

110

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

Facultad de Química



**PROCESO DE SINTESIS DE DIACETATO DE
ETILEN-GLICOL EN UN REACTOR SEMICONTINUO**

291067

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A
LOPEZ PAZ ALEJANDRO

México, D.F.

2001



EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUIMICA



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:

Presidente **Prof. Keller Torres Felipe Alberto**

Vocal **Prof. Torres Merino Jesús**

Secretario **Prof. Ruiz Trejo Rodolfo**

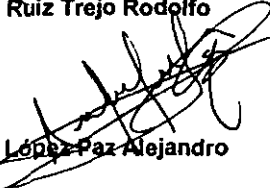
1er. Suplente **Prof. Méndez Fregoso Héctor**

2o. Suplente **Prof. Cuevas García Rogelio**

Sitio dónde se desarrolló el tema
Facultad de Química



Ruiz Trejo Rodolfo



López Paz Alejandro

INDICE

⇒ Objetivo	1
⇒ Introducción	2
⇒ Antecedentes	6
CAPITULO 1	
Reacciones de Estenificación	8
CAPITULO 2	
Reactores Semicontínuos	
a) Reactores semicontínuos isotérmicos	9
b) Reactores semicontínuos no isotérmicos	12
CAPITULO 3	
Descripción del Equipo	15
a) Diagrama de Flujo de Proceso	
CAPITULO 4	
Instrumentación del Equipo	27
CAPITULO 5	
Operación de Torres Empacadas	35
a) Retención	
b) Distribución de la Torre	
CAPITULO 6	
Descripción del Proceso	
a) Recomendaciones	37
CAPITULO 7	
Desarrollo Experimental	
a) Análisis de Resultados	38

CAPITULO 8

Conclusiones	64
--------------	----

APÉNDICE A

a) Introducción Histórica	66
b) Fundamentos y Técnicas de la Cromatografía de Gases	67
c) El Cromatógrafo de Gases	67
d) Columnas	70
e) Fase Estacionaria y Líquida	71
f) Tiempo de Retención de un Componente	72
g) Detectores	73
h) Clasificación de los Detectores	74
i) Descripción de Detectores	74
j) Sistema de Inyección de muestras	75
k) Instrumentación para la Cromatografía de Gases y su Optimización	76
l) Detectores de Conductividad Térmica	77
m) Detectores de Ionización	77
Análisis Cuantitativo	78
Simbología para Cromatografía de Gases	81

APENDICE B

a) Resistencia	85
b) Capacitores	86
c) Diodos	86
d) Transistores de unión Bipolar	89
e) Simbología	93

APENDICE C

a) Producción	97
b) Usos	97

BIBLIOGRAFIA	98
---------------------	-----------

Objetivo

Uno de los reactivos de mayor demanda en el Laboratorio de Ingeniería Química, es el Diacetato de Etilén-Glicol, producto de la esterificación del ácido acético con etilén-glicol. Este reactivo de amplio uso en la industria de solventes y barnices, en el LIQ es hidrolizado en prácticas de laboratorio, generándose mezclas ácidas de deshecho, susceptibles de ser tratadas para la regeneración del diéster.

El objetivo de este trabajo, es instalar y acondicionar un reactor de tanque agitado, capaz de trabajar en operación semicontinua para ser utilizado en la síntesis del diacetato de etilén glicol y la regeneración del mismo, a partir de las mezclas ácidas provenientes de su hidrólisis.

Esta contribución apoyará el desarrollo de nuestros programas de prácticas en el laboratorio de ingeniería química, dentro del enfoque de mejoramiento de la enseñanza experimental, en condiciones seguras.

El presente trabajo se inicio al recibir el equipo desarmado, al cual le faltaban muchas piezas como son: empaques para bridas, de 150 # r.f. el sistema de calentamiento, el cuerpo del reactor, accesorios como son: tomillería, niples así como la instrumentación mínima requerida. Por lo que se empieza por acondicionar el equipo, tomando en cuenta materiales y sus costos.

Las condiciones de operación son a criterio del sustentante pues se desconocen las bases de diseño, memorias de calculo del equipo existente y únicamente se hacen consideraciones tomando en cuenta las condiciones máximas de temperatura y presión atmosférica.

Creo conveniente aclarar que en este trabajo no se busca optimizar la operación del equipo completamente pero si el dejar criterios para aquellos alumnos que están interesados en ayudar a nuestra casa de estudios.

Introduccion

REACCIONES SUCESIVAS

En la mayor parte de los sistemas en reacción que suelen presentarse, los productos de una reacción experimentan otra reacción originando nuevos productos. El caso más sencillo es el de una sustancia A que experimenta una reacción de primer orden dando B que a su vez, por otra reacción de primer orden se transforma en C; consideremos el siguiente sistema.



donde k_1 y k_2 son constantes de velocidad de primer orden.

La velocidad de desaparición de A viene dada por:

$$-\frac{d[A]}{dt} = k_1[A] \quad \text{-----} \quad (1)$$

La velocidad de aparición de B, por :

$$\frac{d[B]}{dt} = k_1[A] - k_2[B] \quad \text{-----} \quad (2)$$

y la de C por:

$$\frac{d[C]}{dt} = k_2[B] \quad \text{-----} \quad (3)$$

hay que destacar que :

$$\frac{d[A]}{dt} + \frac{d[B]}{dt} + \frac{d[C]}{dt} = 0 \quad \text{-----} \quad (4)$$

lo que cumple necesariamente, ya que la suma de las concentraciones de A,B,C, permanece constante en el transcurso de la reacción.

La ecuación (1) puede integrarse obteniéndose

$$[A] = [A]_0 e^{-k_1 t} \text{ ----- (5)}$$

Donde:

A₀ es la concentración inicial de A. Sustituyendo la ec.(5) en la ec. (2) tenemos:

$$\frac{d[B]}{dt} = k_1[A]_0 e^{-k_1 t} - k_2[B] \text{ ----- (6)}$$

integrando

$$[B] = [A]_0 \frac{k_1}{k_2 - k_1} (e^{-k_1 t} - e^{-k_2 t}) \text{ ----- (7)}$$

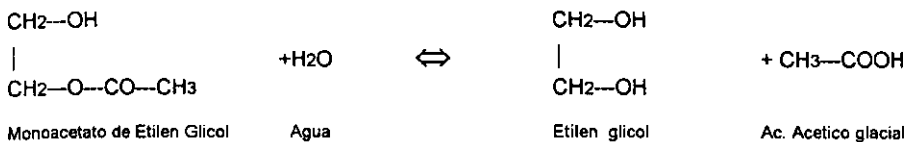
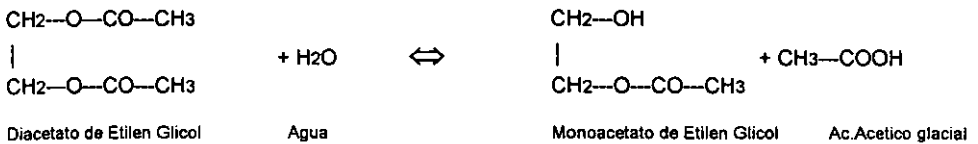
La velocidad de aparición de C se obtiene teniendo en cuenta que

$$[C] = [A]_0 - [A] - [B] \text{ ----- (8)}$$

que conduce a:

$$[C] = [A]_0 \left\{ 1 - \frac{k_2 e^{-k_1 t} - k_1 e^{-k_2 t}}{k_2 - k_1} \right\} \text{ ----- (9)}$$

Un sistema típico de reacciones sucesivas de primer orden es la hidrólisis del diacetato de etilen glicol.



En la figura 1 se representan gráficamente las variaciones de (A), (B) y (C) con el tiempo. la concentración de (A) baja exponencialmente con el tiempo de acuerdo con la ec. (5).

La de (B) empieza en cero, pasa por un máximo (B_{max}) en el instante (t_{max}) y termina en cero. ya que el final todo (B) se convierte en (C). La velocidad de formación de (C) es proporcional en cualquier momento a la concentración de (B); por tanto es inicialmente cero alcanza un valor máximo y baja gradualmente hasta cero. Así la curva de (C) presenta forma de S. Si se estudia la aparición de (C) se tiene la impresión de que hay un periodo de inducción.

La existencia de estos periodos de inducción es, desde luego señal de que el producto no se forma directamente, sino a través de algún producto intermedio.

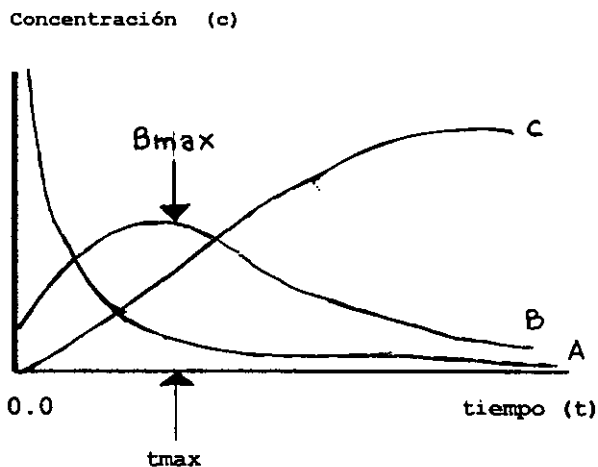


Fig. No. 1

REACCIONES COMPLEJAS

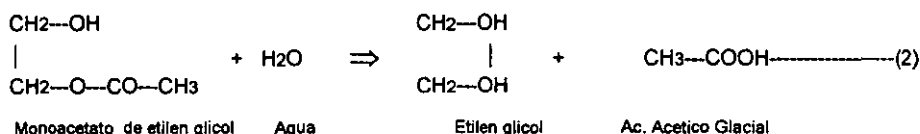
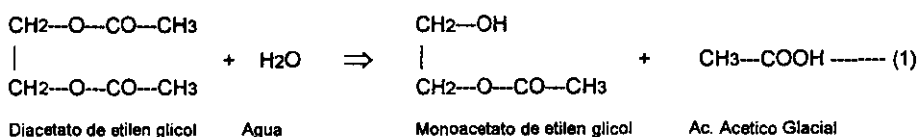
REACCIONES COMPLEJAS:

Involucran en principio una combinación de procesos mixtos.

En la práctica, son reacciones sucesivas donde la intervención de los participantes ocurren en tal forma que ellas se comportan como reacciones paralelas opuestas simultáneamente.

CARACTERÍSTICAS DE LAS REACCIONES COMPLEJAS

La hidrólisis del diacetato de etilen glicol en dos etapas:



Consideremos que la hidrólisis no altera la concentración del agua (esto solo es verdad porque trabajamos con una solución diluida así que la concentración del agua podría ser considerada constante) hubo así de este modo degeneración del total de la reacción en dos reacciones sucesivas).

Tan pronto como se forma el monoacetato de etilen glicol las moléculas de agua lo atacan para dar el glicol. Si algunas moléculas de agua son consumidas en la reacción (II) .se vera afectada su concentración en la reacción (I).Estas no son reacciones sucesivas simples. ejemplo

La transformación de diacetato de etilen glicol en monoacetato de etilen glicol y en seguida de monoacetato de etilen glicol a etilen glicol: pero también son reacciones paralelas consumiendo el mismo reactante agua.

Ellas no se comportan, exclusivamente como reacciones paralelas o exclusivamente como reacciones sucesivas,pero simultáneamente exhiben estos dos tipos.

Antecedentes

CARACTERÍSTICAS DE LOS REACTIVOS

PROPIEDADES: Monoacetato de etilen glicol:

Sinónimos: 1,2-monoacetato de etanodiol; acetato de etilen glicol; 2-hidroxietyl acetato.

Formula Molecular: C₄H₈O₃

Peso Molecular: 104.11

Usos: plastificador, solvente

PROPIEDADES FISICAS:

Punto de Ebullición: Peb. 182 C

Flash Point: 102°C

Gravedad Especifica: d₁₅ 1.108

Solubilidad : Miscible con agua, alcohol, solventes organicos, dietil-eter.

PROPIEDADES: Etilen glicol :

Sinónimos: 1,2-etenodiol

Formula Molecular : C₂H₆O

Peso Molecular: 62.07

Apariencia: Liquido ligeramente viscoso, sabor dulce, considerablemente higroscópico.

PROPIEDADES FISICAS:

Punto de Ebullición: Peb 197.6° C

Flash Point: 115° C

Gravedad Especifica: d 1.113.

Solubilidad: Miscible en agua, baja solubilidad con los alcoholes .alifaticos, glicerol, ac. acético, acetona, y cetonas similares, aldehidos, piridina, ligeramente soluble en éter (1:200). prácticamente insoluble en benceno y sus homólogos, y con hidrocarburos clorados.

PROPIEDADES: **Diacetato de etilen glicol**

Sinónimos: 1,2- etanodiol diacetato, etilen diacetato, glicol diacetato.
Formula Molecular: C6H10O4
Peso Molecular: 146.14

PROPIEDADES FISICAS:

Punto de Ebullición: 190-191 C
Flash Point: 96°C
Gravedad Especifica: d 1.104
Solubilidad: Soluble en 7 partes de agua; miscible con alcohol y éter.
Usos : Solvente para aceites, esteres de celulosa, explosivos.

preparado a partir de bromuro de etileno, acido acetico glacial y acetato

Obtención : De potasio.

PROPIEDADES: **Ácido Acético**

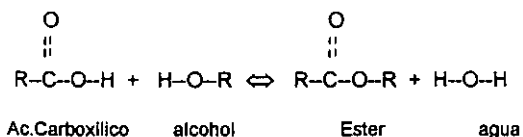
Formula Molecular: C2H4O2
Punto de Ebullición: 118.1°C
Peso Molecular : 60.05.
Composición : C 40.00% , H 6.71% , O 53.29%
Obtención : A partir de acetileno y agua, via acetaldehído por oxidación con aire.
Características físicas : liquido, de olor imitante (picante).
Densidad 18.8 : (liq) 1.053, (sol) 1.266
Riesgos de fuego : Muy inflamable.
Incompatibilidad : carbonatos, hidroxidos, muchos oxidos y fosfatos, etc.
Toxicidad : Produce quemaduras en la piel; su ingestión puede causar corrosión severa de la boca y el tracto digestivo, con vomito, hematemesis, diarrea, colapso circulatorio, uremia y hasta la muerte, la exposición crónica puede provocar erosión del esmalte de los dientes, bronquitis e irritación de los ojos.

Capitulo 1

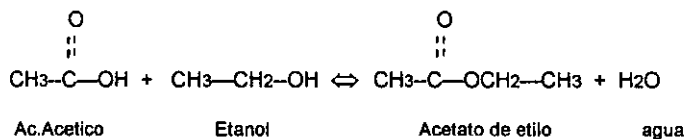
REACCIONES DE ESTERIFICACION

¿ Como se preparan los esteres?

Un éster se forma por la reacción de un ácido carboxílico y un alcohol se calientan en presencia de ácido sulfúrico concentrado, se forma un éster y la reacción se llama esterificación.



Ejemplo :



HIDROLISIS DE LOS ESTERES.

La reacción de un ácido orgánico con un alcohol es reversible, por lo que los esteres se pueden hidrolizar. Esta hidrólisis se acelera con la presencia de iones hidrogeno o iones hidroxilo y si se agrega alta concentración de un ácido fuerte, la reacción se desplaza hasta completarse.

Capitulo 2

REACTORES SEMICONTINUOS

a) REACTORES SEMICONTINUOS ISOTERMICOS.

Un reactor de tipo tanque que no opere con estado estable puede describirse como un reactor semicontinuo. El comportamiento semicontinuo se produce después de iniciar la operación de un reactor de tanque con flujo, en el que se modifican las condiciones de un estado estable a otro o bien se suspende la operación.

Además de las aplicaciones que tienen su origen en estos cortos periodos de desviaciones del estado estable, el reactor semicontinuo se usa con frecuencia debido a sus propias características especiales, por ejemplo, algunas veces es ventajoso añadir inicialmente la totalidad de un reactante y seguir después con la introducción de otros en forma continua. Cuando el calor de reacción es elevado, el desplazamiento de energía puede controlarse regulando la adición de uno de los reactantes. De esta manera las desventajas de los reactores por lotes que se derivan de sus malas características de transferencia de calor pueden parcialmente ser eliminadas.

Esta forma de operación semicontinua permite también cierto grado de control de la concentración de la mezcla reaccionante y, por tanto, de la velocidad de reacción, por lo cual no es posible en reactores continuos o por lotes. Otro ejemplo es aquel en que los reactantes se encuentran todos inicialmente en el recipiente, pero uno de los productos debe eliminarse continuamente, como en la eliminación del agua, mediante ebullición, como en las reacciones de esterificación. En este ejemplo la ventaja obtenida es un aumento en la velocidad debido a la eliminación de uno de los productos de la reacción reversible y a un aumento de la concentración de los reactantes.

Las ecuaciones de balance de masa para las operaciones semicontinuas de acuerdo a la figura No 2 pueden incluir los cuatro términos del balance general.

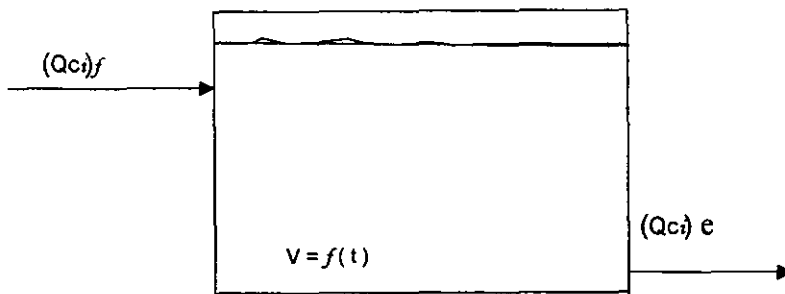


Fig No 2

El principio de conservación para cualquier reactor exige que la masa de la especie en un elemento de reactor de volumen ΔV obedezca el siguiente enunciado:

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Velocidad de alimentación} \\ \text{de } i \text{ al elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right\} - \left\{ \begin{array}{l} \text{velocidad de salida} \\ \text{del elemento } i \text{ de} \\ \text{volumen} \end{array} \right\} + \left\{ \begin{array}{l} \text{velocidad de producción} \\ \text{de } i \text{ en el elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right\} - \left\{ \begin{array}{l} \text{velocidad de acumulación} \\ \text{de } i \text{ en el elemento de} \\ \text{volumen} \end{array} \right\} = 0$$

Una de las características claves de este enunciado es el tamaño de elemento de volumen y su relación con el término de velocidad de producción. El elemento debe ser lo suficientemente pequeño para que la concentración y la temperatura sean uniformes en toda la extensión. De otra forma, la velocidad de reacción r que aparece en la velocidad de producción no será constante en todo el elemento de volumen.

Por otra parte la ecuación general puede aplicarse directamente a un tipo específico de reactor, haciendo uso de la ventaja de poder seleccionar elementos finitos de volumen para algunos reactores.

Las corrientes de alimentación y extracción del reactor causan cambios en la composición y el volumen de la mezcla reaccionante, además de las debidas a la propia reacción, uno de los reactantes puede estar presente en la carga inicial del reactor, mientras que el otro reactante se añade con régimen continuo, en forma periódica o a una velocidad continuamente variable.

