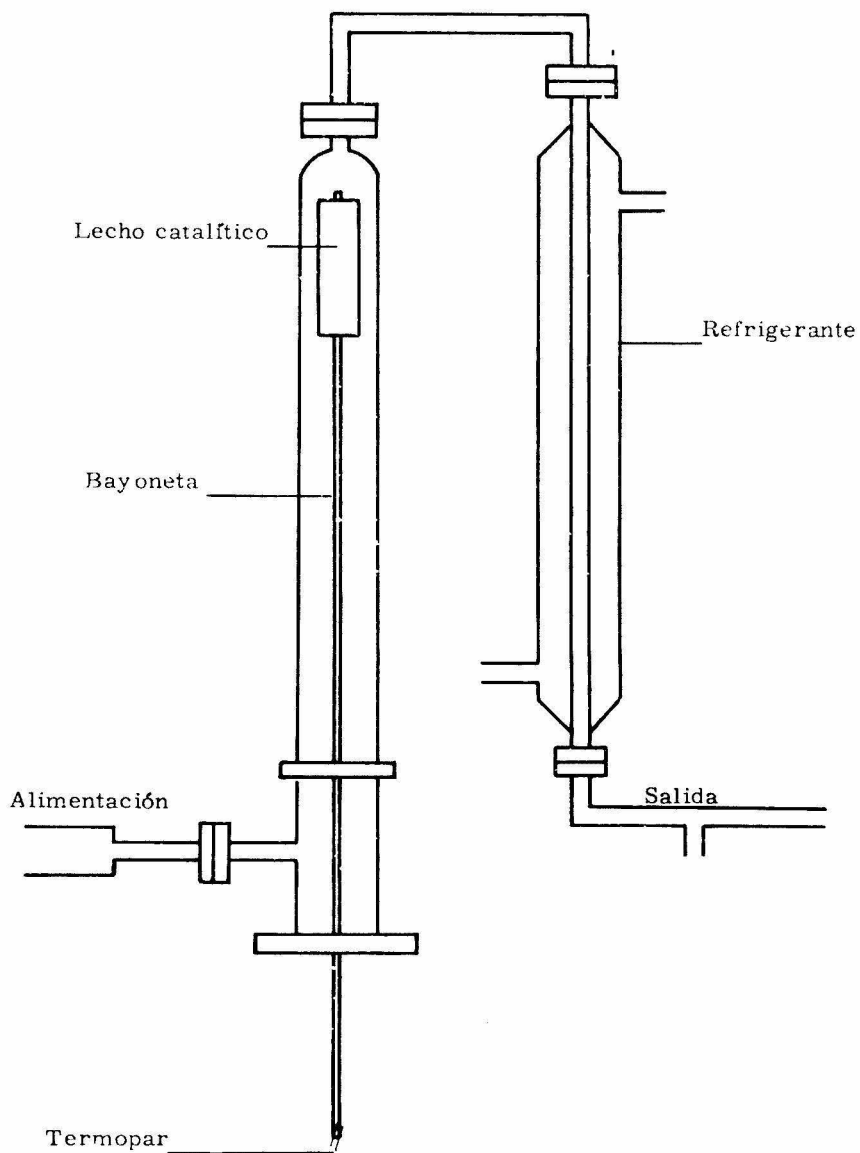


Fig. 7

Reactor catalítico integral, usado en el presente trabajo.

Se cuenta además para control de temperatura con un relevador magnético conectado a un controlador ON-OFF, de 0 a 400°C. marca PYROPLASTIK, Se usaron termopares de hierro - constantano.

El sistema de enfriamiento consiste en una solución de etileno glicol a 0°C, que se recircula mediante una bomba.

Como medio de calentamiento se usó una resistencia de alambre de Kanthal, la cual se conectó al relevador y a la corriente para tener un buen control de temperatura. El aparato (reactor) fué aislado con medias cañas de asbesto comprimidos.

#### 4.- Sistema de Flujo de Reactivos.

Los reactivos fluyen de tanques comerciales por mangueras de 1/4" y 3/8 hasta los tubos del mismo diámetro; dichos tubos son de cobre, excepción hecha del tubo de alimentación del reactor que es de Acero Inoxidable y de 1/4". (fig.8).

El mezclado se hace antes de llegar al reactor mediante el paso de oxígeno y nitrógeno por una T de cobre. (punto mezclado).