De esta manera análoga el producto puede extraerse en diferentes formas.

En términos de la concentración molar C_i de la especie i , de la velocidad de flujo volumétrico Q y del volumen del reactor V , tenemos:

$$(Qc_i)_f - (Qc_i)_e + r_i V = \frac{dV(C_i)_e}{dt} \quad \text{-----} \quad (10)$$

Donde r_i es la velocidad molar de producción de i , además del balance de masa de la especie, se puede escribir un balance total de masa. Si las densidades de las corrientes de alimentación y de salida son

ρ_f y ρ_e para el flujo total tenemos:

$$Q_f \rho_f - Q_e \rho_e + 0 = \frac{d(V\rho_e)}{dt} \quad \text{-----} \quad (11)$$

Las dos expresiones son suficientes para determinar la concentración del efluente (C_i) y el volumen del reactor en función del tiempo, siempre y cuando se conozcan las velocidades de flujo Q_f y Q_e con respecto al tiempo, se disponga los valores de las densidades, se conozca r_i , en función de las concentraciones iniciales.

Con una densidad constante, la concentración es el único factor responsable de los cambios en la cantidad del reactante.

Además, para una densidad constante junto con velocidades de flujo constante, la ec.(11) muestra que el volumen del reactor V permanecerá constante. Con estas limitaciones, la ec (10) puede escribirse como:

$$Q(Ci)_f - Q(Ci)_e + r_i V = V \frac{d(Ci)_e}{dt} \quad \text{ò}$$

$$(Ci)_f - (Ci)_e r_i = \frac{d(Ci)_e}{dt} \text{-----} \quad (12)$$

si r_i es el reactante, su velocidad de producción es $r_i = kCi$.

Entonces, si la temperatura es constante, la ec (12) puede integrarse en términos de θ como :

$$\frac{d(Ci)}{dt} + \left(\frac{1}{\theta} + k \right) (Ci)_e = \frac{(Ci)_f}{\theta} \text{-----} \quad (13)$$

b) REACTORES SEMICONTINUOS NO ISOTERMICOS.

Existen muchas formas de operación de reactores semicontinuos de flujo de masa o las temperaturas de alimentación pueden variar con el tiempo. Además, las velocidades de transferencia calor entre el reactor y los alrededores puede ser una función del tiempo. Estas condiciones dinámicas se originan involuntariamente tal como sucede en los periodos de inicio o suspensión de la operación, en reactores de flujo continuo, o pueden planearse para lograr el funcionamiento deseado del reactor. nos dedicaremos a estudiar los tanques con agitación para condiciones no isotérmicas a régimen semicontinuo.

Considérese primero el periodo de arranque para un reactor de flujo continuo figura No.3

Las velocidades de flujo de masa y la temperatura y la composición de la corriente de alimentación no varían con el tiempo, pero la temperatura inicial, T_0 , del contenido del reactor es diferente a la temperatura de alimentación T_f . En estas condiciones,

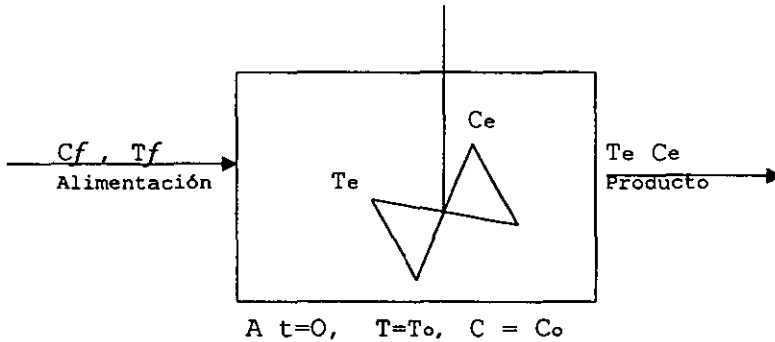


Fig. No. 3

La temperatura del reactor y la composición de la corriente de producto cambiarán con el tiempo hasta lograrse las condiciones de estado estable. Supóngase que el reactor opera adiabáticamente, entonces la ec. (14) se transforma en :

$$(H_f - H_e)dt + \cancel{dQ} = dH \text{ ----- (14)}$$

$$(H_f - H_e)dt = dH \text{ ----- (15)}$$

La siguiente ecuación es aplicable para la diferencia de flujos de entalpia de las corrientes de entrada y salida de un reactor de flujo por tanto:

$$F_t C_p (T_f - T_e) + F \Delta H_R (X_f - X_e) = m C_p \frac{dT_e}{dt} + \Delta H_R (rV) \text{ ----- (16)}$$

El termino (rV) del lado derecho es la velocidad de desaparición del reactante en el recipiente. Se puede expresar en términos de la conversión usando el balance de masa para un reactor por lotes. Supóngase que el volumen de la mezcla es constante la ec. (16) se transforma en:

$$F_t C_p (T_f - T_e) + F \Delta H_R (X_f - X_e) = m_t C_p \frac{dT_e}{dt} + \Delta H_R V C_0 \frac{dx}{dt} \text{ ----- (17)}$$

donde C_0 es la concentración inicial de reactante en el reactor.

Capitulo 3

DESCRIPCION DEL EQUIPO

COLUMNA

El equipo constituido por una columna de acero inoxidable de 2 1/2 pulgadas de diámetro nominal tipo 304 y con una longitud de 570mm, con rejilla superior de distribución de flujo y otra rejilla inferior de soporte del empaque, por tanto en caso de mantenimiento la columna puede ser separada del reactor sin riesgo de que se vacíe la columna.

Además la columna cuenta con bridas de 150# r.f. de 2 1/2 pulgadas de diámetro y empaque garlock 900 tipo anillo de 1/8 de pulgada de espesor.

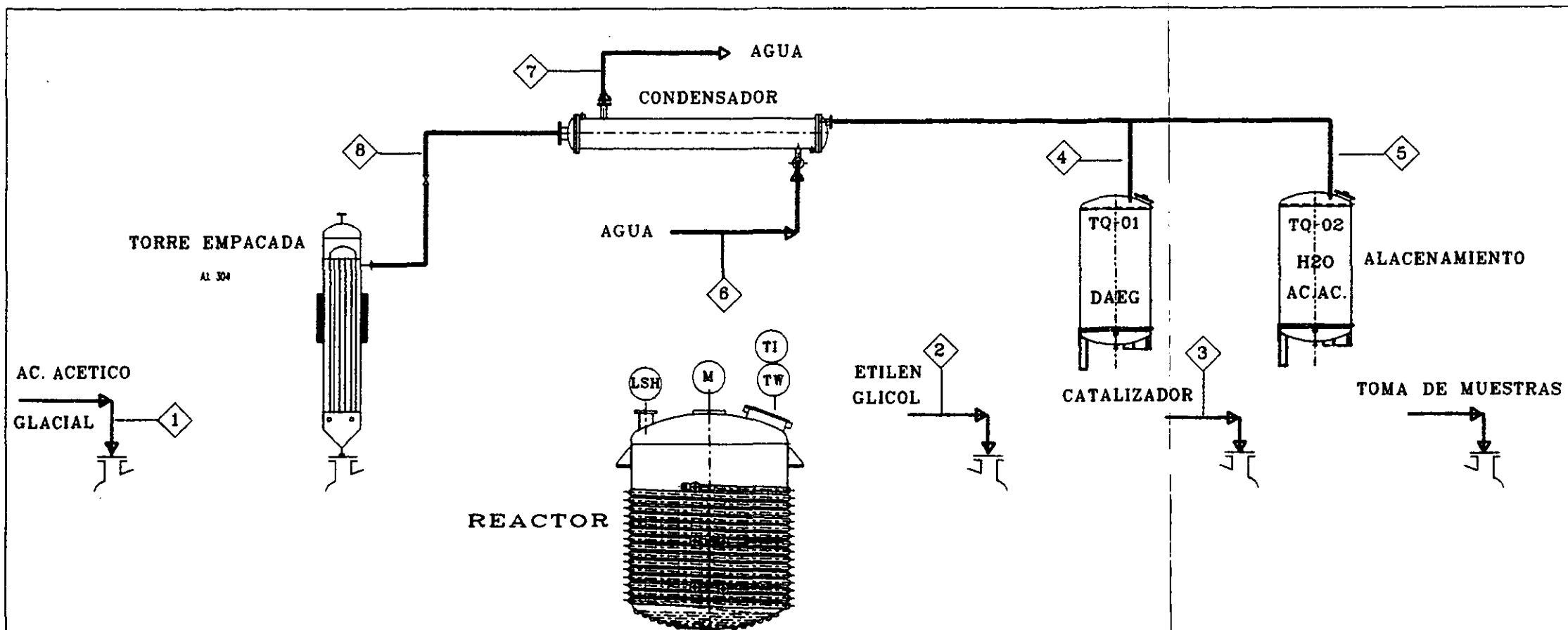
El sistema de calentamiento consta de cuatro parrillas colocadas estratégicamente que proporcionan la energía necesaria para el sistema en estudio, así mismo estas parrillas cuentan con un reostato de temperatura individual lo cual permite un mejor control de la misma.

El condensador de acero inoxidable AISI 304 de 2 1/2 pulgadas de diámetro nominal y con una longitud de 660mm entre bridas, así mismo el intercambiador de calor consta de bridas de 150# r.f. de 1/2 pulgada y cuatro barrenos de 3/8 de pulgada de diámetro cuenta con dos reducciones concéntricas de acero inoxidable 304 de 2 1/2 x 1/2 pulgada de diámetro, y empaques tipo anillo garlock 900 de 1/8 pulgada de espesor para bridas de 150# .

La adición de uno de los reactivos se hará por el domo del reactor periódicamente, en este caso ácido acético glacial para mantener el volumen constante durante todo el proceso de obtención de DAEG.

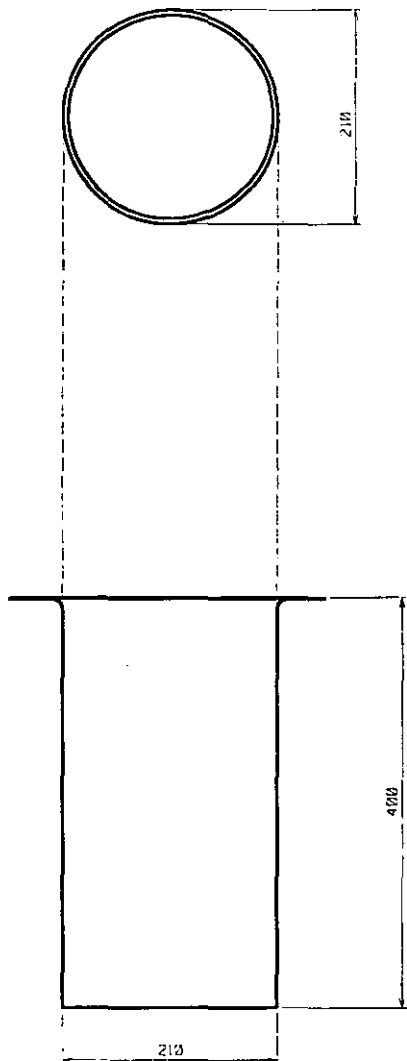
El recipiente estará completamente aislado para evitar pérdidas de calor a los alrededores.

Así mismo se diseñó y construyó la soporteria necesaria para la fijación de las parrillas, se utilizó un ángulo de hierro de 1/2 x 1/2 pulgada . Se requirieron 3mts de este material.



CORRIENTE	Kg ①	%	Kg ②	%	Kg ③	%	Kg ④	%	Kg ⑤	%	Kg ⑥	%	Kg ⑦	%	Kg ⑧	%
ACIDO ACETICO	6.294	100														
ETILEN GLICOL			2.226	100												
DAEG							2.9808	100								
AGUA											74.51	100	74.51	100		
CATALIZADOR					0.04	100										
DESTILADO															8.58	100
RESIDUOS DESTILACION									5.6	100						
TOTAL	6.294	100	2.226	100	0.04	100	2.9808	100	5.6	100	74.51	100	74.51	100	8.58	100
PRESION Kg / cm2		ATM		ATM		ATM		ATM		ATM	1.0 - 2.0		1.0 - 2.0			ATM
TEMPERATURA °C		20		20		20		47.6		47.6	25		29			118
DENSIDAD Kg / Lt		1.049		1.113		1.84		1.104		1.049	1.0		1.0			

		LAB ING.REACTORES ABRIL 98		Titulo del plano		escala		ELAB		A.L.P.		MAR-98	
				DIAGRAMA DE FLUJO DIACETATO		SIN		PROY		A.L.P.		MAR-98	
				DE ETILEN GLICOL		acot		REV		R.R.T.		ABRIL 98	
						MM		APROB		R.R.T.		ABRIL 98	
DESCRIPCION		ING Y FECHA		USUARIO FECHA		Propiedad		proyecto		plano		REV	
						FACULTAD DE QUIMICA		01		DF - 01		A	



Acot: mm

REACTOR
VOLUMEN 10 LT

FIGURA NO. 4

LISTA DE MATERIALES

FIGURA No.4

PARTIDA	CANT.	UNIDAD	PRECIO UNITARIO	SUB-TOTAL	DESCRIPCION
1	1	PZA	1,000.00	1,000.00	Recipiente en Acero Inoxidable 304, con costura y un volumen de 10 lts. con las siguientes dimensiones: 40 cms X 21 cms X 1/4" de espesor de placa, asi como un diametro de 21 cms.
2	1	KG	190.00	190.00	Soldadura de plata para tanque en acero inoxidable 304 .

TOTAL:	1,190.00
--------	----------

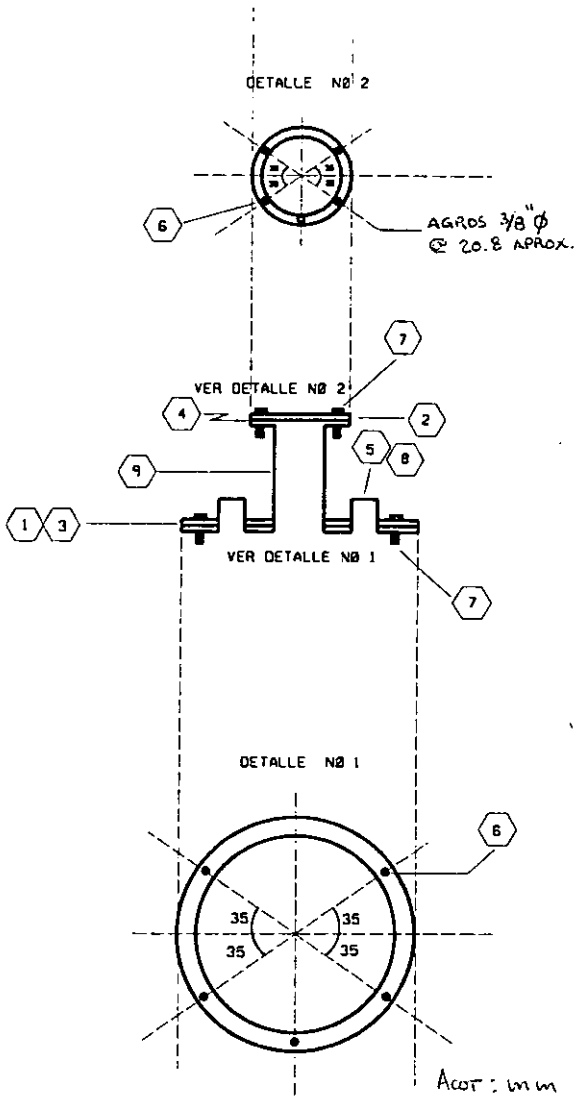


FIGURA NO 5

LISTA DE MATERIALES

FIGURA No. 5

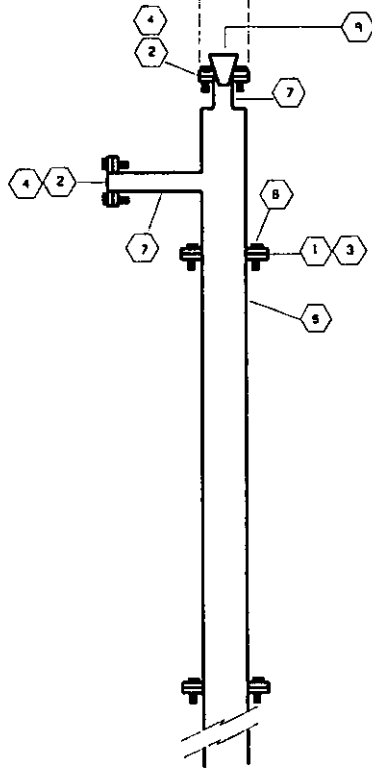
ITEM	CANTIDAD	UNIDAD	PRECIO UNITARIO	SUB TOTAL	DESCRIPCION
1	2	PZA	100.00	200.00	Bridas de acero inoxidable 304 de 150 lbs. RF con un diámetro de 10" y 5 barrenos de 1/8" de diámetro X 1" de longitud.
2	1	PZA	100.00	100.00	Bridas de acero inoxidable 304 de 150 lbs. con un diámetro de 4.1" con 5 barrenos de 1/8" de diámetro X 1" de longitud.
3	2	PZA	90.00	180.00	Empaques Garlock 900 tipo anillo para bridas de 10" 150 lbs. de 1/8" de espesor.
4	2	PZA	90.00	180.00	Empaques Garlock 900 tipo anillo para bridas de 4.1" 150 lbs. de 1/8" de espesor.
5	2	PZA	60.00	120.00	Coples en acero inoxidable 304 de 3,000 lbs. de 3/4" de diámetro roscados NPT.
6	5	PZA	-	-	Barrenos para bridas de 1/8" de diámetro.
7	20	PZA	5.00	100.00	Tomillos con cabeza y tuerca hexagonal en acero galvanizado ASTM A-273 GRADO B de 1/8" de diámetro y 2" de longitud.
8	4	PZA	30.00	120.00	Tapones macho en acero inoxidable 304 de 3,000 lbs. y de 3/4" de diámetro roscados NPT.
9	1	PZA	200.00	200.00	Carrete de 2" de diámetro extremos bridados, 150 lbs. RF, sin costura y 6 cms. de longitud.

TOTAL	1,200.00
--------------	-----------------

TORRE EMPACADA

AGROS $\frac{3}{8}$ " @ 26.0 APPEX.

DETALLE NO 3



A R E A C T O R

FIGURA NO 6

LISTA DE MATERIALES

FIGURA No. 6

PARTE	CANTIDAD	UNIDAD	PRECIO UNITARIO	PRECIO TOTAL	DESCRIPCION
1	2	PZA	*	*	Bridas en acero inoxidable 304 de 150 lbs r.f. con un diametro de 10" y cinco barrenos de 1/8" de diametro.
2	4	PZA	*	*	Bridas en acero inoxidable 304 de 150 lbs r.f. con un diametro de 4.1 pulg. y cinco barrenos de 1/8" de diametro.
3	2	PZA	*	*	Empaque Garlock 900 tipo anillo para bridas de 10" 150 lbs de 1/8" de espesor.
4	2	PZA	*	*	Empaque Garlock 900 tipo anillo para bridas de 4.1", 150 lbs. de 1/8" de espesor.
5	1	PZA	*	*	Torre empacada en acero inoxidable 304 con un diametro de 2 1/2" y una longitud de 570 cm.
6	1	PZA	*	*	Barrenos de 1/8" para bridas de 4.1" y 150 lbs, r.f.
7	2	PZA	*	*	Niple acero inoxidable 304 de 1/2" de diametro y 6 cm de longitud, extremos roscados con costura.
8	13	PZA	*	*	Tomillos cabeza y tuerca hexagonal en acero galvanizado ASTM a-273 gr-b de 1/8" de diametro por 2 pulg. de longitud.
9	2	PZA	30.00	60.00	Tapones macho roscados en acero inoxidable 304 de 3/4" de diametro npt.

TOTAL	60.00
-------	-------

* Equipo y material existente.

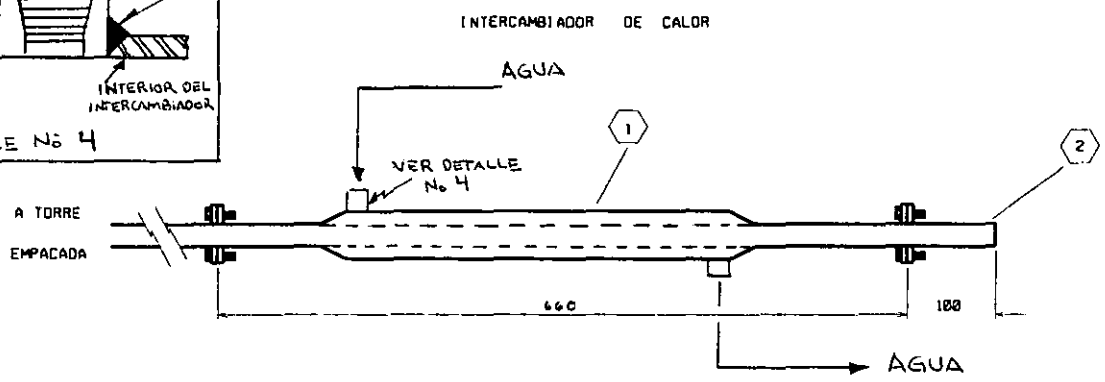
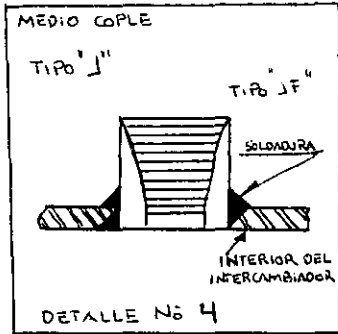


FIGURA N° 3

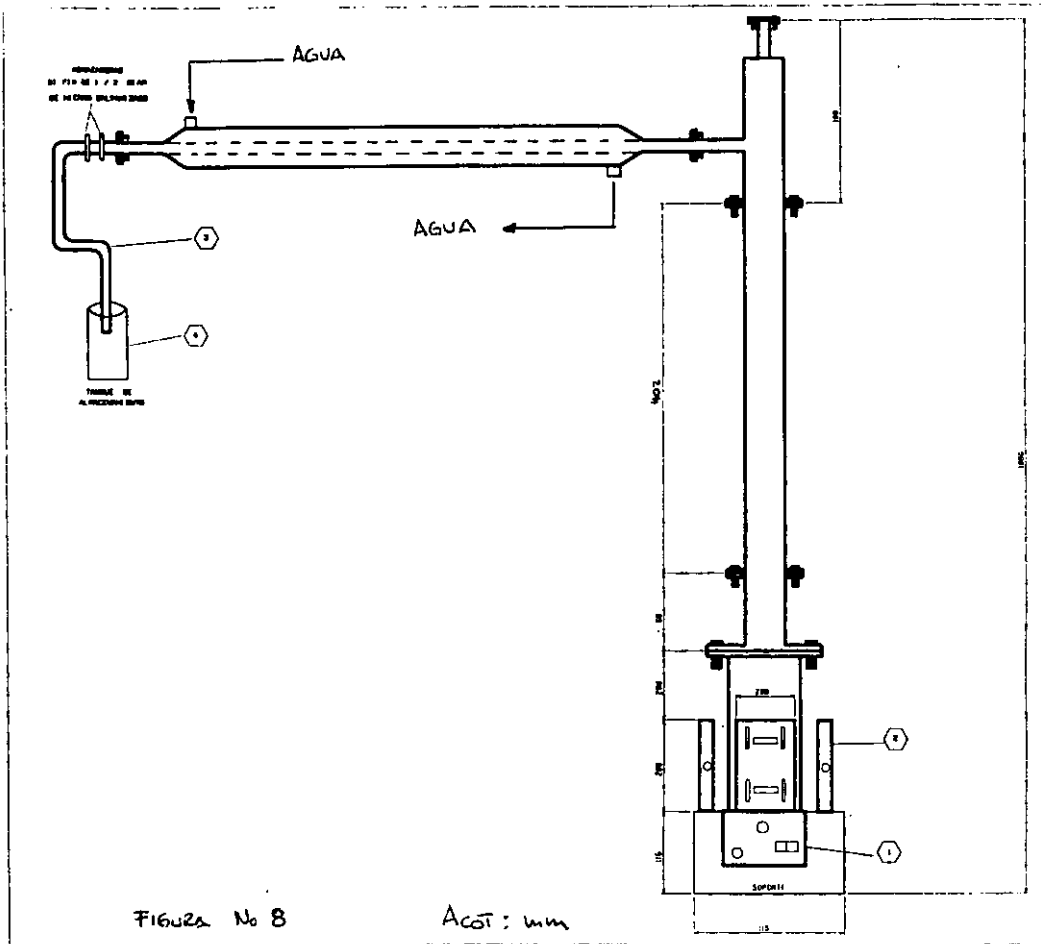
Acot: mm

LISTA DE MATERIALES

FIGURA No. 7

CANTIDAD	UNIDAD	REFERENCIA	STATUS	DESCRIPCION	
1	1	PZA	*	*	Intercambiador de calor en acero inoxidable 304 extremos bridados.
2	1	PZA	*	*	Niple de hierro galvanizado de 1/2" de diametro por 10 cm de longitud extremos roscados con costura.

* Equipo y material existente.



LISTA DE MATERIALES

FIGURA No. 8

<u>CANTIDAD</u>	<u>UNIDAD</u>	<u>PRECIO</u>	<u>SUB</u>	<u>DESCRIPCION</u>	
<u>PARTE</u>		<u>UNIT</u>	<u>OTRA</u>		
		<u>NO.</u>	<u>NO.</u>		
1	1	PZA	*	*	Agitador Magnetico
2	4	PZA	50.00	200.00	Parillas de calentamiento para el reactor semicontinuo
3	1	PZA	20.00	20.00	Manguera de hule de 1" de diametro por 2 mts. de longitud.
4	1	PZA	*	*	Recipiente para almacenamiento de condensados.

* Equipo y Material Existente

Capitulo 4

INSTRUMENTACION DEL EQUIPO

TEMPERATURA

Las mediciones generalmente involucran la utilización de un instrumento como medio físico para determinar una cantidad o variable.

El instrumento sirve como una extensión de las facultades humanas y en algunos casos habilita a una persona para determinar el valor de una cantidad desconocida.

Un instrumento entonces, se puede definir como un dispositivo para determinar el valor o magnitud de una cantidad o variable.

El bimetálico termostático se define como un material compuesto que consta de tira o flejes de dos o más metales unidos entre sí.

Debido a los diferentes índices de expansión de sus componentes, esta composición tiende a cambiar de curvatura cuando se somete a una variación de temperatura.

Cuando se mantiene un extremo fijo de una tira recta, el otro sufre una deflexión proporcional al cambio de temperatura y al cuadrado de su longitud, y en sentido inverso a su espesor a lo largo de la porción lineal de la curva característica de deflexión.

Si una tira bimetálica se enrolla en forma helicoidal o como espiral y se fija uno de sus extremos, el otro extremo girará al aplicársele calor. Para un termómetro con divisiones de escala uniforme, el elemento bimetálico se debe diseñar de tal manera que tenga una deflexión lineal a lo largo del intervalo de temperatura deseada.

Los termómetros bimetálicos se destinan a utilizarse a temperaturas que oscilan entre 583°C (1000°F) hasta -184°C (-300°F). Sin embargo, a temperaturas bajas, el índice de deflexión se reduce con suma rapidez. Los termómetros bimetálicos no tienen una estabilidad muy prolongada a temperaturas superiores a 427°C (800°F).

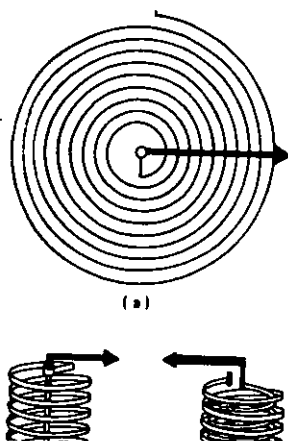


Fig N 9 Los tres tipos de elementos más utilizados en termómetros son la espiral plana, la hélice simple, y la hélice múltiple.

A continuación se muestran las hojas de especificación tanto de termómetros bimetalicos, como de termopozos; así mismo se presenta el típico de instalación de los termómetros bimetalicos inserción superior en el reactor semicontinuo.

MEDICION DE NIVEL

La medición de nivel se puede definir como la determinación de la ubicación de la entrecara de dos fluidos, separables por gravedad con respecto a un plano de referencia fijo. La medición de nivel mas común es la de la entrecara entre un líquido y un gas. Otras mediciones de nivel que se encuentran con suma frecuencia son la entrecara de dos líquidos, entre sólidos granulares o fluidificados y un gas, y entre un líquido y su vapor.

Las bases utilizadas para clasificar los dispositivos de nivel son: visuales, activados por flotador de desplazador, de carga, hay un grupo miscelaneo que depende primordialmente de las características del fluido.

Diseño y construcción de un indicador de nivel con luz de reconocimiento y alarma sonora.

<p>FACULTAD DE QUIMICA</p> <p>U . N . A . M .</p>	INDUSTRIAL BIMETAL AND GLASS THERMOMETERS				SHEET <u>1</u> OF <u>3</u>	
	NO	BY	DATE	REVISION	SPEC. NO.	REV.
		ALP		A	<u>01</u>	<u>A</u>
					CONTRACT	DATE
					REQ. - P.O.	
					BY	CHK'D
					ALP	ALP
					APPR.	RRT

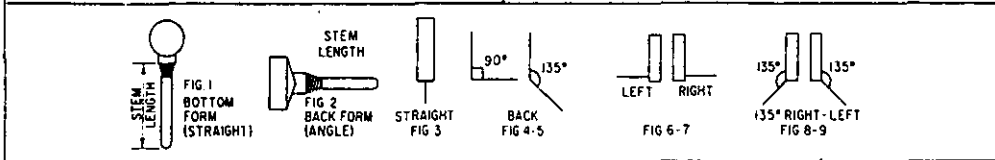
THERMOMETER

1. Stem: Threaded Plain Union
Material: A2- INOX - 316
2. Stem or Union Thread: $\frac{1}{2}$ in. $\frac{3}{8}$ in.
3. Stem Diameter: STD 250 in. 375 in.
4. Case Material: STD Other _____
5. Dial Size: 3 Color _____
6. Scale length 0-200 °C Color _____
7. Form: Fig. No. 1 Adjustable
External Calibrator Herm Sealed Case
9. MFR. & Model No. FOR FABRICANTE

WELL

10. None Included By Others
11. Material: 304SS 316SS
Other: _____
12. Construction: Drilled Built-Up
Other: _____

Well Length Must Suit Stem Length.



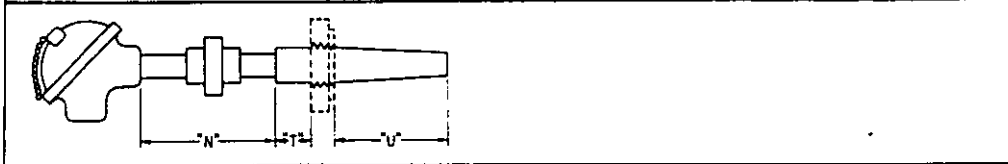
Rev.	Tag No.	Range °C	Operating °C Temp	Stem Length	Well Conn.	Leg Ext.	Service	Notes
<u>1</u>	<u>TI-01</u>	<u>0-300</u>	<u>200</u>	<u>40 cm</u>	<u>3/4" Φ NPT</u>	<u>-</u>	<u>INDICACION DE TEMP. INTERNA DEL REACTOR R-01</u>	

Notes:

Specification Forms for Process Measurement and Control Instruments, Primary Elements and Control Valves

<p>FACULTAD DE QUIMICA</p> <p>U.N.A.M.</p>	<p>THERMOCOUPLES AND THERMOWELLS</p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th>NO</th> <th>BY</th> <th>DATE</th> <th>REVISION</th> </tr> <tr> <td></td> <td>ALP</td> <td></td> <td>A</td> </tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> </table>	NO	BY	DATE	REVISION		ALP		A																	<p>SHEET <u>2</u> OF <u>3</u></p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>SPEC. NO.</td> <td>REV.</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">02</td> <td style="text-align: center;">A</td> </tr> <tr> <td>CONTRACT</td> <td>DATE</td> </tr> <tr> <td colspan="2">REQ. P.O.</td> </tr> <tr> <td>BY</td> <td>CHK'D</td> <td>APPR.</td> </tr> <tr> <td>ALP</td> <td>ALP</td> <td>RR1</td> </tr> </table>	SPEC. NO.	REV.	02	A	CONTRACT	DATE	REQ. P.O.		BY	CHK'D	APPR.	ALP	ALP	RR1
NO	BY	DATE	REVISION																																					
	ALP		A																																					
SPEC. NO.	REV.																																							
02	A																																							
CONTRACT	DATE																																							
REQ. P.O.																																								
BY	CHK'D	APPR.																																						
ALP	ALP	RR1																																						

<p>1. Complete Assembly <input checked="" type="checkbox"/> Other <input type="checkbox"/> MFR. & Model No. <u>POR FABRICANTE</u></p> <p style="margin-left: 40px;">ELEMENT <u>POR FABRICANTE</u></p> <p>2. ISA Type _____ Wire Size _____</p> <p>3. Sheathed: _____ O.D. Material <u>Ac. INOX 316</u></p> <p>Exposed <input type="checkbox"/> Grounded <input checked="" type="checkbox"/> Ungrounded <input type="checkbox"/></p> <p>Enclosed <input checked="" type="checkbox"/> Beaded Insulators <input type="checkbox"/> Spring Loaded <input type="checkbox"/></p> <p>4. Nipple Size _____ Dimension "N" _____ Union <input type="checkbox"/></p> <p>5. Packed Connector _____</p> <p style="text-align: center;">HEAD</p> <p>6. Screw-Cap & Chain <input checked="" type="checkbox"/> Other _____</p>	<p>7. Material <u>STD.FAB</u> Conduit Conn. <u>3/4" QNPT</u></p> <p>8. Terminal Block: Single <input type="checkbox"/> Duplex <input checked="" type="checkbox"/></p> <p>9. Material: <u>Ac. INOX 316</u> WELL OR TUBE</p> <p>10. Construction: Tapered <input type="checkbox"/> Straight <input type="checkbox"/></p> <p style="margin-left: 40px;">Drilled <input checked="" type="checkbox"/> Built-Up <input type="checkbox"/> Closed End Tube <input type="checkbox"/></p> <p>11. Dimensions: MFR. STD. <input checked="" type="checkbox"/> O.D. _____ I.D. _____</p> <p>12. Connections: Process <u>3/4" φ INT</u> <u>1/2" φ NPT</u></p> <p>13. Other Specs.: _____</p> <p>Notes:</p>
---	---

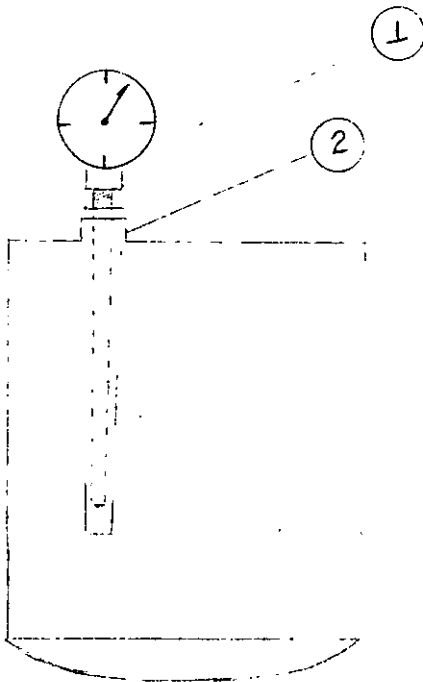


Rev.	Tag No.	Well Dimens.		Element Length	Single Duplex	Type	Gage	Service	Notes
		"U"	"T"						
1	TW-01	30 cm	10 cm	40 cm	—	BIMETAL	—	INDICACION DE TEMPERATURA INTERNA REACTOR R-01	

Notes:

tag.

I Tr/Tw-01



LISTA DE MATERIALES

pos	DESCRIPCION	cant	pos	DESCRIPCION	cant
1	TERMOMETRO BIMETALICO EN ACERO INOXIDABLE 316 CONEXION A PROCESO DE 3/4" ϕ NPT, CONEXION A TERMOPozo DE 1/2" ϕ NPT	1			
2	MEDIO COPLÉ ROSCADO EN ACERO INOXIDABLE 304 DE 3/4" DE DIAMETRO NPT	1			

U.N.A.M.

INSTRUMENTACION Y CONTROL

ELABORO

ING. ALEJANDRO LOPEZ PAZ

REV.

INC.

FACULTAD DE QUIMICA

REACTOR R-01

LAB. ING. DE REACTORES

nojo

3

3

REV.

A

FUENTE DE ALIMENTACION REGULADA A 5VCD

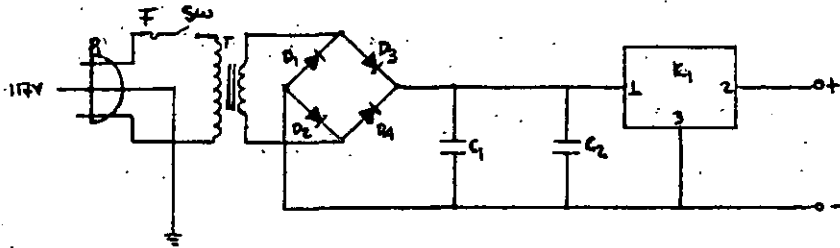


Fig.No.10

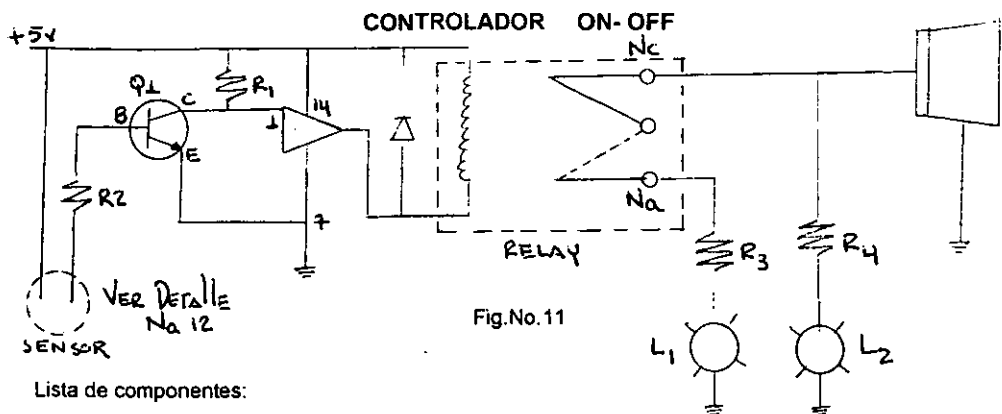
Lista de componentes.