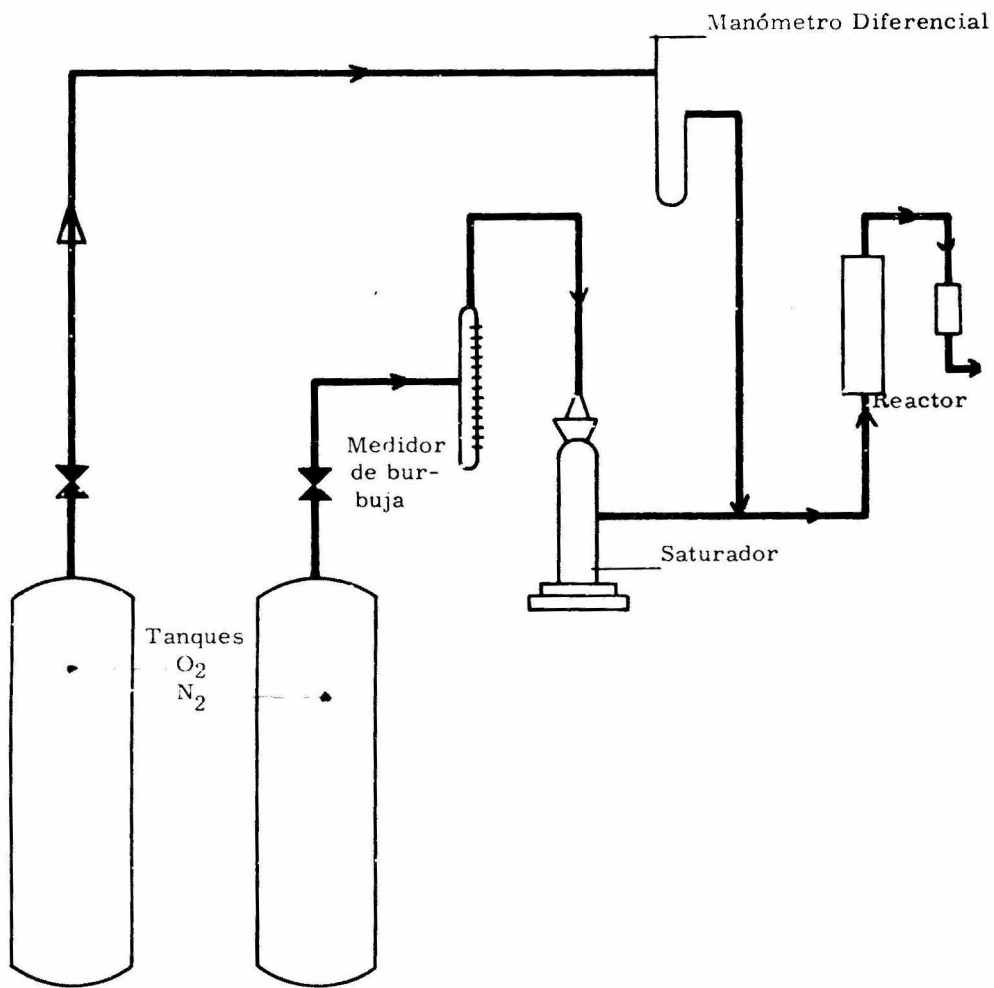


Fig. 8

Diagrama de flujo de reactivos usados en el presente estudio.

El  $N_2$  pasa del Tanque a un medidor de burbuja mediante mangueras y de ahí sale al saturador (conteniendo metanol) y posteriormente a la T de mezclado. El  $O_2$  fluye del Tanque comercial a un manómetro diferencial (previamente calibrado), cuya curva de calibración se muestra en el apéndice) mediante manguera contra ácido hasta la T de mezclado.

Cabe hacer notar que partir de una experiencia fortuita se pudo demostrar que no existe la posibilidad de flujo a través del espacio anular entre el tubo externo del reactor y la bayoneta donde se coloca el catalizador. Puesto que en una ocasión se tapó ésta y la mezcla de reactivos no pudo fluir a través del reactor, desarrollándose una gran presión en el sistema.

5.- Análisis de Productos: El análisis se hizo por métodos Iodimétricos mediante la titulación con  $Na_2S_2O_3$  de una mezcla de Iodo y Formaldehído (7) en medio acuoso.

PROCEDIMIENTO: Se toma una muestra de 10 ml de solución obtenida, que supuestamente contiene formaldehído y se agregan 25 ml de una solución de Iodo 0.1N y 2 ml de Hidróxido de Sodio 4 N. Al agregar el Iodo (KI) la solución toma una coloración café, y con

El  $N_2$  pasa del Tanque a un medidor de burbuja mediante mangueras y de ahí sale al saturador -- (conteniendo metanol) y posteriormente a la T de mezclado.

El  $O_2$  fluye del Tanque comercial a un manómetro diferencial (previamente calibrado, cuya curva de calibración se muestra en el apéndice) mediante - manguera contra ácido hasta la T de mezclado.

#### 5.- Análisis de Productos.

El análisis se hizo por métodos Iodimétricos mediante la titulación con  $Na_2S_2O_3$  de una mezcla de Iodo y Formaldehído (7) en medio acuoso.

#### PROCEDIMIENTO:

Se toma una muestra de 10 ml de solución obtenida, que supuestamente contiene formaldehído y se agregan 25 ml de una solución de Iodo (yoduro de potasio) 0.1N y 2 ml de Hidróxido de Sodio 4 N.

Al agregar el Iodo la solución toma una coloración café, y con el hidróxido de sodio se presenta una variación a amarillo cristalino casi incolora.

el hidróxido de sodio se presenta una variación a amarillo cristalino casi incolora.

Hecho esto se deja reposar en la obscuridad por espacio de 5 minutos, (disminuyendo aún más el tono amarillento), después de los cuales se saca y se agrega una solución de Acido Clorhídrico al 50% hasta tener un pH ácido de 6. Virando de -- incoloro a café obscuro nuevamente.

Hecho esto se procede a titular con tiosulfito - de Sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) hasta el vire a incoloro.

La interpretación del resultado es:

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$



si

$$V_2 = X$$

$$(X \text{ vol. gastado en titular}) 1.5 \times \frac{\text{muestra total en volumen}}{10} = \text{mg CH}_2\text{O}$$

...

## 6.- Procedimiento Experimental.

Se empieza a pasar oxígeno durante unos minutos, mientras se calienta el reactor lentamente, empezando desde 50°C. Al llegar a 240°C, se corta el oxígeno y cuando ya se ha alcanzado 250°C se empieza a pasar nitrógeno y después el oxígeno. Cuando ambos flujos se encuentran estabilizados en el nivel de gasto deseado, se cambia el agua de la trampa absorbidora de producto y se anota la temperatura de operación. Hecho lo anterior se inicia la corrida, la cual dura sesenta minutos. Durante la corrida deben verificarse cada 15 minutos los flujos de nitrógeno, oxígeno y la temperatura.

Cuando ha terminado la corrida se deja pasar oxígeno, por cinco minutos y se sacan las muestras para su análisis.

...

V.- ESTIMACION DE RESISTENCIAS  
DE TRANSPORTE.

---

1.- Gradiente de temperatura en la película de gas.

Considerando una reacción exotérmica con  
cierto  $\Delta H$ .

El Balance de calor sería:

$$-\Delta H r_p = h a m (T_b - T_s) \dots\dots\dots (1)$$

$$J_H = (h/C_p G) (C_p \mu / k)^{2/3} \dots\dots\dots (2)$$

$$Q_R = -\Delta H r_p \dots\dots\dots (3)$$

$$Q = h a m (T_s - T_b) \dots\dots\dots (4)$$

igualando 3 y 4 :

$$-\Delta H r_p = h a m (T_s - T_b)$$

De 1 y 2 :

$$(T_b - T_s) = -\Delta H r_p / a m ( J_h G C_p / (C_p \mu / k)^{2/3}$$

$$(T_b - T_s) = (r_p / a m) (-\Delta H P r^{2/3} / J_H G C_p)$$

PROPIEDADES. -

$$\Delta H = - 28.29 \text{ Kcal/mol} \quad (8)$$

$$\mu_m = 0.033901 \text{ Centipoises} \quad (9)$$

$$\rho_m = 47.69717 \times 10^{-5} \text{ g/cc}$$

$$a_m = (6/\rho_p d_p) = (6/3.61 \times 0.2) = 8.31 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$\mu = 3.39 \times 10^{-4} \text{ poises}$$

$$D = 0.50292 \text{ cm}^2/\text{seg.} \quad (10)$$

$$C_{pm} = 0.5755 \text{ cal/g}^\circ\text{C}$$

$$G_1 = 2.70925 \text{ g/cm}^2 \times \text{hr}$$

$$r_p = 0.087665 \text{ gmol/hr g}$$

$$X_1 = 52.7\%$$

$$X_2 = 10.2\%$$

$$R_e = (d_p G / \mu) = \frac{0.2 \text{ cm} \times 7.5257 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2 \text{ seg}}{0.033901 \times 10^{-2} \text{ g/cm}^2 \text{ seg}}$$

$$R_e = 0.444$$

Se supone: (11)

$$J_D = 0.9 \quad \Rightarrow \quad J_H = \frac{J_D}{0.7} = 1.2357$$

$$P_r = 1.25923$$

$$T_s - T_b = (r_p / a_m) \left( \frac{-\Delta H P_r^{2/3}}{J_H G C_p} \right)$$

$$T_s - T_b = \frac{r_p}{a_m} \frac{(-28290) (1.2592)}{1.2857 \times 0.5755 \times 2.71}$$

$$T_s - T_b = \frac{0.087665}{8.31} = \frac{28290 \times 1.2592}{1.2857 \times 0.5755 \times 2.7092}$$

$$T_s - T_b = 0.0105493 \frac{35622.768}{2.005184}$$

$$T_s - T_b = \frac{375.8}{2.005184} = 187.41422^\circ\text{C}.$$

$$T_s - T_b = 187.41422^\circ\text{C}$$

$$T_b = 573 - 187.41422^\circ\text{C} = 385.58578^\circ\text{C}$$

$$\Theta = \frac{T_s - T_b}{T_b} = \frac{187.41422}{385.59} = 0.486045$$

Vemos una diferencia de temperatura de  $187^\circ\text{C}.$ , lo cual nos indica gradientes de temperatura - considerables.



2.- Gradiente de Concentración en la película de gas.

El balance de materia sería:

$$r_p = kmAm (C_b - C_s) \dots (1); \quad C_b - C_s = \frac{r_p}{kmam}$$

$$J_D = \frac{km \rho}{G} \left( \frac{\mu}{\rho D} \right)^{2/3} \dots (2) \quad km = \frac{J_D G}{\rho \left( \frac{\mu}{\rho D} \right)^{2/3}}$$

eliminando km y sustituyendo 1 en 2:

$$C_b - C_s = \frac{r_p}{am} \left( \frac{\mu \rho D}{J_D G} \right)^{2/3} \dots (3)$$

La ecuación 3 da o presenta el gradiente de concentraciones. Por otro lado, suponiendo idealidad:

$$C_s = \frac{n}{v} = \frac{P}{RT} Y_m \dots (4)$$

Usando las propiedades de la parte A se tiene:

$$Re = 0.444$$

$$C_b - C_s = 0.0105493 \frac{\text{g mol}}{\text{cm}^2 \text{ h}} \times \frac{1.2592}{0.051135 \times 10^5 \frac{\text{h}}{\text{cm}}}$$

$$C_b - C_s = 0.0105493 \times 0.24625 \times 10^{-3} = 2.5978 \times 10^{-5} \text{ g ml/cm}^3$$

$$\frac{C_b - C_s}{C_b} = \frac{2.5978 \times 10^{-5}}{cb} \frac{\text{g mol}}{\text{cm}^3}$$

$$C_b = \frac{i'}{RT} \quad y = \frac{0.769 \times 0.1367}{0.8205 \times 573} = 2.2359 \times 10^{-3}$$

$$\frac{C_b - C_s}{C_b} = \frac{2.5978 \times 10^{-5}}{2.2359 \times 10^{-3}} = 1.1623 \times 10^{-2}$$

$$\frac{C_b - C_s}{C_b} = 0.011623$$

En este caso el gradiente es despreciable.

### 3.- Gradiente Intrapartícula

En este caso, los gradientes debidos a la -  
difusión de masa y calor en los poros son des--  
preciables debido a que el catalizador está depo-  
sitado sobre la capa externa del soporte exclusi-  
vamente. (11, 12).

...

## VI. - PRESENTACION Y DISCUSION DE RESULTADOS.

### 1.- Resultados.-

Como ya se mencionó, el principal objetivo en la operación de nuestro reactor es el de obtener datos de actividad del catalizador, por lo cual las observaciones que se realizan son con el fin de obtener curvas de conversión contra espacio-velocidad a una o varias temperaturas.

Antes de proceder a la obtención de dichas curvas, se probó la reproducibilidad de las mediciones efectuando dos series de corridas sin variar ninguna de las condiciones, los datos obtenidos se muestran en las tablas 1 y 2; como podrá observarse, los datos de conversión se mantuvieron prácticamente constantes, por lo cual consideramos que el funcionamiento de nuestro equipo era correcto y que el catalizador estaba operando en su período de actividad constante.

A continuación se procedió a obtener los datos para las curvas de conversión contra W/F. Para lo cual se fueron variando los gastos de alimentación de reactivos, mientras la concentración de los mismos se mantuvo constante a una temperatura de 300°C, los resultados se muestran en las tablas 3 y 4 y en las figuras 9 a 13.

...

TABLA I

-----

Corrida para probar la reproducibilidad de los datos:

<u>W/F</u>	<u>Q'O<sub>2</sub></u>	<u>Q'N<sub>2</sub></u>	<u>Q'M</u>	<u>Q'T</u>	<u>Y'O<sub>2</sub></u>	<u>Y'M</u>	<u>T°C</u>	<u>X%</u>
252.43	200	500	79.173	779.173	0.25668	0.1016	260	5.8
252.43	200	500	79.173	779.173	0.25668	0.1016	260	6.62
252.43	200	500	79.173	779.173	0.25668	0.1016	260	4.88
252.43	200	500	79.173	779.173	0.25668	0.1016	260	6.60
252.43	200	500	79.173	779.173	0.25668	0.1016	260	6.30
252.43	200	500	79.173	779.173	0.25668	0.1016	260	6.60

TABLA II

-----

Muestra la reproducibilidad de los datos:

$Q'O_2$	$Q'N_2$	$Q'M$	$Q'T$	$Y'O_2$	$Y'M$	$T^{\circ}C$	$X\%$
300	500	79.173	879.173	0.314	0.090	300	8.89
300	500	79.173	879.173	0.314	0.090	300	8.40
300	500	79.173	879.173	0.314	0.090	300	8.56