- C1 , C2 capacitores electroliticos de 2200 MF , 16V
- D1, D4 diodo de silicio JN5400.
- Ic1 regulador de tensión 7805 (5V)
- P1 enchufe de tres puntas
- T transformador de potencia de 8 a 12 V, 1.5 A
- F porta fusible y fusible de 2.0 A
- SW interruptor, un polo un tiro para 120 VAC.

El circuito de fuente de alimentación es una de las unidades mas útiles para tener en un laboratorio de electrónica. El circuito suministrara hasta 1 A (amperio) con una tensión regulada de 5V. Esta unidad es ideal para que operen los populares circuitos integrado TTL.

El transformador T hace caer la tensión de la red de unos 8 a 12 VAC, mientras el puente de rectificación D cambia la tensión de corriente alterna (AC) a corriente directa (DC) .

Los capacitores "C" (Ver APÉNDICE B), son los de filtrado. El componente 7805 regula la tensión de salida de la fuente de alimentación a 5V. El 7805 debe montarse en un sumidero de calor para disipar el calor extra.



Lista de componentes:

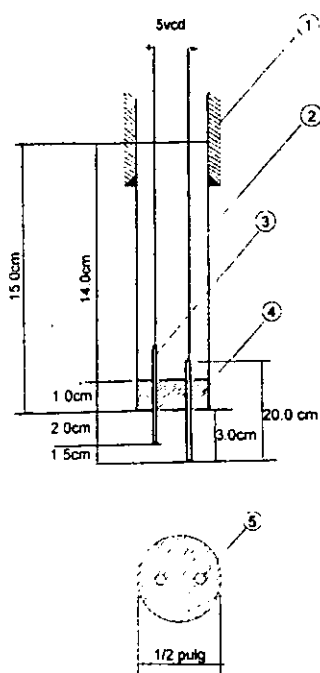
- W1 transistor 2n2222
- Amplificador operacional negador 7406
- Relay (relevador) 5VCD un polo dos tiros 120 VCA.
- R1, R2 resistencias 3300 ohm de 0.5 watt.
- S sensor, ver detalle No. 12
- R3, R4 resistencias de 100 ohm
- L1, L2 luces indicadoras.

ACOPLADOR DE IMPEDANCIAS.

El transistor es polarizado por la base común al cerrar el circuito en el momento en que el nivel del liquido cubre los sensores, por lo que el colector común esta energizado llegando la señal hasta el negador que actúa como acoplador de impedancias (aumenta la corriente del transistor), al estar energizada la corriente (1) del negador la salida de la misma corriente (2) no registra señal por lo que en el relevador el contacto normalmente cerrado se abre indicado por la luz piloto.

En forma contraria al no estar polarizada la base común del transistor la corriente (2) del negador no registra señal por lo que la salida de la misma corriente (2) si registra señal lo que genera que el contacto normalmente cerrado NC quede en posición cerrada indicado por la luz piloto L y por la alarma audible.

SENSORES DE NIVEL



PART	CANTIDAD	DESCRIPCION
1	1	reduccion bushing en ac. inox.304 roscada de 3/4*1/2pulg de diametro
2	1	triple de 1/2 pulg de diametro en acero inox.304 de 15 cm de longitud
3	2	sensores en acero inoxidable 304 de 20 cm de longitud
4	3	tapon perforado de teflon o plastico no conductor de 1.0 cm de espesor
5	2	barrenos de 1/8 de pulg de diametro para tapon de teflon no conductor
COSTO TOTAL		\$ 250.00 M.N

Fig No. 12

Capitulo 5

OPERACION DE TORRES EMPACADAS

El diseño de torres empacadas implica consideraciones de dos problemas principales:

a) Los que se derivan de las operaciones mecánicas implicadas como caída de presión, capacidades de flujo, etc.

b) Las propiedades que afectan la efectividad, de las operaciones que sirven para proporcionar el contacto de los líquidos y los gases involucrados en el proceso para el cual sea diseñado la torre y permiten tener los datos de capacidad.

Por lo que respecta a las consideraciones señaladas en (a) los factores de interés primordial son:

- 1) Caída de presión
- 2) Líquido retenido
- 3) Capacidad de flujo

Estos factores serán influenciados por los métodos de distribución del líquido en la parte superior del empaque, así como el diseño de las piezas para soportarlo en el interior de la torre.

Los factores de capacidad, por otro lado, son influenciados por la distribución interna y canalización que pueda ocurrir dentro de la masa total del empaque. En un principio se recurría a utilizar desperdicios baratos como piedra de cuarzo, coque, etc., pero poco a poco se fue imponiendo el uso de empaques en materiales suficientemente inertes y resistentes mecánicamente, en los cuales se fueron buscando las mejores características para mejorar los procesos.

RETENCION.

La retención del líquido entre el empaque es un factor importante en el diseño de las torres. Generalmente se expresan como volumen total de la torre.

Durante la operación de una torre es deseable tener el valor de la retención la mas bajo posible por las siguientes razones:

- 1) Una alta retención significa un gran aumento del peso que debe cargar la torre
- 2) El tiempo para que pase el líquido a través de la cama del empaque se alarga con empaques de alta retención.
- 3) Se aumenta considerablemente la caída de presión a través del empaque cuando este tiene mucha retención.

DISTRIBUCION DE LA TORRE

- 1) La distribución es mejor con empaque al azar que con empaques distribuidos ordenadamente.
- 2) La uniformidad de la distribución aumenta con el aumento de las relaciones de velocidad de flujo de líquido.

Capitulo 6

DESCRIPCION DEL PROCESO

Se adicionan los reactivos al reactor en una proporción de 3:1 en volumen a saber: 6 litros de ácido acético, 2 litros de etilen glicol y 40 gr , de ácido sulfúrico como catalizador.

El reactor se lleva a precalentamiento hasta 110° C en un tiempo de 40 min, una vez que mezcla alcanza la temperatura de ebullición del ácido acético (118° C), se inicia la síntesis, en el cual los componentes mas volátiles son los que aparecen en el condensado.

Al eliminar el agua al transcurrir el tiempo; se favorece el desplazamiento de la reacción hacia la producción de monoacetato de etilen glicol (MAEG) y posteriormente hacia el producto final de la reacción diacetato de etilen glicol (DAEG).

El volumen destilado es repuesto con ácido acético glacial para mantener el nivel de operación constante durante el proceso, se toman muestras cada 60 min, obteniéndose las concentraciones en por ciento en peso , por medio de la cromatografía de gases (ver APÉNDICE A), de forma que se tienen series de datos que describen el comportamiento de la mezcla reaccionante a lo largo del tiempo de operación.

RECOMENDACIONES QUE DEBE GUARDAR EL EQUIPO ANTES DEL INICIO DE LA OPERACIÓN:

- 1.- Antes de iniciar la operación, asegurarse de que pase agua por el condensador.
- 2.- Checar que los tornillos estén perfectamente apretados
- 3.- Revisar que no falten empaques entre bridas ya que podría haber fugas.
- 4.- Revisar las parrillas de calentamiento, estén apagadas.
- 5.- Poner en funcionamiento el agitador magnético
- 6.- Revisar que los conductores no tengan falsos contactos.

Capitulo 7

ANALISIS DE RESULTADOS

El desarrollo experimental de este trabajo se llevo a cabo básicamente en dos etapas:

La primera consistió en la fabricación, instalación y puesta en operación del equipo de proceso.

En este caso, un reactor en acero inoxidable con una capacidad de 10 lts., que permitiera encontrar las condiciones de operación adecuadas para la reacción, que se llevan a cabo tanto en la hidrólisis como la esterificación del Diacetato de Etilen Glicol.

El estudio cinético del sistema de reacciones usado en este trabajo, presenta muchos inconvenientes ya que debido a su complejidad no es posible determinar con claridad los órdenes de reacción y las constantes de velocidad.

Esto se debe entre otras razones, a que mientras la esterificación es fuertemente favorecida por la presencia del catalizador (Acido Sulfurico), la hidrólisis no lo es tanto, de manera que, para una determinada concentración de Acido Sulfurico una reacción puede desarrollarse a una velocidad adecuada, mientras que la otra se desarrolla a una velocidad que no permite establecer sus parámetros cinéticos.

Otra razón de complejidad para el estudio cinético radica en que tanto la hidrólisis como la esterificación son sistemas que involucran reacciones consecutivas y reversibles, por lo que aislar una sola de las reacciones, requiere de condiciones que no permiten distinguir con claridad su cinética.

La segunda etapa consistió en obtener las lecturas del equipo de análisis, un cromatografo de gases con detector de ionización de llama, el cual reporta resultados en unidades de área , de la muestra que se está analizando .

En la muestra el orden de aparición corresponde al elemento de menor peso molecular, en este caso Acido Acetico, y sucesivamente Etilen Glicol (EG), Monoacetato de Etilen Glicol (MAEG), y por ultimo el producto de nuestro interés Diacetato de Etilen Glicol (DAEG).

El análisis por cromatografía de gases es un método que reúne las condiciones de eficiencia y rapidez requeridos para el estudio de este proceso.

La presencia de una sustancia queda registrada como un pico, cuya área es proporcional al peso total de la muestra.

En ambos casos el reporte o cromatograma consiste en datos de áreas y pueden incluirse los datos de porcentaje en peso o directamente en concentraciones.

Interpretación del Cromatograma:

Area = Altura * Ancho (a 1/2 de H)

% Peso = A_i/E_i

Las condiciones a las cuales se analizaron cada una de las muestras en el Cromatografo, son las siguientes:

- Frascos de 2 ml con tapa
- Jeringa de 1 ml
- Jeringa de 10 micro lts.
- Muestras de 0.8 mls.
- Temperatura de columna de 210 °C
- Temperatura Detector de 220 °C
- Temperatura Inyector de 230 °C
- Flujo de Hidrogeno de 70 cm³/min.
- Flujo acarreador (N₂) de 50 cm³/min.
- Flujo aire de 300 cm³/min.
- Tiempo de análisis de 3 min.

Al inyectarse la muestra, el orden en que aparecen las especies presentes será de menor a mayor peso molecular. Es decir, el tiempo de retención en la columna será mayor a mayor peso molecular.

ALGORITMOS DE CALCULO

Calculo de la concentración de las muestras de reacción

En cada muestra de reacción analizada, obtener el porcentaje de área (%A) de cada uno de los compuestos que se encuentran presentes e identificarlos.

Para el Etilen Glicol, Monoacetato de Etilen Glicol y Diacetato de Etilen Glicol, se calcula % mol a partir de la ecuación:

$$\% \text{ mol } i = \% A_i * F_{mi}$$

Se normalizan los % mol i obtenidos, de modo que su suma sea 100%.

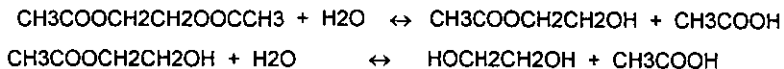
Se calcula la concentración del Etilen Glicol, Monoacetato de Etilen Glicol, Diacetato de Etilen Glicol, de la siguiente forma:

$$C_i = \% \text{ mol } i * C^{\circ} \text{ DEAG}/100$$

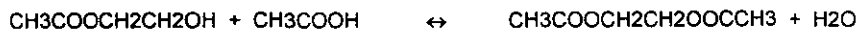
Resulta importante señalar que en cada una de las etapas de desarrollo experimental involucra un análisis de los resultados obtenidos.

Los esquemas de reacción para la hidrólisis del Diacetato de Etilen Glicol y para la Esterificación del Etilen Glicol son:

a) **Hidrólisis del Diacetato de Etilen Glicol.**



b) **Esterificación del Etilen Glicol.**



Por simplicidad, en el desarrollo de este trabajo se usa la siguiente nomenclatura.

$\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OOCCH}_3$: Diacetato de Etilen Glicol (DAEG).

$\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$: Monoacetato de Etilen Glicol (MAEG).

$\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$: Etilen Glicol (EG).

CH_3COOH : Acido Acetico (Ac.Ac.).

H_2O : Agua.

En los cromatogramas siguientes se presentan los resultados obtenidos experimentalmente para cada una de las corridas de la reacción en estudio.

RESULTADOS EXPERIMENTALES

ESTERIFICACION

TIEMPO (MINUTOS)	CONCENTRACION INICIAL	CONCENTRACION FINAL	CONCENTRACION INICIAL	CONCENTRACION FINAL
0	75	25	0	0
60	43.28	6.75	30.68	19.29
120	42.49	4.275	28.9	23.86
180	45.82	4.03	26.43	23.72
240	44.75	2.24	25.84	27.16
300	52.82	1.39	24.85	20.93
360	31.08		22.24	46.68
420	23.09		19.08	57.83
480	20.49		13.77	65.74
540	18.29		12.42	69.30
600	19.99		12.36	67.65
660	22.89		9.23	67.88
720	14.49		6.8	77.1
780	12.30		5.8	81.89
840	11.49		5.64	82.88
900	6.25		0.85	92.9
960	4.89		0.95	94.15
1020	2.21		0.86	96.93
1080	0.42			99.58
1140	0.35			99.65

RESULTADOS EXPERIMENTALES

FASE DE PURIFICACIÓN

tiempo (min)	Diacetato de Etilen Glicol	Monoacetato de Etilen Glicol	Etanol
0	6.25	0.85	92.90
60	4.89	0.95	94.15
120	2.21	0.86	96.93
180	0.42	0	99.58
240	0.35	0	99.65

En las tablas anteriores se presentan los resultados obtenidos experimentalmente al llevar a cabo la reacción en las condiciones señaladas de operación.

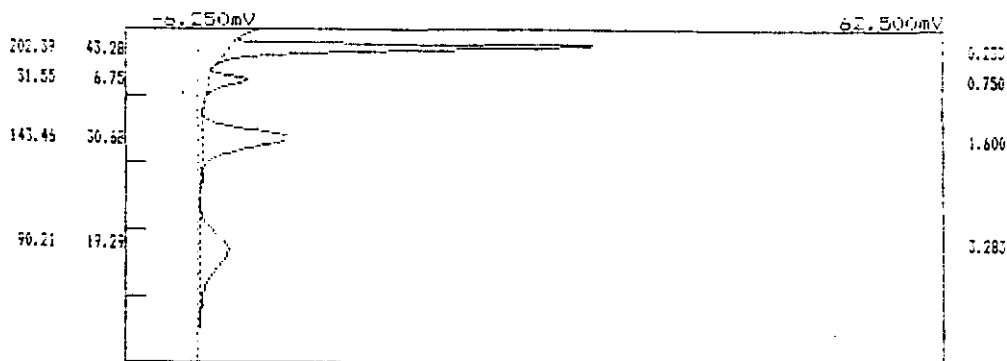
Las unidades en que se expresan las concentraciones son % peso.

Las concentraciones del Diacetato de Etilen Glicol, Monoacetato de Etilen Glicol, Etilen Glicol y Acido Acético, se obtuvieron a partir de los datos por medio del Análisis Cromatográfico. Por otra parte, de acuerdo a los objetivos de este trabajo, es necesario proponer una nueva práctica para su implantación en el Laboratorio de Ingeniería de Reactores; sin embargo, y de acuerdo a lo que se mencionò anteriormente, la propuesta de reforma de la Enseñanza

Experimental establece claramente que el grado de complejidad del problema planeado en la práctica, no debe impedir su resolución al estudiante.

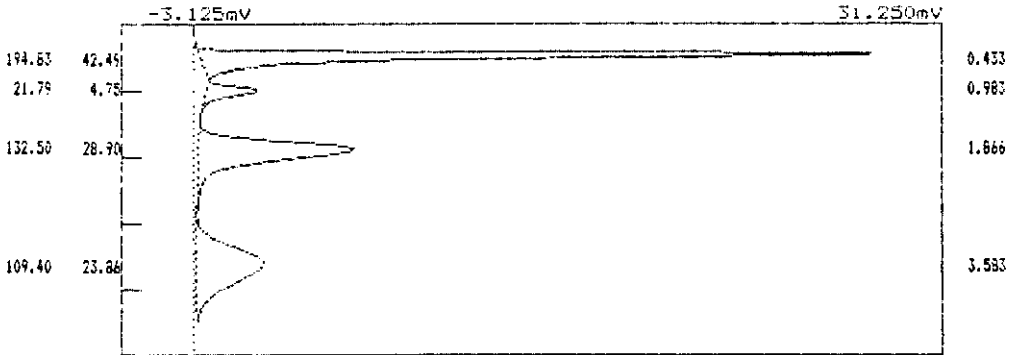
En este sentido, establecer la ecuación de rapidez para la Hidrolisis del Diacetato de Etilen Glicol, constituye un problema de alto grado de dificultad, ya que el sistema de reacciones no permite aislar fácilmente sus etapas para simplificar el análisis y aún cuando se logra aislar las etapas de reacción.

Conditions : MUESTRA "DESTILADO".



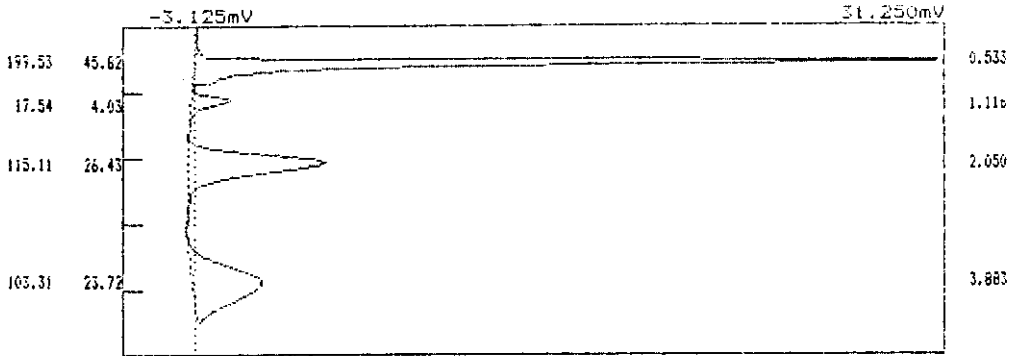
Retention	Area	Area %
0.233	202.39	43.28
0.750	31.55	6.75
1.800	143.46	30.68
3.283	90.21	19.29
	467.60	100.00

Conditions : MUESTRA "DESTILADO".