TABLA III

-----

$$Y'O_2 = 0.1978$$

$$Y'M = 0.109$$

$$W = 40 \text{ g.}$$

$$T^{\circ}\text{C} = 300^{\circ}\text{C}$$

<u>Q'O<sub>2</sub></u>	<u>Q'N<sub>2</sub></u>	<u>Q'M</u>	<u>Q'T</u>	<u>W/F</u>	<u>X%</u>
60	210	33.252	303.252	601.14	52.42
60	210	33.252	303.252	601.14	52.76
60	210	33.252	303.252	601.14	52.76
80	280	44.33	404.33	451.161	42.85
80	280	44.33	404.33	451.161	43.40
120	420	66.5	606.5	300.75	29.00
120	420	66.5	606.5	300.75	29.50
160	560	88.60	648.6	225.73	18.50
160	560	88.60	648.6	225.73	18.50
2002	700	110.8	1010.8	180.505	14.80
2002	700	110.8	1010.8	180.505	15.06
240	840	132.9	1212.9	10.745	10.24
240	840	132.9	1212.9	10.745	10.14

TABLA IV  
-----

$$Y'O_2 = 0.1472$$

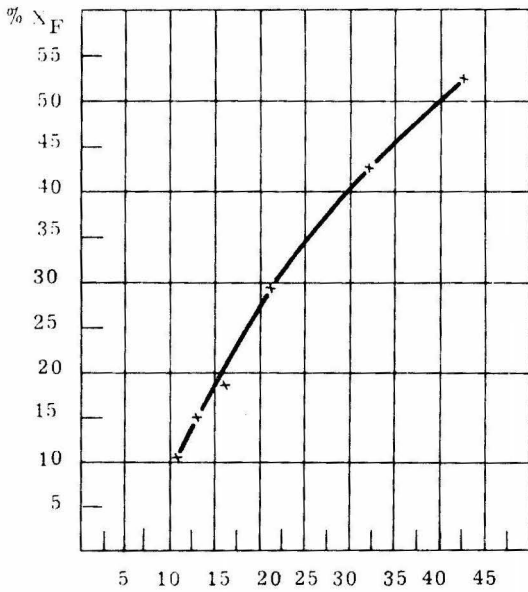
$$Y'M = 0.116$$

$$W = 40 \text{ g}$$

$$T^{\circ}C = 300$$

$Q'O_2$	$Q'N_2$	$Q'M$	$Q'T$	$W/F$	$X \%$
60	300	47.5	407.5	421.052	28.4
60	300	47.5	407.5	421.052	28.25
90	450	71.25	611.25	278.745	17.09
90	450	71.25	611.25	278.745	17.27
120	600	95	815	225.733	17.22
150	750	118	1018.7	169.5	9.59
150	750	118	1018.7	169.5	9.37





$Y'_M = 0.109$      $T = 300^{\circ}\text{C}$   
 $Y'_{O_2} = 0.1978$      $t = 60 \text{ min.}$

Fig. 9

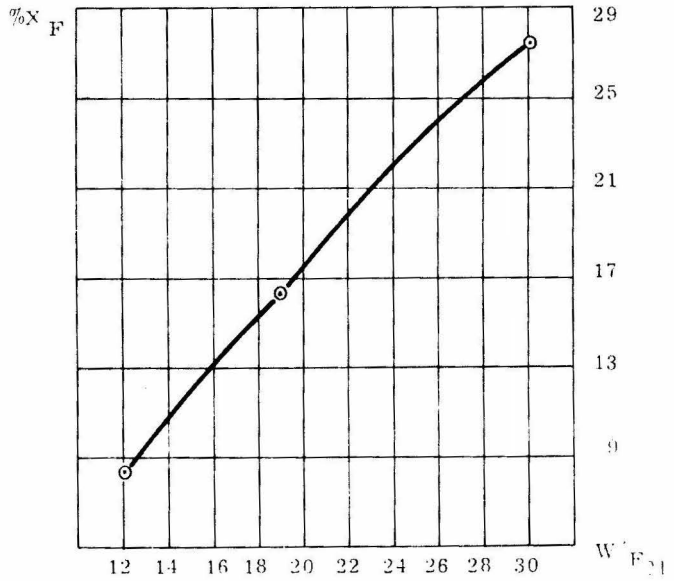


Fig. 10

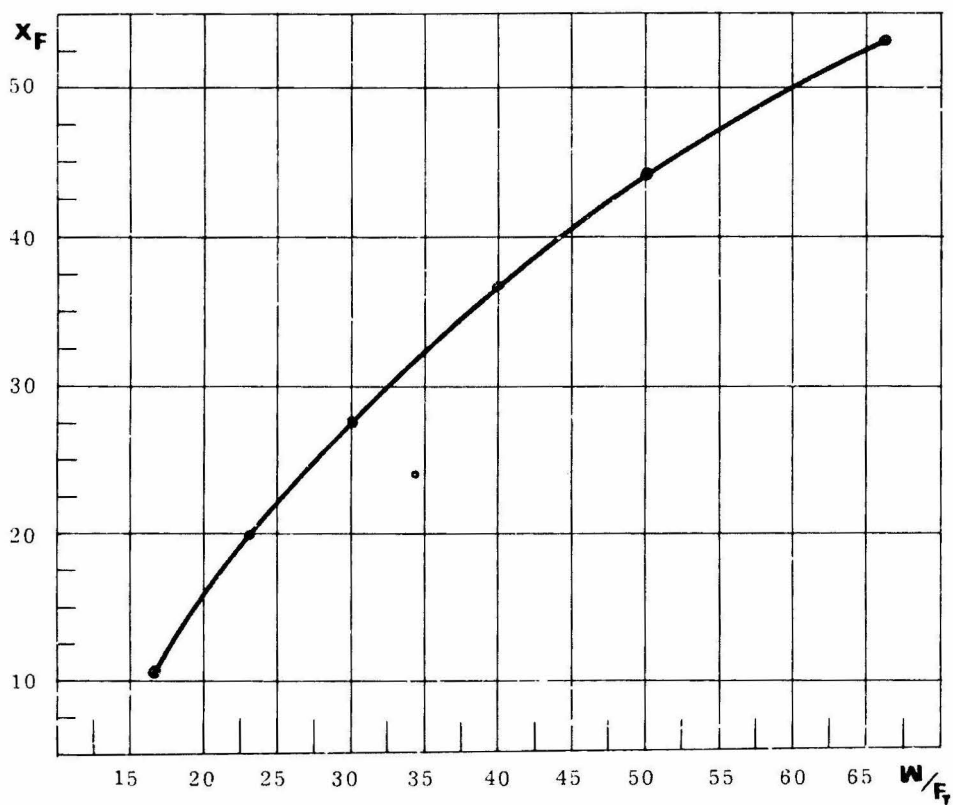


Fig. 13.

$W = 40 \text{ g.}$

$T = 300^\circ\text{C}$

$T_a = 20^\circ\text{C}$

$t = 60 \text{ min.}$

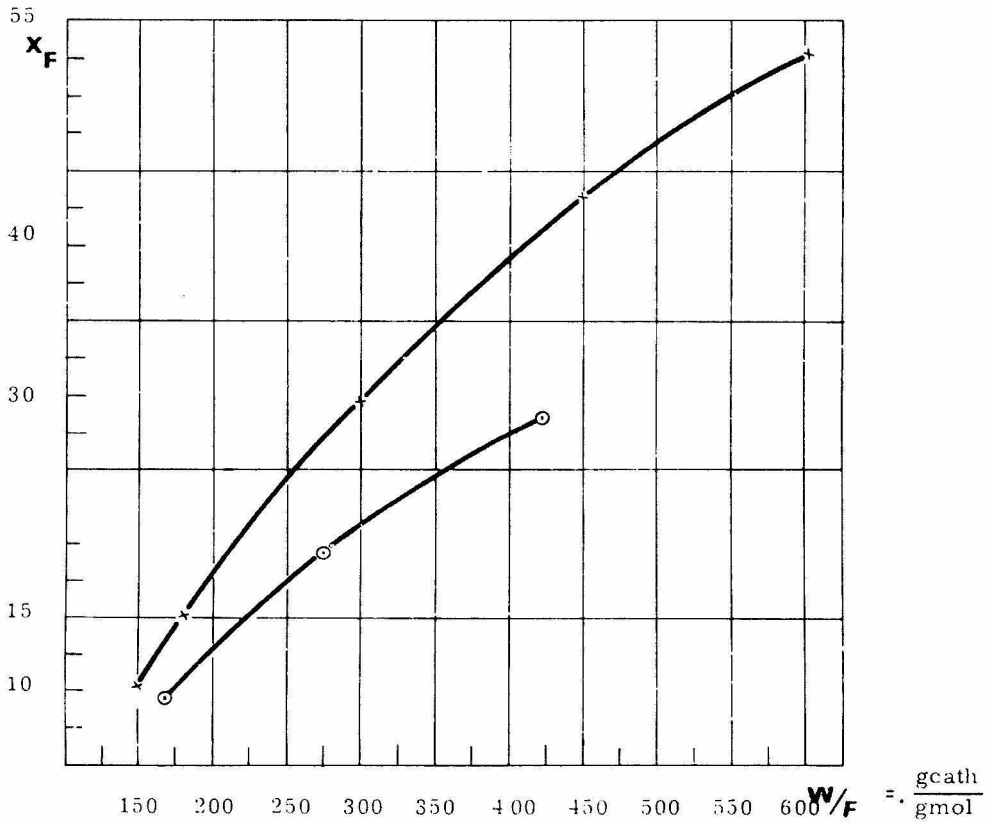


Fig. 11, 12.

$$N \begin{cases} Y'_M = 0.109 \\ Y'_{O_2} = 0.1978 \end{cases}$$

$$\begin{cases} T = 300^\circ\text{C} \\ T_a = 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

$$\Theta \begin{cases} Y'_M = 0.116 \\ Y'_{O_2} = 0.1472 \end{cases}$$

$$t = 60 \text{ min. } W = 40 \text{ g}$$

## B.- DISCUSION

A partir de los resultados anteriores, se puede observar que en las condiciones de los experimentos, las conversiones obtenidas son relativamente bajas lo cual puede deberse principalmente a que la temperatura de operación es reducida que no hay un gran exceso de Oxígeno en la alimentación y que el catalizador tiene bajo contenido de óxido de molibdeno comparado con el usado comercialmente (13).

Lo importante es que los resultados que se muestran indican que el método que se ha usado permite obtener datos mediante los cuales se pueda evaluar el comportamiento del catalizador, así como el efecto de las variables principales sobre el mismo.

Como era de esperarse, existe un fuerte gradiente de temperatura interfase, ya que la reacción es fuertemente exotérmica y las velocidades de flujo son reducidas, sin embargo esto ----

no afecta la validez de los resultados obtenidos, puesto que estos serán utilizados como evaluación preliminar únicamente y de ninguna manera se pretenderá utilizar el reactor integral para estudios de cinética o para discriminar entre diversos mecanismos de reacción.

....

## VII - CONCLUSIONES

- 1.- Es posible obtener con este reactor datos - que permitan evaluar el comportamiento de un catalizador sólido.
- 2.- La reproducibilidad de resultados indica que el aparato y el sistema experimental funcionan correctamente.
- 3.- Los resultados obtenidos nos muestran que - los gradientes de concentración radiales son realmente despreciables, lo cual era de esperarse (Ref.11).
- 4.- A pesar de lo indicado arriba se aprecia que los gradientes de temperatura son significativos, lo cual está de acuerdo con los resultados obtenidos por otros investigadores (14).
- 5.- La versatilidad del aparato, y la facilidad de obtención de datos ha sido comprobada, así - como la facilidad de operación e instalación - del sistema.
- 6.- No existe flujo através del espacio anular -- (ver página 27).

- \* 6.- La utilización de un sistema de calentamiento por resistencias. (para trabajar a bajas temperaturas). nos dá resultados satisfactorios para la reacción estudiada en este caso.
- 7.- Debido a la utilización de bajas concentraciones de oxígeno y a una temperatura de operación máxima de  $300^{\circ}\text{C}$ , con el Catalizador antes mencionado se obtienen bajas conversiones, comparadas con las que se obtienen generalmente en la industria para la oxidación de metanol.
- 8.- La conversión a formaldehído aumenta conforme se disminuye el flujo de reactivos manteniéndose la composición de alimentación y la temperatura de reacción constantes.
- 9.- Aumentando la concentración de oxígeno en la corriente de reactivos, aumenta también la conversión a formaldehído a una temperatura y un flujo de alimentación constante.