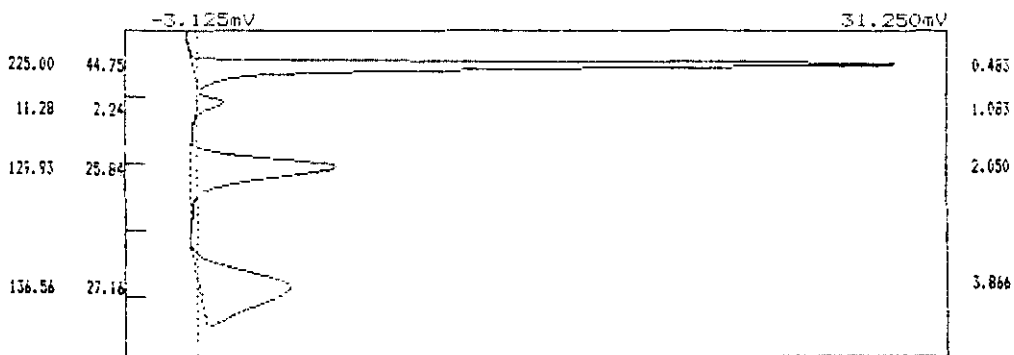
Retention	Area	Area %
0.433	194.63	42.47
0.983	21.79	4.75
1.666	132.50	28.90
3.583	109.40	23.86
	458.52	100.00

Conditions : Muestra destilado



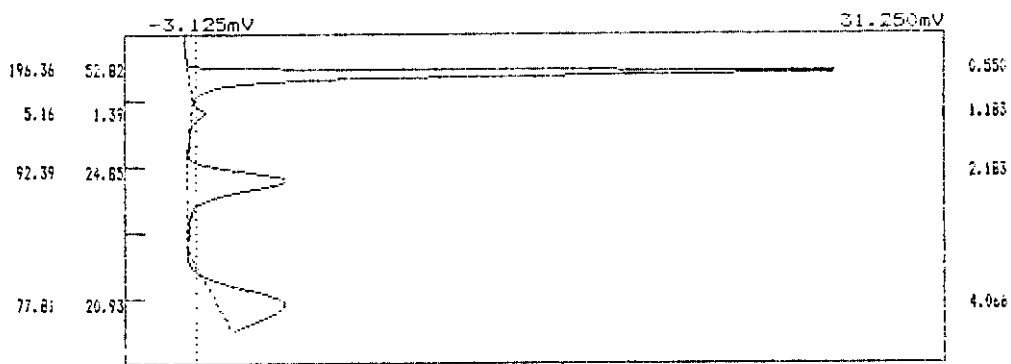
Retention	Area	Area %
0.533	199.53	45.82
1.116	17.54	4.03
2.050	115.11	26.43
3.883	103.31	23.72
	435.49	100.00

Conditions : Muestra destilado

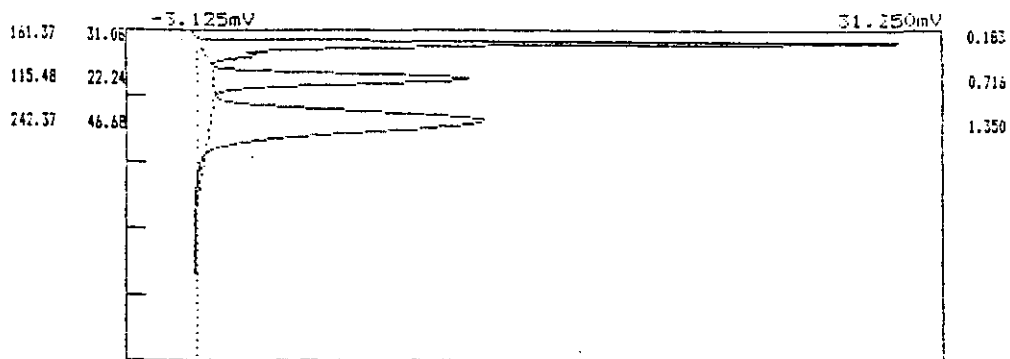


Retention	Area	Area %
0.483	225.00	44.75
1.083	11.28	2.24
2.050	127.93	25.84
3.866	136.56	27.16
	502.77	100.00

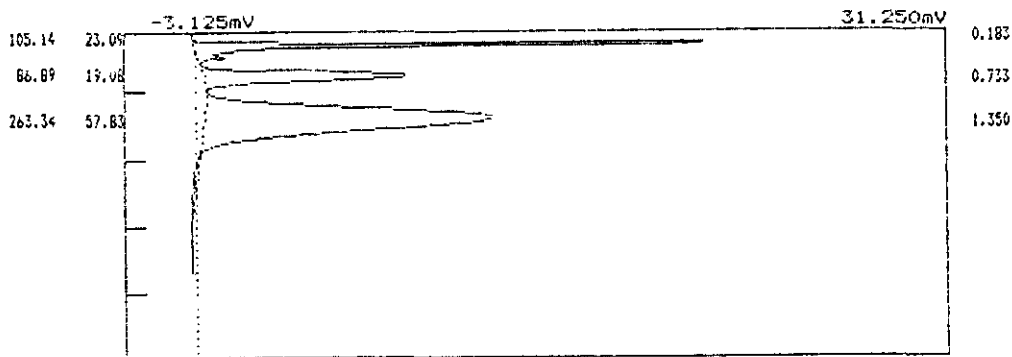
Conditions : Muestra destilado



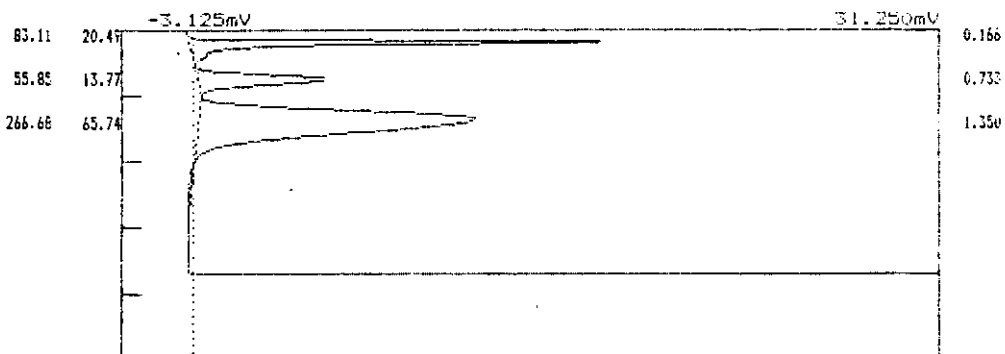
Retention	Area	Area %
0.550	196.36	52.82
1.163	5.16	1.37
2.183	92.39	24.85
4.066	77.81	20.93
	371.73	100.00



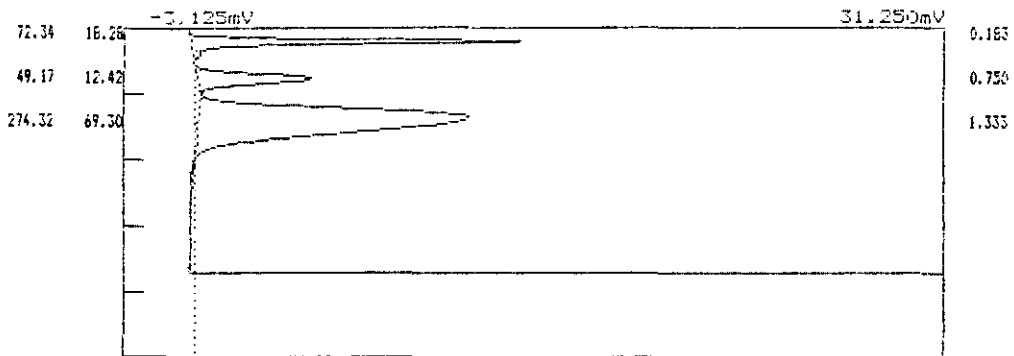
Retention	Area	Area %
0.183	161.37	31.08
0.716	115.48	22.24
1.350	242.37	46.68
	519.23	100.00



Retention	Area	Area %
0.183	105.14	23.09
0.733	66.89	19.08
1.350	263.34	57.83
	455.38	100.00

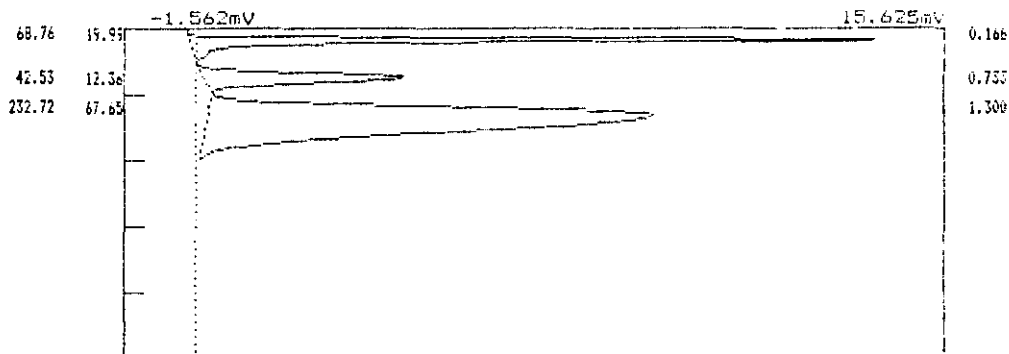


Retention	Area	Area %
0.166	83.11	20.49
0.733	55.85	13.77
1.350	266.68	65.74
	405.63	100.00



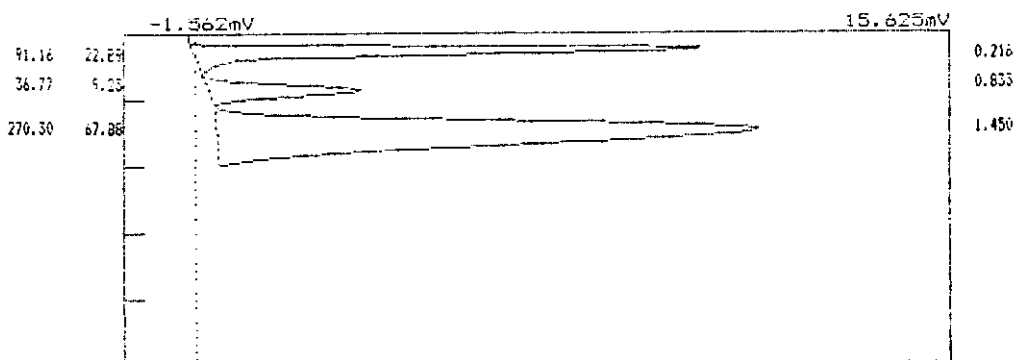
Retention	Area	Area %
0.163	72.34	16.26
0.750	49.17	12.42
1.333	274.32	69.30
	395.83	100.00

Conditions : bruja 4



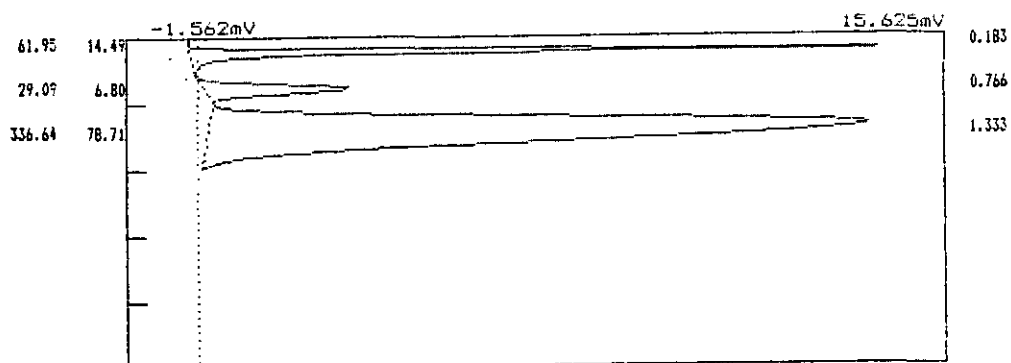
Retention	Area	Area %
0.166	68.76	19.99
0.733	42.53	12.36
1.300	232.72	67.65
	344.01	100.00

Conditions : muestra destilado

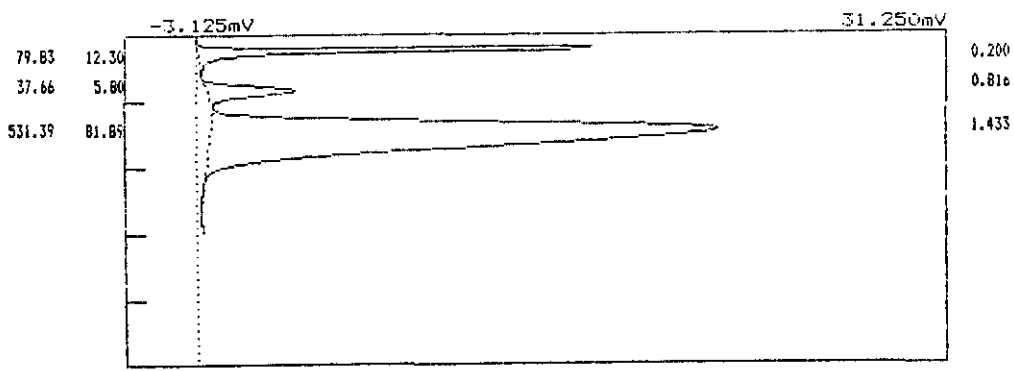


Retention	Area	Area %
0.216	91.16	22.89
0.833	36.77	9.23
1.450	270.30	67.88
	398.23	100.00

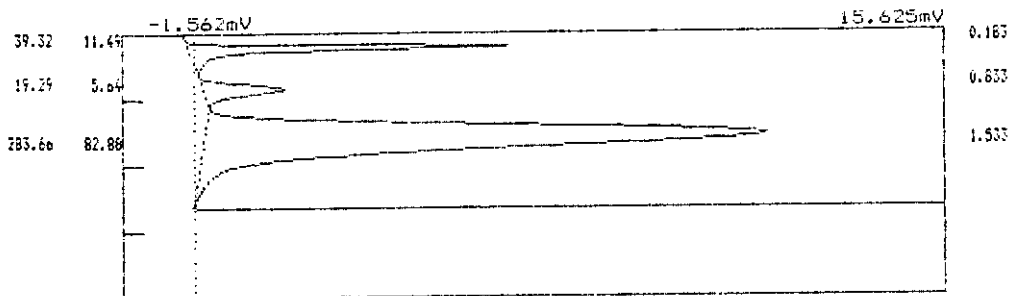
Conditions : muestra destilado



Retention	Area	Area %
0.183	61.95	14.49
0.766	29.09	6.80
1.333	336.64	78.71
	427.68	100.00

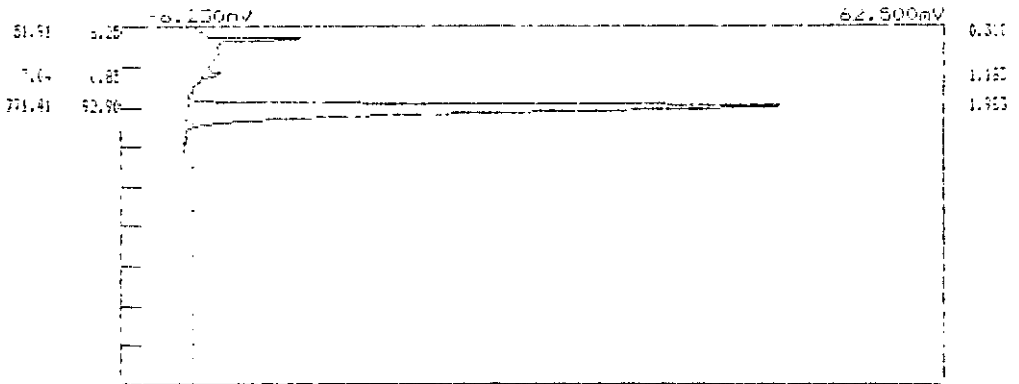


Retention	Area	Area %
0.200	79.83	12.30
0.816	37.66	5.80
1.433	531.39	81.89
	648.88	100.00



Retention	Area	Area %
0.183	39.32	11.49
0.833	19.29	5.64
1.533	283.66	82.88
	342.27	100.00

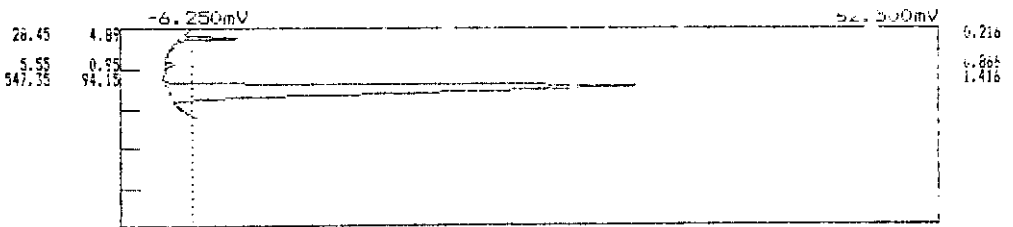
Fase Purificación



Retention	Area	Area %
0.300	51.91	6.25
1.180	71.04	0.85
1.780	71.41	92.90
	830.36	100.00

Fase Purificación

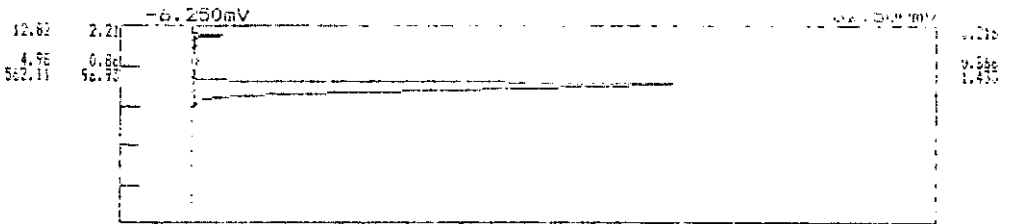
Conditions : muestra destilado



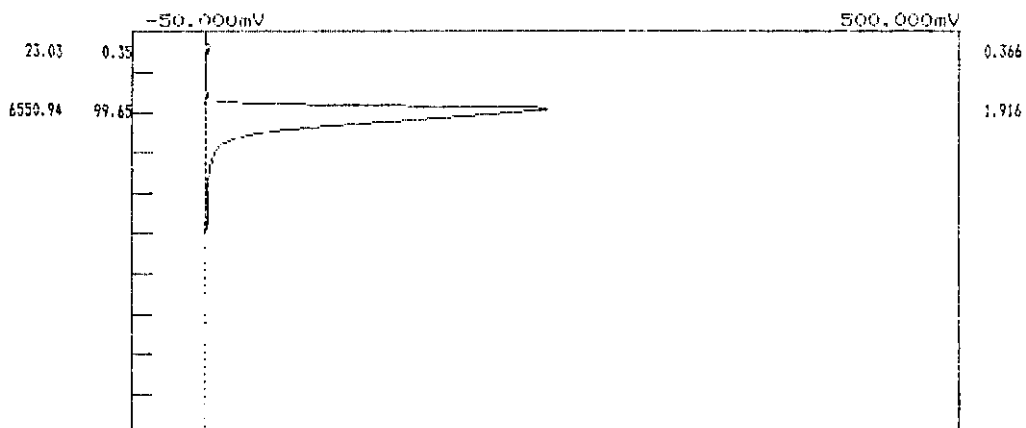
Retention	Area	Area %
0.216	28.45	4.89
0.866	5.55	0.95
1.416	547.35	94.15
	581.36	100.00