## BIBLIOGRAFIA

1. - R. E. KENSON, M. LAPKIN, Journal of Physical Chemistry 74 (1970), 1493 - 1502.
2. - Peter D. KLUGHERZ and Peter HARRIOTT AICHE, Journal (17. 4), 866 (1971).
3. - P. H. CALDERBANK, Journal of Appl. Chem. 2, 482-492, (1952).
4. - E. E. CORRIGAN, J. C. GARVER, H. F. ROSE, and R. S. KIRK. - Chemical Engineering Progress, 49. 11. 603, (1953).
5. - J. BESOMBES-VAILHÉ et G. BANTIGNIES. "Exposé présenté a l'occasion 9eme. Cycle de Perfectionnement en Génie Chimique - a l'abord des applications industrielles". Bruxelles, le 29 Février 1968.
6. - G. K. BORESKOV, G. D. KOLOVERTNOV, V. A. DZISKO, BI POPOV, D. V. TARASONA et G. G. BELNGINA. Kinetica i Kataliz, 6, 1052, (1965).
7. - L. A. SARVER, y I. M. KOLTHOFF, Journal of American Chemical Society, 53, 512, (1931).  
KOLTHOFF, I. M. BELKER, Volumetric Analises, Vol. III, Pag. - 375 (Ed. 1957).
8. - J. H. PERRY "Chemical Engineers" Handbook, 4th. Ed. p. 3 - 136, International Student Edition Mc-Graw-Hill Chemical Eng. Series, Tokyo.
9. - REID Y SHERWOOD "Propiedades de los gases y líquidos, su estimación y correlación". P. -472, 2a. Ed. en español UTEHA, 1968, México.
10. - R. B. BIRD, W. E. STEWART, E. N. LINGHTFOOT "Fenómenos de Transporte" P-16-16 Ed. Española, Barcelona 1964.
11. - J. M. SMITH, Chemical Engineering Kinetics, 2nd. Ed. P. 364, - Mc-Graw-Hill Kogakusha 1970, Tokyo.



12. - HUTCHINGS & J. J. CARBERRY, AIChE Journal 12, 20 (1966).
13. - ALAIN ROGER CHAUVELS , PHILLIPE ROBERT COURTY, -  
Hydrocarbon Processing , Septiembre 1973.
14. - G. BANTIGNIES, Génie Chimique, 10, 560, 1968.
15. - BRUMBLAY, "Quantitative Analysis" P. 78, 79.
16. - L. A. SERVER, I. M. KOLTHOFF. , Journal of American -  
Chemical Society. 53, 1931, 512.

- . o . -

APENDICES :

A.-	Cálculo y Calibración de medidores	51
B.-	Datos Leídos Directamente.	54
C.-	Datos Calculados	58
D.-	Ejemplo del método de cálculo	62
E.-	Métodos de Análisis	65

## APENDICES.

-----

### CALIBRACION DE LOS MEDIDORES.

#### 1.- Medidor de Burbuja:

Se mide un volumen determinado y se hace una marca, después se hace pasar una burbuja de jabón y se mide el tiempo que tarda en pasar por la marca.

#### 2.- Calibración del Capilar-diferencial:

Se calibró mediante un rotámetro con esfera de acero inoxidable de un 1/8" y con un flujo máximo de 2,500 centímetros cúbicos por minuto, a condiciones normales. Se hizo pasar nitrógeno por el rotámetro que estaba conectado a la entrada del capilar, y se fueron variando los flujos, midiendo entonces la diferencia de alturas para obtener con esto la gráfica de calibración que se muestra a continuación. (Ver Fig. A-1).

3.- Cálculo del Medidor de Burbuja:

El máximo gasto por alimentar será:

$$1000 \text{ cc} \times 1 \text{ minuto} = 16.66 \text{ cc/segundo.}$$

Suponiendo que, el tiempo para medir sea -  
de: 15 segundos tenemos que:

$$V_t = 15 \text{ seg.} \times 16.66 \frac{\text{cc}}{\text{seg}} = a 249 \text{ cc.}$$

Si la altura deseada es de 50 cm. tenemos:

$$A = \frac{V}{h} = \frac{249}{50} = 4.98 \text{ cm}^2$$

$$A = \frac{\pi}{4} \times d^2 \quad d^2 = \frac{4.98}{0.785} = 6.34$$

CURVA DE CALIBRACION DEL -  
CAPILAR DIFERENCIAL.

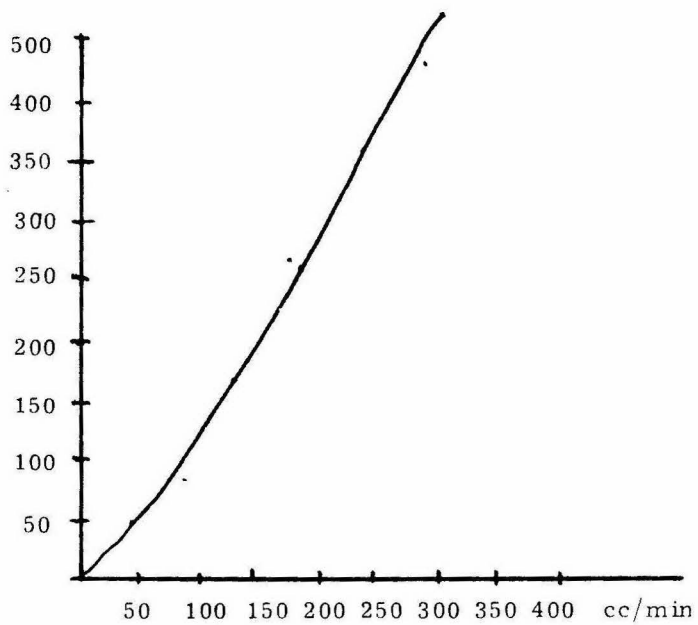


Fig. A-1

T A B L A    B - 1

DATOS LEIDOS DIRECTAMENTE.