Fase Purificación

Conditions : muestra destilado

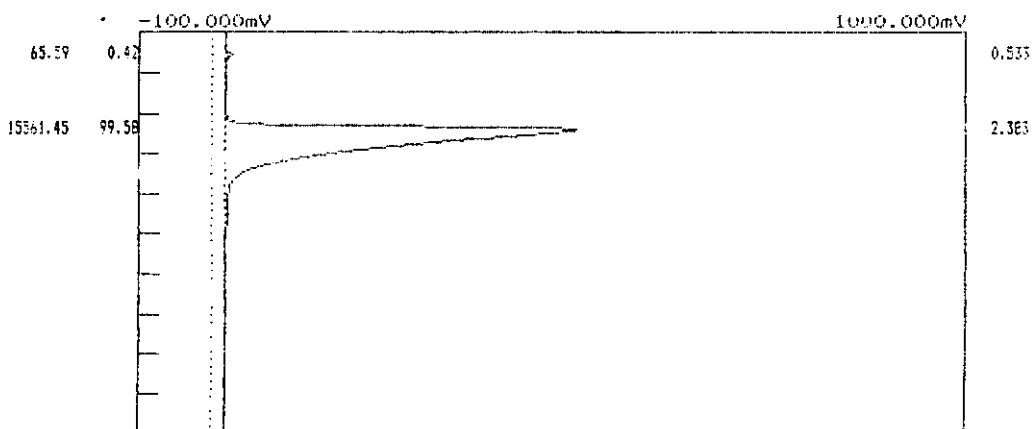


Retention	Area	Area %
0.216	12.32	2.21
0.866	4.98	0.89
1.433	562.11	98.93
	579.91	100.00



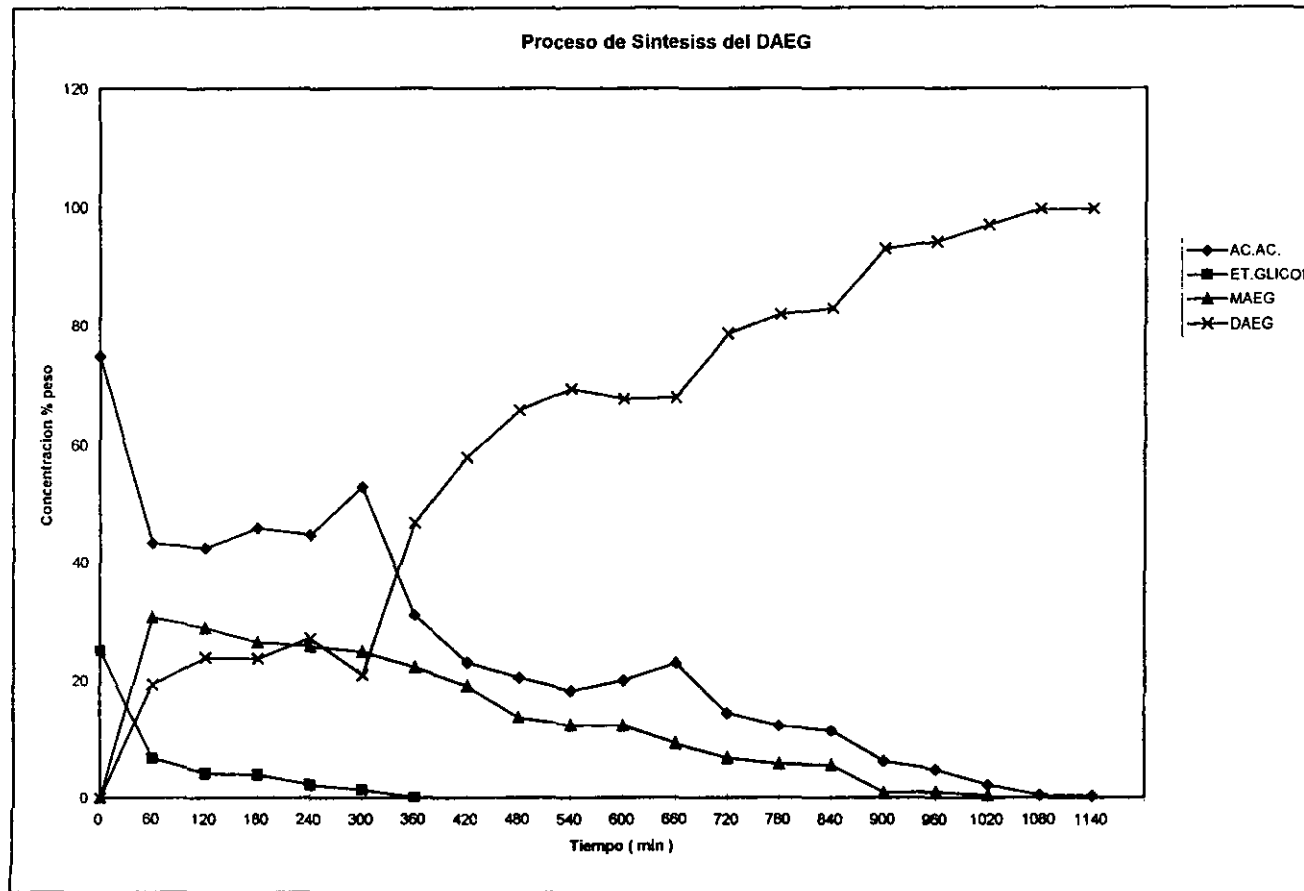
Retention	Area	Area %
0.366	23.03	0.35
1.916	6550.94	99.65
	6573.97	100.00

Conditions : EQUIPO 19. OBTENCION DE DAEG A PATIR DEL
 : ETILEN GLICOL Y AC. ACETICO POR MEDIO DE DEST.
 : GRAFICO EN % DE PUREZA DEL DAEG OBTENIDO A PARTIR
 : DE DICHA REACCION.



Retention	Area	Area %
0.533	65.59	0.42
2.383	15561.45	99.58

BUENA Chart 1



62

Conclusiones

- * Las mejores condiciones para realizar el estudio cinético de la reacción de hidrólisis del Diacetato de Etilen Glicol implican usar una baja concentración de catalizador (0.1 % W) y excesos de alguno de los reactivos, ya que esta manera es posible evitar la segunda reacción que se lleva a cabo durante la hidrólisis a la vez que se inhibe la reacción inversa de la primera. De esta forma se simplifica el problema a la resolución de un sistema de reacción bimolecular irreversible.

- * La esterificación reacción inversa a al hidrólisis ,es mucho mas favorecida por la presencia de catalizador, por lo que a una misma concentración de catalizador, se desarrolla mucho mas rápido que su contraparte.
 Esto le confiere al sistema de reacciones un grado mayor de dificultad al ser analizado ya que las condiciones adecuadas para una reaccion no lo son para la otra, y las que consideramos adecuadas en este trabajo, en realidad solo lo son para desarrollar nuestro análisis.

- * La metodología que se empleo para la obtención del Diacetato de Etilen glicol, y para el estudio de las reacciones se centra en simplificar el sistema para hacerlo más accesible.

Aun cuando la mercadotecnia resultò adecuada, el sistema de reacciones que se llevan a cabo durante la hidrólisis y la esterificacion son muy complicados, por lo que no es conveniente implantar practicas de laboratorio con el fin de analizar su cinética.

- * Al incrementar la cantidad de calor suministrado a la reacción de hidrólisis, se produce mayor evaporación de ácido acético, por lo que se desfavorece la reacción inversa y se evita que el sistema alcance el equilibrio.

- * La producción del monoacetato de etilén glicol (producto intermedio) se ve favorecido por la eliminación del ácido acético.

Apéndice A

a) INTRODUCCION HISTORICA

En 1850: F.F. RUNGE comprobó que los cationes inorgánicos se separan por migración diferencial cuando se deposita una solución que contenga sobre un material poroso, como papel.

En 1900 D.T. Day , en el primer congreso del petróleo en París, comunico haber observado que, al pasar petróleo por un lecho de tierras absorbentes el liquido resultante presenta distinta composición que el original (lo cual indica adsorción de algunos componentes), y además que el absorbido es de diferente composición a distintas alturas del lecho, siendo esta primera comunicación de cromatografía de columna.

En 1903: Tswett utilizo la cromatografía en columna separando los componentes de extractos vegetales coloreados, de lo cual parece ser que dedico el termino cromatografía para estos procesos de separación.

En 1931: Kuhn y Lederer separan carotenos y xanofilas en columnas cromatograficas a partir de extractos líquidos.

En 1949: Martín y James vuelven a poner en juego la idea de cromatografía de casi comenzando a desarrollarla en los campos teórico y practico.

En 1952: Martín- James utilizan por primera vez la cromatografía de gases realizando, mediante esta técnica la separación de algunos ácidos grasos volátiles.

En 1954. N.H. Ray publica una colección de cromatogramas que demuestran la posibilidad de extender el campo de la cromatografía de gases a la investigación de muchas especies orgánicas e inorgánicas.

En 1955: Evans- Tatlow realizan separaciones de componentes en muestras entre 0.5 y 10 gr; tamaños de muestras enormes comparados con los de orden de $10E-6$ gr,utilizados en aplicaciones analíticas, así como el camino de la cromatografía de gases preparativa.

En 1958. Golay propone columnas capilares sin relleno, comenzando su desarrollo.

A partir de 1955 se observa en los campos científicos y técnicos un avance vertiginoso en la cromatografía de gases, ampliándose constantemente sus aplicaciones técnicas y en el campo de la investigación de nuevos aparatos.

b) FUNDAMENTOS Y TECNICAS DE LA CROMATOGRAFIA DE GASES.

En la cromatografía de gases la fase móvil esta integrada por la mezcla a resolver y es en la mayoría de los casos un gas no retenible o inerte, que sirve para llevar en si o para empujar la mezcla y los componentes después de su separación. Este gas recibe el nombre de portador.

La fase estacionaria puede ser un sólido en cuyo caso la retención selectiva de los componentes de la mezcla a resolver se debe a fenómenos consecutivos de adsorción y desadsorción o por un liquido depositado sobre el soporte sólido en cuyo caso los fenómenos son de adsorción y desadsorción. El soporte sólido puede ser relleno de la columna o bien la pared interior de tubo que la forma.

La separación de los componentes de la mezcla a resolver se realiza en el tiempo, es la cromatografía de gases, emergiendo de la columna por separado. A la salida de la columna cromatografica se encuentra un dispositivo de análisis o uno de recolección capaces de realizar sus funciones respectivas también en el tiempo.

La cromatografía de gases se ha impuesto actualmente como método de separación en los campos analítico y preparativo por ser simple en su fundamento y desarrollo, por la sencillez de su manejo, por la rapidez con que se efectúan las separaciones, por su baratura relativa y porque, en la mayor parte de los casos, la separación y la precisión alcanzadas son altamente satisfactorias.

c) EL CROMATOGRAFO DE GASES

En 1954 se introdujo en el mercado el primer cromatografo de gases comercial, rápidamente fue aceptado como un importante instrumento para el análisis químico tanto para la investigación como en la industria.

Un cromatografo de gases no es mas que la concatenación funcional de una serie de elementos, y en principio es un aparato sencillo.

Con el fin de sistematizar los componentes de un cromatografo de gases se les va a clasificar en : elementos esenciales que debe llevar cualquier cromatografo y elementos propios de un cromatografo analítico o de uno preparativo.

ELEMENTOS ESENCIALES

Se dispone de una fuente de gas portador que pueda ser una bala de gas, un dispositivo o un gasometro. A la salida de la fuente deberá disponerse de un monoreductor que regula la presión de salida del gas así como un sistema para la regulación y medida del caudal del mismo respectivamente.

Una conducción llevara el gas portador hasta el detector y después a los sistemas de inyección de muestras.

Hay dos partes muy importantes en un sistema cromatografico y son: la columna en la cual la separaciones se lleva a efecto y el detector.

La unidad de suministro de gas acarreador, regulador de presión y flujo , conectado al cilindro de gas (H, He, Ar,) o a una fuente líquida (N₂ , Ar) que genera un flujo de gas optimizado a través de la columna esta puede ser:

1) Un flujo constante y una caída de presión constante entre la entrada de la columna y la salida cuando la columna es operada a temperatura constante.

2) Un flujo constante y un incremento de la presión de entrada a operación programada de la columna empacada, el control de flujo capilar en la cromatografia de gases técnicamente es difícil de ejecutar y además las columnas son también operadas a presión constante y en un decremento inevitable del flujo de gas acarreador a una temperatura elevada.

3) Una entrada de presión o flujo programado por el cual durante curso de la separación continua, hay cambios lineales o no lineales en el flujo de gas portador.

4) El artefacto donde se toma la muestra también se llama inyector y sirve para introducir la muestra dentro del gas acarreador, el cual puede estar bajo presiones de entre 0.01 y 0.5 Mpa dependiendo del tipo de gas acarreador y la resistencia de flujo ejemplo la caída de presión de la columna usada.

En el caso de que las muestras sean líquidas, y en algunos casos sólidos vaporizables el sistema de inyección es un pequeño recinto en serie con el circuito del gas portador, que se encuentra separado del exterior por un tapón de un material perforable y que cesada la perforación recupere su impermeabilidad inicial.

La introducción de la muestra líquida se realiza por inyección de la misma a la cámara mediante una jeringa especial provista de una aguja hipodérmica. La cámara se mantiene a una temperatura elevada, por lo que la muestra se vaporiza inmediatamente. A la salida del sistema de inyección, una conducción llevará el gas portador, junto con la muestra, en el momento en que esté en circuito, hasta la entrada de la columna.

La columna cromatográfica es el elemento definidor de un cromatógrafo y en la cual se realiza la separación. Dentro de la misma se encuentra la fase estacionaria, que puede ser un relleno sólido o un líquido, dispuesto bien sobre un relleno sólido o bien sobre el lado interior de la pared del propio tubo.

El tubo de la columna puede ser de vidrio, en uno, o varios tramos conectados convenientemente o de un metal que sea inatacable por los componentes de la mezcla a resolver generalmente se suelen fabricar las columnas cromatográficas en acero inoxidable, y en algunos casos es cobre.

La columna se encuentra situada en un recinto termostatao la temperatura influye de modo importante en la retención de los componentes por la columna, y por tanto, en al separación de los mismos: por ello, interesa que la temperatura sea constante a lo largo de toda la columna, y en todo caso perfectamente controlable.

A la salida de la columna la corriente gaseosa pasa al detector que utiliza para realizar el análisis de los componentes ya separados por la columna o simplemente para indicar la salida de los mismos si no se desea su análisis.

El detector suele estar construido de forma que la medida comparativa que realiza de una propiedad de los gases en que se basa, se ponga de manifiesto en forma de una señal de tipo eléctrico que se transmite mediante un circuito adecuado a un colector y amplificador de señal.

Este sistema proporciona una señal eléctrica amplificada de la cual se pueden hacer diversos usos: indicaría, registraría gráficamente, utilizarla como un dato para la elaboración posterior, aplicarla al accionamiento de algún dispositivo mecánico, etc.

d) COLUMNA

En principio, una columna para la cromatografía de gases esta formada por un tubo que puede ser de diferentes materiales (cobre, aluminio, acero inoxidable, vidrio,etc.) dentro del cual se dispone la fase estacionaria.

La fase estacionaria puede ser un sólido (cromatografía gas- sólido) que puede estar sencillamente relleno la columna o bien dispuesto en forma de recubrimiento sobre otro sólido que hará de soporte.

Mas frecuentemente es que la fase estacionaria sea un liquido (cromatografía gas-liquido) que se encuentra dispuesto sobre un sólido portador. En este caso el sólido puede ser un relleno (columnas de relleno) o bien la propia pared, en su cara interior de un tubo mas o menos capilar (columna de tubo abierto).

En lo que se refiere a la elección de material del tubo se deberá tener en cuenta que hay que evitar cuidadosamente la posibilidad de que el tubo sea atacado, en la fase estacionaria por los componentes de la mezcla a analizar o que pueda actuar como catalizador de reacciones indeseables, todo lo cual perjudicaría la seguridad de la separación y de la aplicación posterior que se de a la misma.

e) FASE ESTACIONARIA LIQUIDA

Varias son las cualidades que ha de reunir un liquido para servir como fase estacionaria incluso algunas de ellas contradictorias, en cuyo caso se habrá de establecer un compromiso, entre las mas importantes están:

Viscosidad : No deberá ser muy alta a la temperatura de operación para facilitar la velocidad de establecimiento de los equilibrios de reparto entre las fases.

Tensión Superficial : La fase estacionaria liquida deberá mojar el soporte sea relleno o sea pared interior del tubo, asegurándose en lo posible que la adherencia, soporte liquido sea suficiente para evitar que la fase móvil arrastre la fase estacionaria provocando una mala distribución de la misma en la columna.

Tensión de Vapor : Deberá ser mínima, con el fin de que una evaporación de la fase estacionaria liquida provoque el paso de la misma a la fase móvil, y lo cual provocaría perturbaciones en la separación y en el análisis posterior.

Selectividad : respecto a los componentes de la fase móvil, esta condición es la que define en si la cromatografía de gases.

Las constantes de reparto de los componentes a separar entre la fase móvil y la estacionaria deberán ser suficientemente diferentes para que la fase estacionaria oponga, resistencias distintas al paso de cada componente a través de la columna, proporcionando así una buena separación de los componentes a la salida de la misma.

Estabilidad Térmica : Es de gran importancia que la fase estacionaria sea estable, en si misma y respecto a los componentes de la mezcla a resolver a la temperatura de trabajo.

Esta condición limita algunas veces la aplicación de un liquido dado como fase estacionaria

f) TIEMPO DE RETENCION DE UN COMPONENTE

Es el tiempo que pasa entre la introducción de la mezcla y la detección de la señal propia del componente en su intensidad máxima.

Para una columna dada los tiempos de retención son características de cada componente pero es imposible construir otra columna que sea idéntica a la primera en todas sus características, por lo cual los datos de tiempo de retención no son exactamente reproducibles. Incluso en la misma columna pueden no reproducirse los tiempos de retención a poco que varien las condiciones de la misma, (distribución de la fase estacionaria, envejecimiento de la misma, etc), lo que si es reproducible en columnas semejantes, aunque nunca sean idénticas, es la razón de los tiempos de retención de distintos componentes, por lo cual utiliza el concepto de retención relativa.

Tiempo de retención corregido de un componente dado es el que transcurre entre la aparición de la señal que corresponde a un componente inerte y la componente considerada.

Retención relativa, es la razón entre los tiempos de retención corregidos del componente considerado "i", y otro "p", que se toma como patrón de referencia.

$$r_{ip} = \frac{t_i}{t_p}$$

Como es lógico pensar, la retención relativa se define en realidad para dos componentes cualesquiera sin que necesariamente uno de ellos sea el patrón. No obstante la referencia a un patrón es lo mas frecuente por las ventajas que se derivan de tener todos los componentes relacionados solamente con un elegido a voluntad.

Generalmente se toman como patrones de referencia, para establecer retenciones relativas, compuestos corrientes y fáciles de tener en un estado de pureza tal que cuando se añadan a una muestra problema no la impurifiquen.

Como ejemplos cabe citar : pentano , hexano, heptano, benceno, etc.

El índice de retención, es una variable característica de los componentes de una mezcla y relacionada en su retención relativa

g) DETECTORES

Gran parte de los detectores realizan su función comparando una propiedad física entre el gas portador y el mismo gas portador llevando cada uno de los componentes que previamente se han separado de la columna.

Otros se basan en medir directamente la propiedad del componente en el gas auxiliar y en algunos casos, sin la necesidad de tales gases, del componente solo.

La visión cualitativa de una mezcla de componentes se deben primordialmente a la columna, que realiza la separación de los componentes en diferentes tiempos de retención.

Quedándole al detector, en este aspecto, el mero papel de informar de los momentos en que emergen los componentes integran una muestra dada se debe fundamentalmente al detector mas que la concentración de cada componente en el gas portador, o bien la cantidad del mismo a lo largo del tiempo, proporcionando una señal, determinada en su magnitud por tal concentración o tal cantidad.

Según lo anterior, el papel del detector es el de indicar los momentos de emersión de los componentes y de proporcionar indicación cuantitativa de los mismos.

La acción del detector se traduce en una señal de tipo eléctrico, que posteriormente se amplificara e interpretara mediante un registrador gráfico o integrador, que pondrán de manifiesto los aspectos cuantitativo y cualitativo de dicha señal.

h) CLASIFICACION

Considerando el destino posterior que se le da a los componentes detectados, los detectores se clasifican en : destructores y no destructores, según se consuman o no el componente al realizar la detección del mismo.

Desde el punto de vista de la propiedad en que se basa la detección, se pueden clasificar los detectores según que se trate de propiedades del componente, sin hacer caso al gas portador.

Esta clasificación diferencia los detectores en dos grupos sensible a la concentración del componente detectado en el gas portador y sensibles a la velocidad de introducción del componente que en un momento analizan los detectores, estos se clasifican en instantáneos, o diferenciales y acumulativos o integrales.

Los primeros realizan una medida instantánea del componente, mientras los segundos van acumulando las medidas sucesivas a lo largo del tiempo. Actualmente se utilizan mas los detectores instantáneos porque son los de mayor sensibilidad y proporcionan cromatogramas de interpretación mas cómoda y sencilla, desde el punto de vista de las aplicaciones de la cromatografía de gases, se puede realizar una clasificación de los detectores por su selectividad ante diferentes componentes.

i) DESCRIPCION DE DETECTORES

- 1) Detectores de conductividad térmica
- 2) Detectores de ionización

En los detectores de ionización a la llama la respuesta es proporcional a lo que se denomina factor de carbono que se define como :

$$F_c = \text{peso molecular del componente} / \text{numero de átomos de carbono de componente por 12}$$

El factor es característico de cada componente. Parece pues conveniente excluir del recuento de carbonos aquellos que están unidos a oxígenos cuando los haya.

Al interpretar el cromatograma, se utiliza el factor carbono un factor de corrección para las áreas de pico.

Se ha representado el esquema de un detector de ionización por llama.

Se hace entrar el gas portador, con componente o sin el en un momento dado, junto con una corriente de hidrogeno, que es la que origina la llama.

Al iniciar el uso del detector se aprovecha el catodo del mismo como filamento de ignición, haciendo circular una corriente por el mismo hasta que se comprueba la existencia de la llama.

Como comburente se introduce una corriente auxiliar de aire u oxigeno, que llega a la cámara del detector atravesando una rejilla que actúa como difusor.

j) SISTEMA DE INYECCION DE MUESTRAS

Cualquiera de estos sistemas ha de cumplir algunas especificaciones de tipo general, como son: tener un volumen muerto reducido, facilitar la inmediata vaporización de la muestra, no permitir condensaciones parciales de la muestra, evitar fugas.

El sistema de introducción de la muestra en un circuito del gas portador consta, en principio de dos partes: un inyector de la muestra y un receptor de la misma, Los sistemas de introducción se pueden clasificar en: de introducción directa y de introducción por derivación.

Como ejemplo de los primeros se puede poner el sistema frecuentemente utilizado para la inyección de muestras líquidas, formada por una cámara por la que discurre continuamente la corriente del gas portador y que se encuentra separada del exterior por un tapón de un material perforable, teflon, la inyección de la muestra se hace por medio de una microjeringa graduada prevista de una aguja hipodérmica con la que se atraviesa el tapón. Los sistemas de introducción de muestras en derivación son los más utilizados en gases, aunque también son aplicables a líquidos.

Existe una gran diversidad de montajes, cuyo fundamento general está en dejar que un espacio dado se llene del gas muestra circulando por él mismo durante un tiempo, para desplazar completamente el gas que lo ocupaba anteriormente.

k) INSTRUMENTACION PARA LA CROMATOGRAFIA DE GASES Y SU OPTIMIZACION

Los siguientes componentes de instrumentación para cromatografía de gases para aplicaciones analíticas y sus diferentes combinaciones y para problemas analíticos especiales.

La siguiente simbología es utilizada para cromatografía de gases.

1) DETECTORES DE CONDUCTIVIDAD TERMICA

Este tipo de detectores es el mas utilizado en la cromatografia de gases recibiendo la denominación de catarometros.

Son del tipo comparativo, ya que proporcionan una señal eléctrica por comparación entre las conductividades térmicas del gas portador llevando cada componente separado por la columna cromatografica.

Como elementos sensibles en uno de estos detectores se pueden utilizar filamentos de platino o de otro metal adecuado, detectores de hilo caliente, o bien termistores.

2) DETECTORES DE IONIZACION

Su fundamento general es la mayor o menor ionización que por diferentes métodos, que realiza del componente y del gas portador o auxiliar que lo acompañe.

En todos los casos la ionización se traduce en un flujo de electrones que, mediante dos electrodos dispuestos convenientemente y sometidos a una diferencia de potencial adecuada, da lugar a una corriente eléctrica como señal de detección.

El detector de ionización de flama, también denominados quim- ionización su fundamento es el mismo que el del detector de sección transversal, del cual se diferencia solamente en que el origen de la ionización en vez de una fuente radiactiva, es una flama de hidrogeno en presencia de aire u oxigeno.

En esta flama se realiza la combustión de los componentes detectados dando lugar estos a la formación de iones, electrones, y radicales libres, que modifican la conductividad eléctrica de la flama, favoreciendo un paso mayor (aumento de intensidad de corriente) de electrones desde el catodo hacia el ánodo colector.

Análisis Cuantitativo

1.- Normalización del Área.

Por normalización entendemos el cálculo de la composición porcentual mediante la medición del área de cada pico y la división de cada área por el área total, por ejemplo:

$$\%A = (\text{área de A} / \text{área total}) * 100$$

Cuando se analizan los componentes de una serie homóloga con puntos de ebullición muy próximos, este método puede usarse para calcular el porcentaje en peso.

Esto supone que todos los picos fueron incluidos y que cada compuesto tiene la misma respuesta del detector.

Si se han comprobado estas suposiciones, este método es rápido y sencillo.

2.- Factores de corrección.

Las áreas de los compuestos no son directamente proporcionales a la composición porcentual, es decir, compuestos diferentes tienen diferentes respuestas del detector,

Picos	W	A	A/ W	F
a	0.435	4.0	9.19	1.00
b	0.653	6.5	9.95	1.08
c	0.864	7.5	8.79	0.96
d	0.864	8.1	9.38	1.02
e	1.760	15.0	8.52	0.93

A partir de estos resultados se puede calcular el peso de un componente desconocido " b".

$$W_b = (W_a * A_b) / (F_b * A_a)$$

Donde :

W_b : peso del componente b ;

W_a : peso del patron a;

A_a : area medida para el patron a ;

A_b : area medida para el componente b ;

F_b : factor de correccion del componente b .

La respuesta del detector de ionización por llama es independiente del gas portador y del caudal.

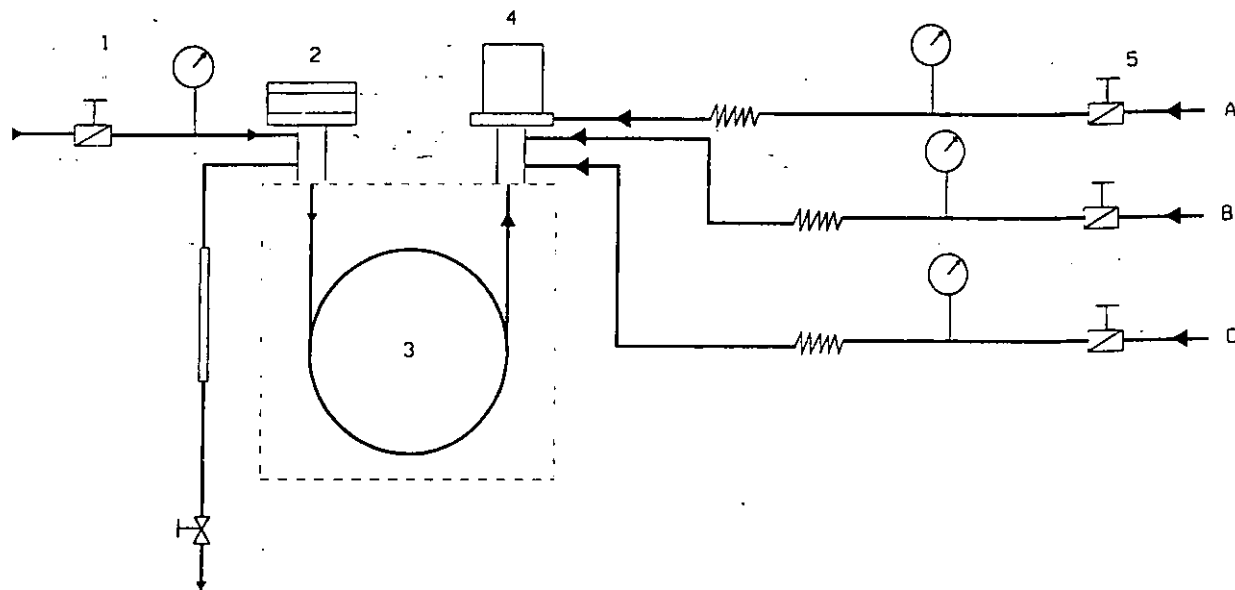
A ello se debe que sea un detector adecuado, posiblemente el mejor para determinaciones cuantitativas.

Por lo tanto, es necesario determinar los factores de corrección. Estos factores, una vez determinados, puede usarse para calcular la composición porcentual.

Como el funcionamiento de los detectores se basa en principios diferentes, habrá que calcular diferentes factores para los diversos detectores.

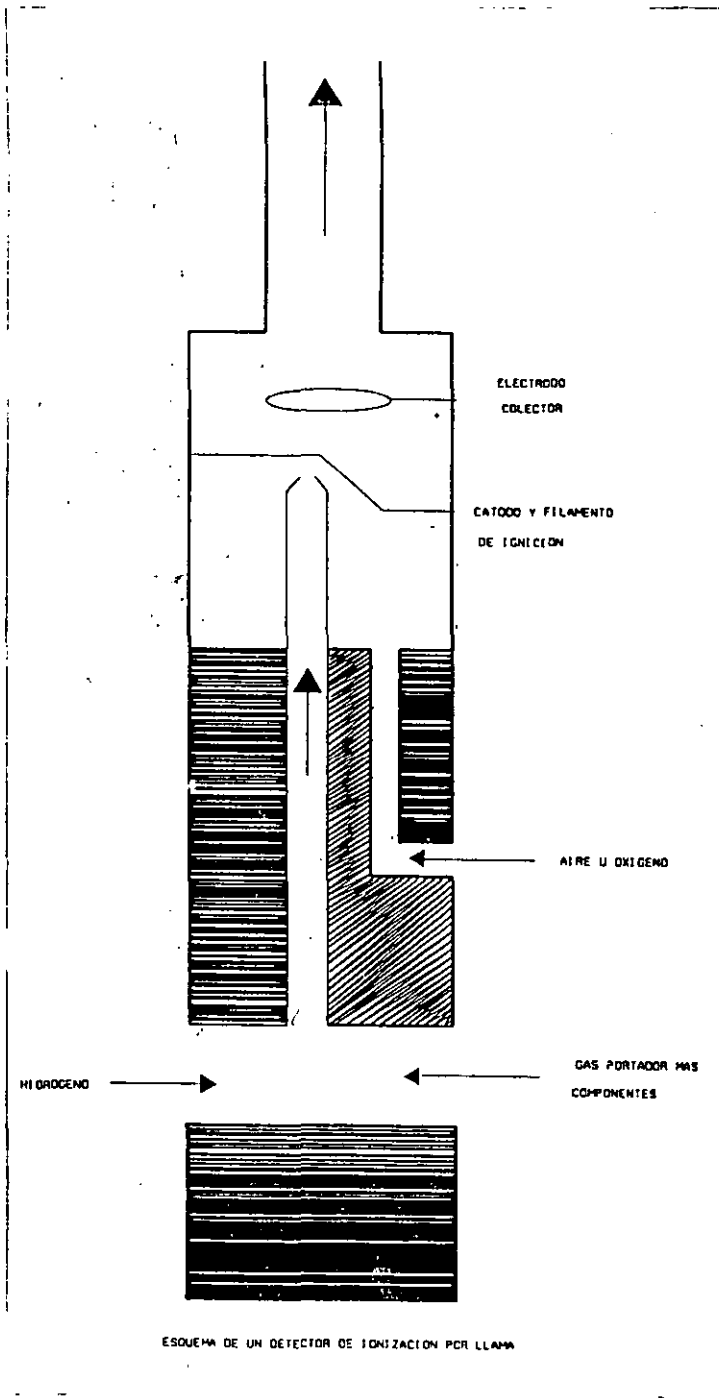
Un método para calcular los factores de respuesta porcentual es el siguiente: preparar unas disoluciones estándar de los compuestos a,b,c,d, y e para obtener el cromatograma. Los pesos " W " inyectados son conocidos. Se miden las áreas " A ". Se calcula la relación A/ W respecto a cada pico.

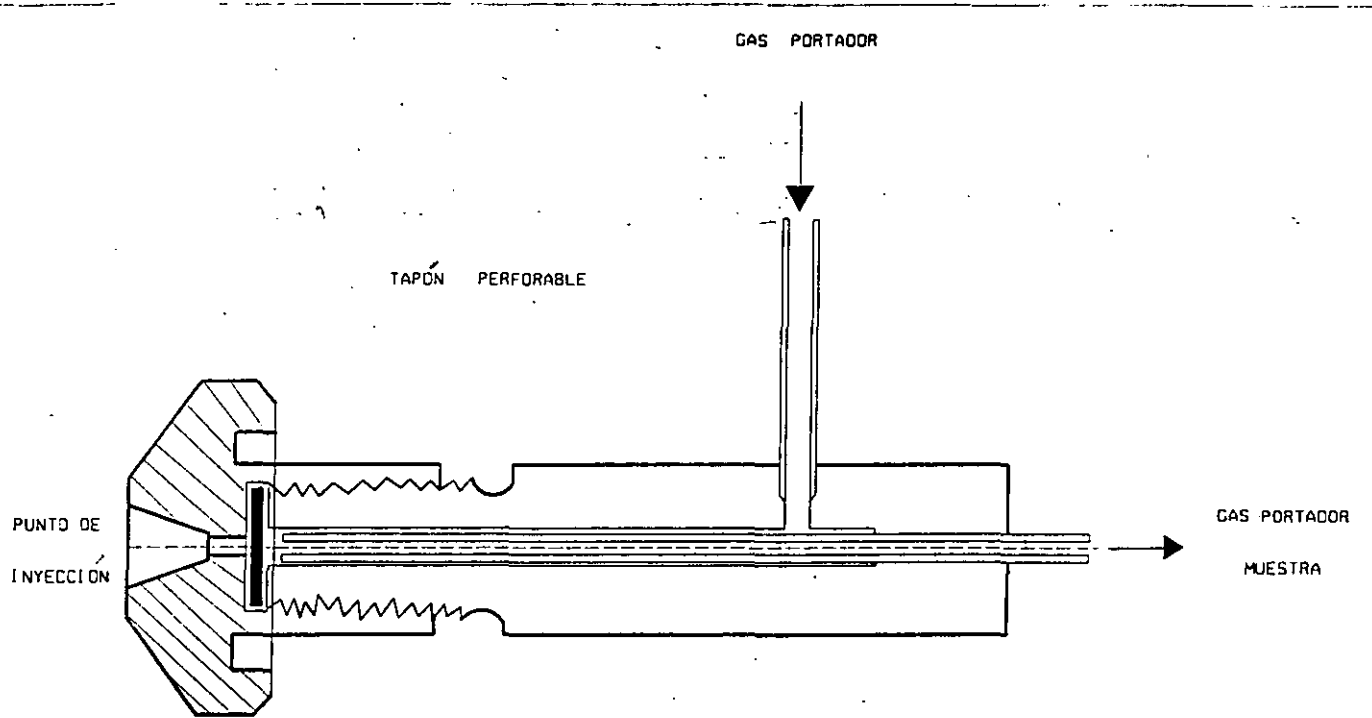
El factor de corrección " F " se calcula dividiendo el A/ W de cada pico por el del compuesto a. Estos factores son relativos al compuesto a, es decir, el factor del compuesto a se hace arbitrariamente igual a 1.00.