Corrida	$Q'O_2$ cc/min	$Q'N_2$ cc/min	T°C.	T-am°C
1	200	500	260	20°C
2	200	500	260	20°C
3	200	500	260	20°C
4	200	500	260	20°C
5	200	500	260	20°C
6	200	500	260	20°C

TABLA B-2

---

Corrida	$Q'O_2$ cc/min	$Q'N_2$ cc/min	T°C	T-am°C
7	300	500	260	20°C
8	300	500	260	20°C
9	300	500	300	20°C
10	300	500	300	20°C
11	300	500	300	20°C

TABLA B-3

Corrida	Q'O <sub>2</sub> cc/min	Q'N <sub>2</sub> cc/min	T°C	T-am°C
12	60	210	300	20°C
13	60	210	300	20°C
14	60	210	300	20°C
15	80	280	300	20°C
16	80	280	300	20°C
17	120	420	300	20°C
18	120	420	300	20°C
19	160	560	300	20°C
20	160	560	300	20°C
21	200	700	300	20°C
22	200	700	300	20°C
23	240	840	300	20°C
24	240	840	300	20°C



TABLA B-4

---

Corrida	$Q'O_2$ <sup>cc/min</sup>	$Q'N_2$ <sup>cc/min</sup>	$T^{\circ}C$	$T-anz^{\circ}C$
25	60	47.5	300	$20^{\circ}C$
26	60	47.5	300	$20^{\circ}C$
27	90	71.25	300	$20^{\circ}C$
28	90	71.25	300	$20^{\circ}C$
29	120	95.	300	$20^{\circ}C$
30	120	95.	300	$20^{\circ}C$
31	150	118.	300	$20^{\circ}C$
32	150	118.	300	$20^{\circ}C$

TABLA C-1

DATOS CALCULADOS

Corrida	$Q'_T$	$Y'_{O_2}$	$Y'_M$	$X\%$	$\frac{WT}{FM}$
1	79.173	0.25668	0.1016	5.80	252.43
2	79.173	0.25668	0.1016	6.62	252.43
3	79.173	0.25668	0.1016	4.88	252.43
4	79.173	0.25668	0.1016	6.60	252.43
5	79.173	0.25668	0.1016	6.30	252.43
6	79.173	0.25668	0.1016	6.60	252.43

TABLA C-2

---

Corrida	$Q'_T$	$Y'_{O_2}$	$Y'_M$	$X\%$
7	879.173	0.3412	0.090	7.24
8	879.173	0.3412	0.090	7.80
9	879.173	0.3412	0.090	8.89
10	879.173	0.3412	0.090	8.40
11	879.173	0.3412	0.090	8.56

TABLA C-3

Corrida	Q <sub>T</sub>	Y <sub>O<sub>2</sub></sub>	Y <sub>M</sub>	X <sub>70</sub> <sup>0%</sup>	$\frac{WT}{FM}$
12	303.252	0.1978	0.109	32.42	601.140
13	303.252	0.1978	0.109	52.76	601.140
14	303.252	0.1978	0.109	52.76	601.140
15	404.33	0.1978	0.109	42.85	451.161
16	404.33	0.1978	0.109	43.40	451.161
17	606.5	0.1978	0.109	29.0	300.75
18	606.5	0.1978	0.109	29.5	300.75
19	648.6	0.1978	0.109	18.5	225.73
20	648.6	0.1978	0.109	18.5	225.73
21	1010.8	0.1978	0.109	14.8	180.505
22	1010.8	0.1978	0.109	15.06	180.505
23	1212.9	0.1978	0.109	10.24	150.489
24	1212.9	0.1978	0.109	10.14	150.489

TABLA C- 4

Corrida	$Q'_T$	$Y'_{O_2}$	$Y'_M$	$X\%$	$\frac{WT}{F_M}$
25	407.5	0.1472	0.116	28.4	421.052
26	407.5	0.1472	0.116	28.25	421.052
27	611.25	0.1472	0.116	17.09	278.745
28	611.25	0.1472	0.116	17.27	278.745
29	815.0	0.1472	0.116	17.22	225.733
30	815.0	0.1472	0.116	17.70	225.733
31	1018.7	0.1472	0.116	9.59	169.5
32	1018.7	0.1472	0.116	9.37	169.5

## A P E N D I C E    D

---

### Método de Cálculo.

A.- Obtención de mg. de formaldehido:

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

Vol usado = 21.5 ml. de tiosulfato de Sodio.

Normalidad del Iodo = 0.099 N.

Normalidad del Tiosulfato = 0.1 N.

Vol Iodo = 25 ml.

$$25 \times 0.099 = 0.1 V_2$$

(  $V_2$  = Vol gastado)  $\times 1.5 \times 50$  - mgCH<sub>2</sub>O

$$24.75 - 21.5 = 3.25 \text{ ml}$$

$$3.25 \text{ ml} \times 1.5 \times 50 = 243.75 \text{ mg CH}_2\text{O}$$

$$\text{mg formaldehido} = 243.75$$

...

B.- Obtención de la conversión:

Datos:

$$T_a = 20^{\circ}\text{C} = 293^{\circ}\text{K}$$

$$P^{\circ}_M = 80 \text{ mm Hg}$$

$$P_T = 585 \text{ mm Hg} = 0.769 \text{ atm.}$$

$$Q_{N_2} = 500 \text{ cc/min}$$

$$Q_{O_2} = 200 \text{ cc/min}$$

$$P_M = 30 \text{ g/g mol}$$

Ecuaciones:

$$T_a = P^{\circ}_M e \dots\dots\dots(1)$$

$$Y_M = P^{\circ}_M e / P_T \dots\dots\dots(2)$$

$$Y_{N_2} = 1 - Y_M \dots\dots\dots(3)$$

$$Q_T = Q_{N_2} / Y_{N_2} \dots\dots\dots(4)$$

$$Q_M = Q_T Y_{N_2} \dots\dots\dots(5)$$

$$Q'_T = Q_{N_2} + Q_{O_2} + Q_M \dots\dots(6)$$

$$Y'_M = Q_M / Q'_T \dots\dots\dots(7)$$

$$Y'_{O_2} = Q_{O_2} / Q'_T \dots\dots\dots(8)$$

$$X_F = \frac{(g\text{CH}_2\text{O} / P_M) \times 82.05 \times t_a}{Q'_T \times 0.769 \times t \times Y'_M} \dots\dots(9)$$

Sustituyendo los datos en las ecuaciones se tiene:

$$Y_M = \frac{80}{585} = 0.1367$$

$$Y_{M2} = 0.8633$$

$$Q_T = \frac{500}{0.8633} = 579.173$$

$$Q_M = 579.173 - 500 = 79.173$$

$$Q'_T = 579.173 + 200 = 779.173$$

$$Y'_M = \frac{79.173}{779.173} = 0.101$$

$$X_F = \frac{(0.24375/30) \times 82.05 \times 292}{779.173 \times 0.769 \times 0.101 \times 55}$$

$$X_F = 5.8\%$$

...



APENDICE E  
DETERMINACION DEL HIERRO.

Se agregan a la muestra (15) 10 ml. de agua destilada y 10 ml de Acido Clorhídrico 12 F Concentrado, a cada matraz y se calienta cada mezcla suavemente sobre un mechero hasta disolución total manteniendo el volumen en 20 ó 25 ml. con --- Acido Clorhídrico 6 F.

Después a ebullición se le agregan Cloruro de Estaño gota a gota hasta que cambie el color amarillo del Fe.

Se agregan entonces una a dos gotas más de -- Cloruro de Estaño.

Se enfria la solución a temperatura inferior a 25°C y se agregan de una vez 10 ml de solución - 0.18 F de Cloruro de Mercurio.

Despues de 2 ó 3 minutos de agregan 200 ml de Agua destilada y se procede a la valorización.

Se agregan 25 ml de reactivo de Zimmermann-Reinhardt y se valora con Permanganato de Potasio 0.02 F estandar hasta la aparición del color rosa durante 15-30 segundos.

REACTIVOS:

Solución 0.5 F. de Cloruro de Estaño.

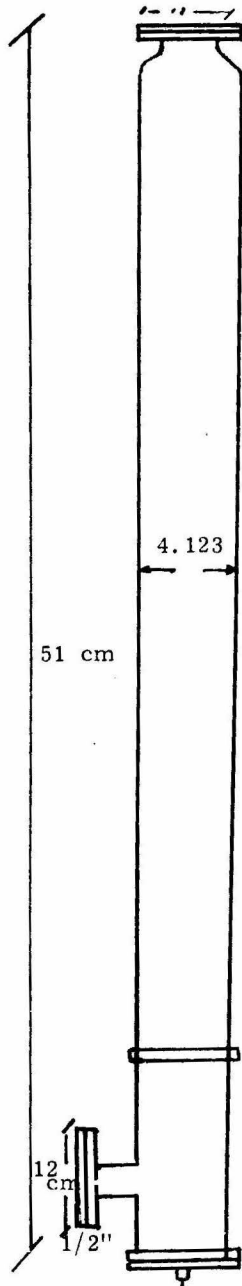
Disolver 110 g de Cloruro de Estaño en 250 ml de Acido Clorhidrico Concentrado (12 F). Se diluye la solución a un litro con agua destilada.

Preparación de Cloruro de Mercurio.

50 g de Cloruro de Mercurio en un litro de agua - destilada.

Preparación del reactivo de Zimmermann-Reinhardt 10 g de Sulfato de Manganeso en 500 ml de agua destilada.

\* Para método de Cálculo ver Ref. 16.



Tubo Acero Inoxidable 316  
Ø externo 15 cm.

Figura F-1

Reactor Catalítico Integral.

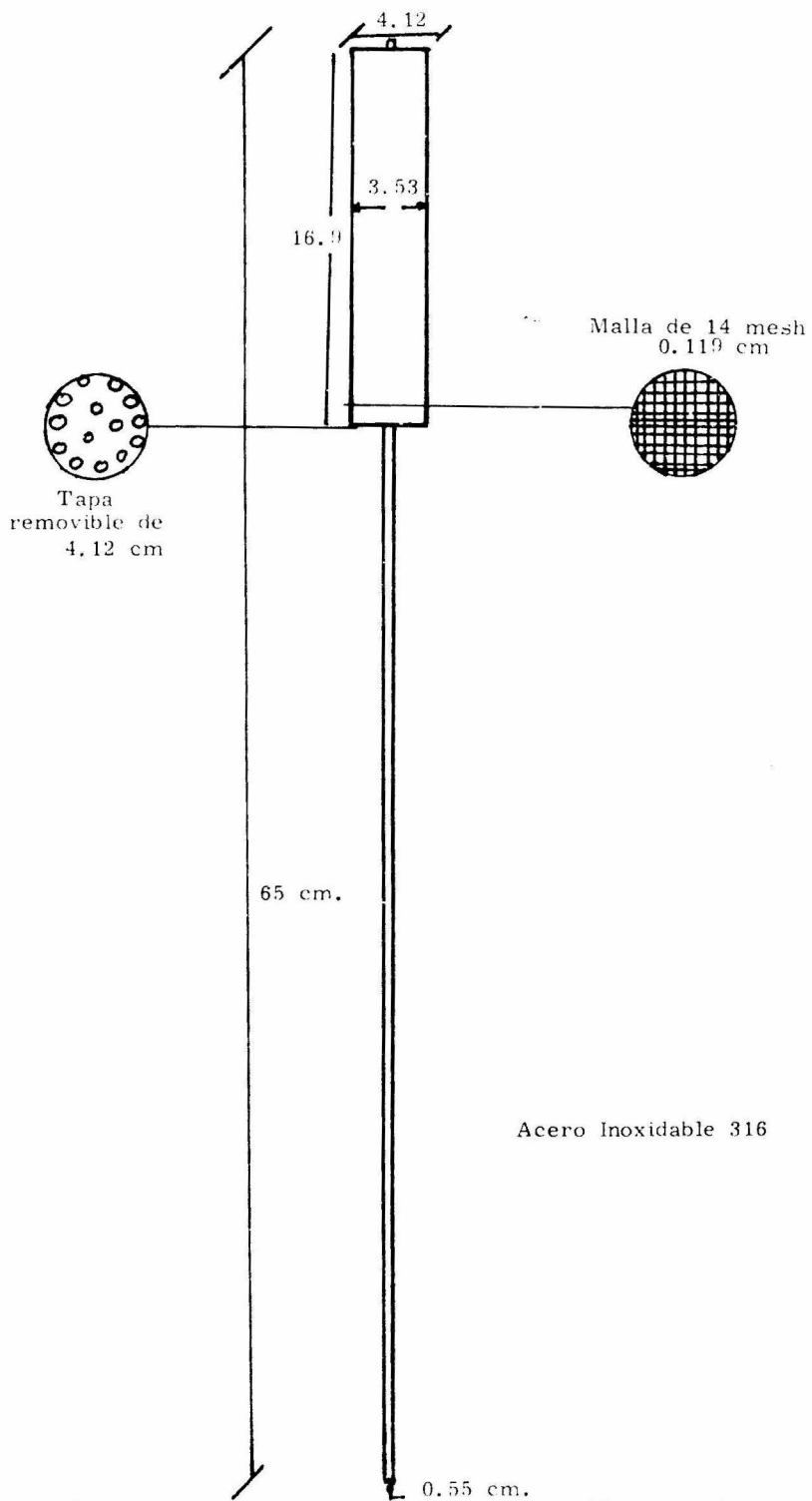


Figura F-2