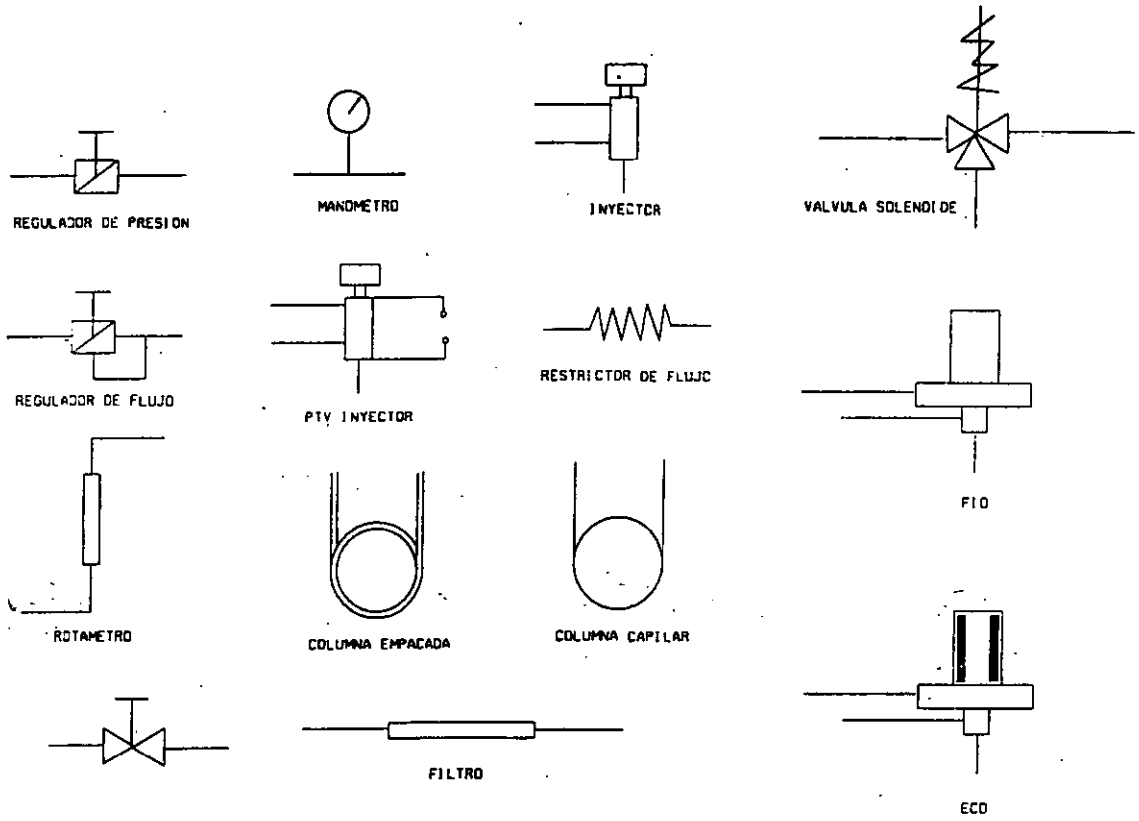
1. - GAS ACARREADOR 2. - INTRODUCCIÓN DE MUESTRAS 3. - COLUMNA(CAPILAR EMPACADA)

4. - DETECTOR 5. - SUMINISTRO DE GAS FID AIRE, HIDRÓGENO, ARGÓN, NITRÓGENO.





ESQUEMA DEL RECEPTOR DE MUESTRA PARA LA INTRODUCCIÓN DIRECTA DE LÍQUIDOS.



SIMBOLOGÍA USADA EN CROMATOGRAFÍA DE GASES

Apéndice B

RESISTENCIA.

Todos los conductores a temperatura ofrecen la misma resistencia al flujo de carga.


La resistencia de conductores y contactos en un circuito deben ser minimizados. De cualquier forma, componentes solo fabricados por su valor resistivo son ampliamente usados en circuitos electrónicos. Tales componentes son llamados resistencias y pueden ser construidos en un ancho rango de valores de resistencia desde algunos ohms a muchos millones de ohms.

Los limites de exactitud asegurados por el fabricante de la resistencia es llamada tolerancia. Esta es expresada en % de el valor nominal.

Muchos factores afectan la exactitud de una resistencia.

Para resistores de valores muy altos (mayores de 10 megaohms) fuga la corriente entre los contactos sobre la superficie del resistor puede decrecer significativamente la resistencia del circuito. Este efecto el cual dependerá de la humedad ambiental, puede ser reducida a través del uso de materiales aislantes especiales.

Lista de colores en el caso de colores de los resistores y los valores asociados a las bandas de colores.



colour	band 1	band 2	band 3	band 4
black	0	0	none	1%
brown	1	1	0	2%
red	2	2	00	3%
orange	3	3	.000	4%
yellow	4	4	0.000	-
green	5	5	00.000	-
blue	6	6	000.000	-
violet	7	7	0.000.000	-
grey	8	8	-	-
white	9	9	-	5%
gold	-	-	0.1	10%
silver	-	-	0.01	20%
no colour	-	-	-	-

Fig. No. 17

CAPACITORES

El capacitor mas simple consiste en dos hojas de metal delgado separadas por un dieléctrico

El dielectrico puede ser papel, aceite, mica, cerámica, o plástico.

Los capacitores electroliticos son fabricados de un metal delgado con una superficie que tiene una formación anodica de una película de oxido. El anodizado es una solución electrolitica.

La película de oxido es el dielectrico entre el metal y la solución.

El capacitor electrolitico tiene las siguientes desventajas.

Podría ser usado en un circuito donde la polaridad esta siempre en una dirección.

Si la polaridad es invertida, el oxido será disminuido, de este modo destruyendo el dielectrico; el gas cubrirá al catodo, y el capacitor explotara.

El capacitor electrolitico, a diferencia de otros tipos de capacitores, se deterioran con el tiempo.

Estos capacitores son generalmente para filtrado y aplicaciones para transistores donde el dielectrico es pobre y cuando una gran capacitancia es requerida en un espacio pequeño.

El tamaño físico del capacitor se incrementa con el incremento de la capacitancia y voltaje promedio.

DIODO

El primer dispositivo electrónico que se presentara se denomina diodo. Es el mas sencillo de los dispositivos semiconductores pero desempeña un papel vital en los sistemas electrónicos, con sus características que se asemejan en gran medida a las de un sencillo interruptor.

El diodo es un dispositivo de dos terminales que tiene el símbolo y las características que se muestran en la figura No. 18.

En la descripción de los elementos que sigue, un aspecto muy importante es la definición de los símbolos literales, las polaridades de voltaje y las direcciones de corriente.

Uno de los parámetros importantes para el diodo es la resistencia en el punto o región de operación. Si consideramos la región definida por la dirección de I_d y la polaridad por V_d , encontramos que el valor de la resistencia directa R_f de acuerdo como se define con la ley de OHM

$$R_f = V_f / I_f = 0 / 2,3, \dots \text{ o cualquier valor positivo} = 0$$

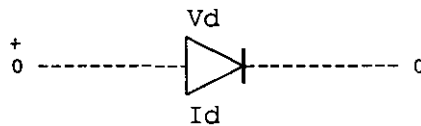


Fig No 18

Donde V_f es el voltaje en sentido directo a través del diodo e I_f es la corriente en sentido directo a través del diodo.

El diodo, por consiguiente, es un corto circuito para la región directa de conducción ($I_d = 0$).

Si consideramos la región de potencial aplicado negativamente.

$R_f = V_f / I_f = -5 \dots -20$ o cualquier potencial de polarización inverso / $0 =$ numero muy grande, que para nuestros propósitos consideraremos como el infinito (α).

Donde V_r es el voltaje inverso a través del diodo e I_r es la corriente inversa en el diodo.

El diodo en consecuencia, es el circuito abierto en la región en la que no hay conducción ($I_d = 0$). En síntesis se aplican las condiciones que se describen en la figura No 19

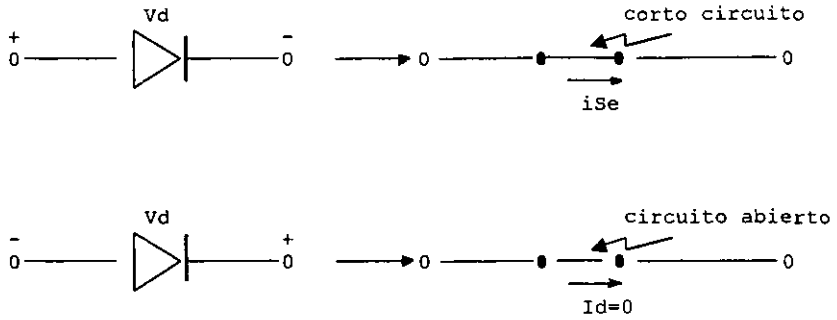


Fig No 19

En general, es relativamente sencillo, determinar si un diodo se encuentra en la región de conducción o en la de no conducción observando tan solo la dirección de la corriente I_d establecida por el voltaje aplicado.

Para la mayor parte de los diodos, alguna marca como un punto o una banda aparece en el extremo del cátodo, la terminología ánodo cátodo es un rezago de la notación del tubo de vacío.

El ánodo se refiere al potencial más alto positivo y el cátodo a la terminal de menor valor o negativo.

Esta combinación de niveles de polarización dará como resultado una polarización directa o condición de encendido para el diodo.

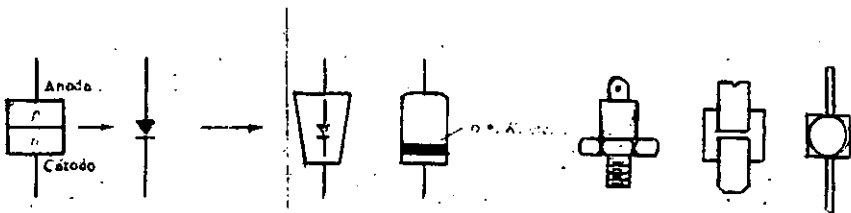


Fig. No. 20

TRANSISTORES DE UNION BIPOLAR

En diciembre de 1947 la industria electrónica atestiguó un advenimiento y desarrollo completamente nuevo, fue en el transcurso de la tarde de ese día que Walter H. Brattain y John Bardeen demostraron el efecto amplificador del primer transistor.

El transistor original, de inmediato, las ventajas de este dispositivo de estado sólido de tres terminales sobre el tubo electrónico fueron evidentes: era más pequeño y ligero; ofrecía una construcción de mayor resistencia y resultaba más eficiente porque el propio dispositivo absorbía menos potencia; instantáneamente estaba listo para utilizarse, sin requerir un periodo de calentamiento además, eran posibles voltajes de operación más bajos.

El transistor es un dispositivo semiconductor de tres capas compuesto ya sea de dos capas de material tipo n y una capa de tipo p o dos capas de tipo p y una de tipo n. El primero se denomina transistor npn, en tanto que el último recibe el nombre de transistor pnp. Ambos se muestran en la figura No. 21

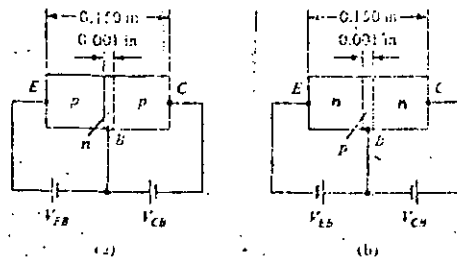


Fig. No. 21

En la polarización de las terminales se han indicado mediante letras mayúsculas, E para emisor, C para el colector, y B para la base.

La abreviatura BJT (bipolar junction transistor) transistor de unión bipolar se aplica a menudo a este tipo de dispositivo de tres terminales.

CONFIGURACION BASE COMUN

La terminología relativa a base común se desprende del hecho de que la base es común a los lados de entrada y salida de la configuración.

En la configuración base común, los potenciales aplicados se escriben con respecto al potencial de la base que se produce V_{eb} y V_{cb} . En otras palabras, el segundo subíndice indicara siempre la configuración del transistor.

Por lo que tanto en el transistor pnp , V_{eb} es positivo y V_{cb} es negativo y viceversa.

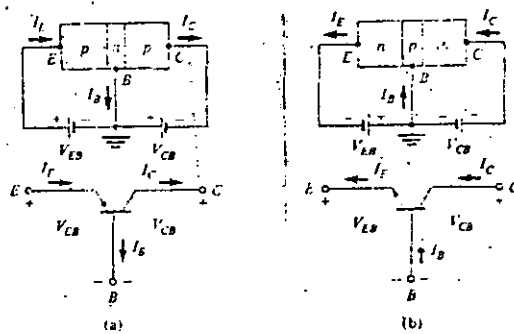


Fig No.22

CONFIGURACION EMISOR COMUN

Se denomina configuración de emisor común porque el emisor es común, tanto a las terminales de entrada como a las de salida (en este caso es también común a las terminales de la base y del colector).

Nuevamente se necesitan dos conjuntos de características para describir en forma completa el comportamiento de la configuración de emisor común, una para la entrada o circuito de la base y una para la salida o circuito colector.

La región activa de la configuración de emisor común puede emplearse en la amplificación de voltaje, corriente o potencia.

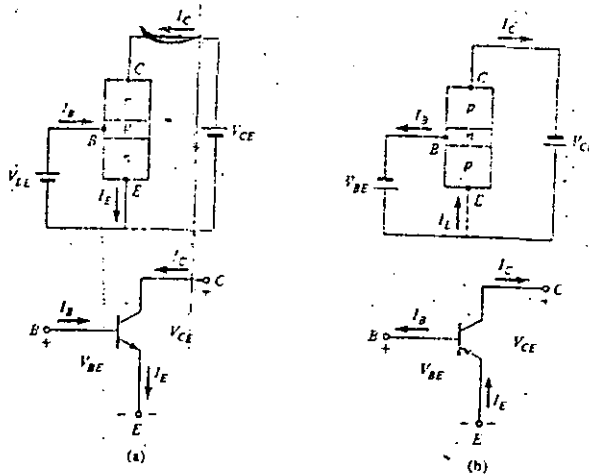


Fig. No 23

CONFIGURACION COLECTOR COMUN

La configuración de colector común se emplea fundamentalmente para propósitos de acoplamiento de impedancia ya que tiene una elevada impedancia de entrada y una baja impedancia de salida que es lo opuesto a las configuraciones de base común y emisor común.

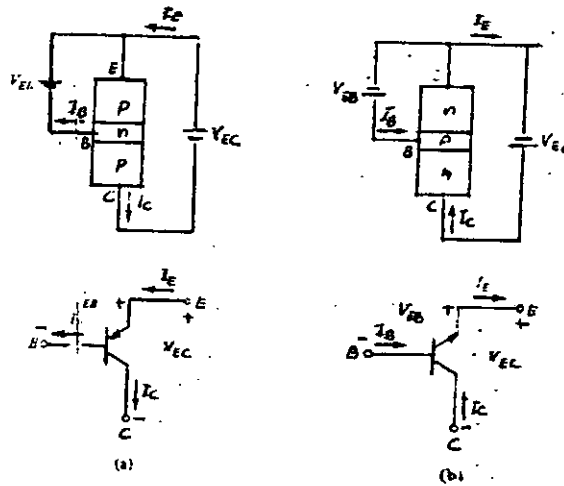
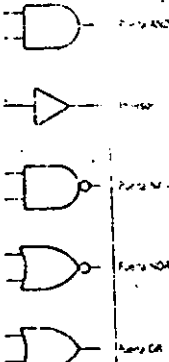
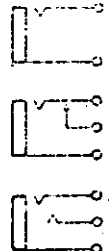

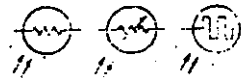
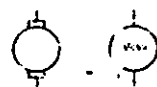
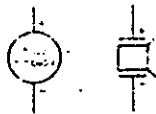
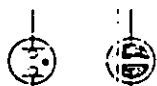
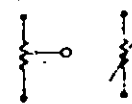
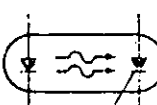
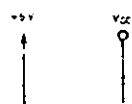


Fig. No 24

Nome do Componente	Simbolização
Indutor	
Gerador AC	
Amperímetro	
Antena	
Bateria	
Retificador de ponte	
Capacitor	 Electrolytico Var. Jibe
Contato aberto	

Nome do Componente	Simbolização
Resistor	
Condensador	
Diód	
Fusível	
Terra comum	
Transformador	
Lâmpada incandescente	
Dispositivo de proteção térmica	

Símbolos de componentes	Símbolos de dispositivos	Símbolos de componentes	Símbolos de dispositivos
Puertas lógicas	 <p> Puerta AND Puerta NOT Puerta NAND Puerta NOR Puerta OR </p>	 <p> Interruptor simple Interruptor doble Interruptor de ruptura </p>	
Medida de tensión en corriente alterna		 <p> Señal de onda sinusoidal Señal de onda cuadrada Señal de pulso </p>	
Lámpara		 <p> Transformador Altavoz </p>	
Lámpara de neon		 <p> Resistencia Resistencia variable </p>	
Alimentación de corriente alterna		 <p> Conexión de alimentación Fuente de tensión </p>	

Nome do dispositivo	Símbolo circuital
Indicador luminoso	
Relé - SPDT	
Resistor	
Retificador de onda completa	
Visuador de sete segmentos	

Nome do dispositivo	Símbolo circuital
Altofalante	
Comutadores	<p> SPST</p> <p> DPST</p> <p> DPL</p> <p> DPDT</p>
Transistor	

Apéndice C

En el entorno de la producción de esteres provenientes de alcoholes polihidricos con acidos monobasicos como el diacetato de etilen glicol es el siguiente :

V E N T A S			
PRODUCCION Tons. Metrias	CANTIDAD Tons-	VALOR N\$	COSTO N\$/Kg
47,230.00	44,302.00	355,115.5	8.25

Considerando la paridad del peso frente al dolar de 9.7

Los usos industriales del DAEG ($\text{CH}_2\text{OCOCH}_3$)₂, mas usuales son:

- 1) Es un solvente que evapora lentamente que es una buena base para preparar esmaltes y lacas.
- 2) Tambien es utilizado en la formulacion de nitrato de celulosa y butirato acetato de celulosa, como lacas para curtido de piel.
- 3) Es utilizado tambien como tinta para impresion.

Bibliografia

1) Pannetier and Souchay

cinética química.

Hidrólisis del Diacetato de Etilen Glicol

pag. 185- 196.

2) J.M. Stoch de Gracia y Asencio

Fundamentos de cromatografía de gases.

Ed. Alhambra, España 1975

pag. 2-93

3) Gerhard Schomburg

Gas Chromatography a practical course

Ed. VCH Weinheim (Federal Republic of Germany) 1990

pag. 5-8, 32-33.

4) Perry .

Manual del ingeniero químico.

sexta edición, Ed. Mc. Graw - Hill 1993

capitulo 22 Vol.VI pag. 35- 369

5) J.M. Smith.

Ingeniería de la cinética química.

Ed. CECSA 1986.

pag. 231-232, 297-299.

6) Gordon Harris M.

Cinética química .

Ed. Reverte, S.A. 1973

7) K.J. Laidler.

Cinética de reacciones .

Ed. Alhambra, S.A. 1979.

8) P.H. Sydenham.

Mechanical design of instruments.

Instruments Society of America 1986 .

9) William David Cooper

Instrumentación electrónica y mediciones .

Prentice - Hall Hispanoamericana, S.A. 1982.

10) Francisco Javier Olivar Pastelin .

Instalación y acondicionamiento de una torre de destilación con fines didácticos
para laboratorio de ingeniería química.

Tesis 1989 .

11) Robert Boylestad .

Electrónica, teoría de circuitos.

Prentice - Hall Hispanoamericana, S.A. , 1989 .

12) Frederik J. Hill

Teoría de conmutación y diseño lógico .

Ed. Limusa, 1978 .

13) H.V. Malmstadt

C.G. Enke.

Electronics for scientist principles and experiments for those who use
Instruments .

Ed. W.A. Benjamin , INC. 1963.

14) Malcom Plant

Basic Electronics.

Ed Hodder and Stoughton 1990

15) Kirk Othmer

Encyclopedia of Chemical Technology

Fourth - Edition 1994