



2 300627
UNIVERSIDAD LA SALLE

INCORPORADA A LA U.N.A.M.

ESCUELA DE QUIMICA

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**“CONTROL DEL PROCESO DE PRODUCCION
DE UN SABORIZANTE ARTIFICIAL
(ACETATO DE ISOAMILO) POR MEDIO
DE LA CROMATOGRAFIA DE GASES,
EN PLANTA PILOTO”**

**TESIS PROFESIONAL
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P R E S E N T A:
VICTOR COLOMER VALENZUELA**

DIRECTOR DE TESIS: DRA. ARACELI SANCHEZ DE CORRAL



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

I N D I C E.

I. INTRODUCCION	1
II. OBJETIVOS	1
III. CARACTERISTICAS DEL PROCESO	3
3.1 Características de los compuestos	5
3.2 Descripción del proceso	7
IV. METODO DE CONTROL	8
4.1 Cromatografía, generalidades	8
4.2 El cromatógrafo de gases, componentes	9
4.3 Proceso de análisis en un cromatógrafo de gases	10
4.4 Ventajas de la cromatografía de gases	10
V. APLICACION DEL METODO PROPUESTO AL PROCESO	12
5.1 Análisis cualitativo y parámetros dentro del sistema	12
5.2 Análisis cuantitativo	19
5.3 Desarrollo del proceso	25
5.4 Resultados	44

VI. REPETICION DEL PROCESO CON CONTROL ESTABLECIDO	45
6.1 Resultados y comentarios	54
VII. CONCLUSIONES	55
VIII. BIBLIOGRAFIA	56

I. INTRODUCCION

En toda industria, los procesos deben ser controlados de una manera adecuada para asegurar las características finales convenientes del producto. En muchos casos es necesario tomar una muestra y analizarla para verificar el desarrollo del proceso y saber como continuar con el mismo. Desgraciadamente, muchas veces el análisis de esa muestra puede tomar varias horas y al momento de obtener los resultados, estos ya no son representativos del proceso a ese tiempo dado, en algunos procesos se puede detener el desarrollo del mismo, pero esto resultaría en una pérdida de tiempo y dinero.

II. OBJETIVOS

El objetivo de este trabajo es el de proponer un sistema eficaz para controlar el proceso de fabricación de acetato de isoamilo que nos asegure las características finales adecuadas del producto.

Se escogió este compuesto porque el proceso de fabricación involucra materias primas y productos volátiles, característica primordial para poder utilizar el sistema, pero puede aplicarse a cualquier proceso que cumpla con las características mencionadas, unicamente modificando algunos parámetros del sistema.

El objetivo anterior permitirá:

- a) Determinar los tiempos reales de proceso al fabricar por primera vez el producto.
- b) Verificar cantidades exactas de materia prima al empezar el proceso.
- c) Evitar una posible confusión de materias primas.

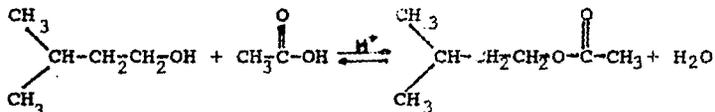
III. CARACTERISTICAS DEL PROCESO

El acetato de isoamilo es un compuesto que se obtiene de la reacción de esterificación que ocurre entre el alcohol isoamílico y el ácido acético, catalizada por un ácido fuerte como es el ácido sulfúrico.

Los principios de este tipo de reacciones son de sobra conocidas y no cambian, pero los detalles de su aplicación varían con el tiempo y en cada compañía, y casi siempre son guardados en secreto mientras ofrezcan alguna ventaja para ella.

Realmente no existe un método perfecto para fabricar un éster, el operador experimentado puede determinar el método mas conveniente para una cierta escala de producción y para un éster con ciertas características específicas, pero para otra escala de producción y un éster con otras características específicas, es posible que otro proceso completamente diferente al primero resulte mejor.

la reacción de obtención de acetato de isoamilo es la siguiente:



El método que se propone para controlar el proceso consiste en utilizar la cromatografía de gases, para conocer el desarrollo de la reacción y los tiempos de operación hasta el final de la reacción, de tal forma que el producto obtenido tenga la pureza que establece la norma correspondiente*.

* NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-F-370-S-1980
"ACETATO DE ISOAMILO" (GRADO ALIMENTARIO)

Anteriormente el control del proceso era de tipo prueba y error. Una vez hecho en laboratorio se pasaba a nivel planta piloto y despues a escala industrial, la calidad del producto final quedaba en manos del operador. El cual debía ser una persona con mucha experiencia en ese tipo de procesos. Generalmente se hacían lotes de poco volumen por si algo resultaba mal.

Después se empezó a utilizar la cromatografía en capa fina, pero se dejó de hacerlo debido a que para correr cada muestra se necesitaban aproximadamente cuatro horas. Al momento de obtener los resultados estos ya eran obsoletos, aparte de que no reflejaban las características cuantitativas debidamente.

El método que se propone supera al anterior porque se obtienen resultados en aproximadamente seis minutos, y se puede verificar perfectamente el desarrollo de la reacción, de manera que se pueda efectuar cualquier corrección que sea necesaria ó evitar algun posible riesgo, aparte de asegurarnos que el producto final contará con las características adecuadas para que cumpla con la norma correspondiente.

El equipo utilizado para desarrollar el proceso consta de:

-) Un reactor de acero inoxidable tipo 316 de 150 Lts.de capacidad, equipado con una chaqueta de tipo media caña para calentar o enfriar. Contiene un agitador tipo turbina tambien de acero inoxidable.

-) Un intercambiador de calor de acero inoxidable tipo 316 de 50 Lts. de capacidad.

-) Un tanque de destilados de acero inoxidable tipo 316 de 65 Lts. de capacidad.

-) Una mirilla que sirve como zona de decantación.

Todo el equipo se encuentra conectado con tubo de acero inoxidable e instalado como se muestra en el diagrama A.

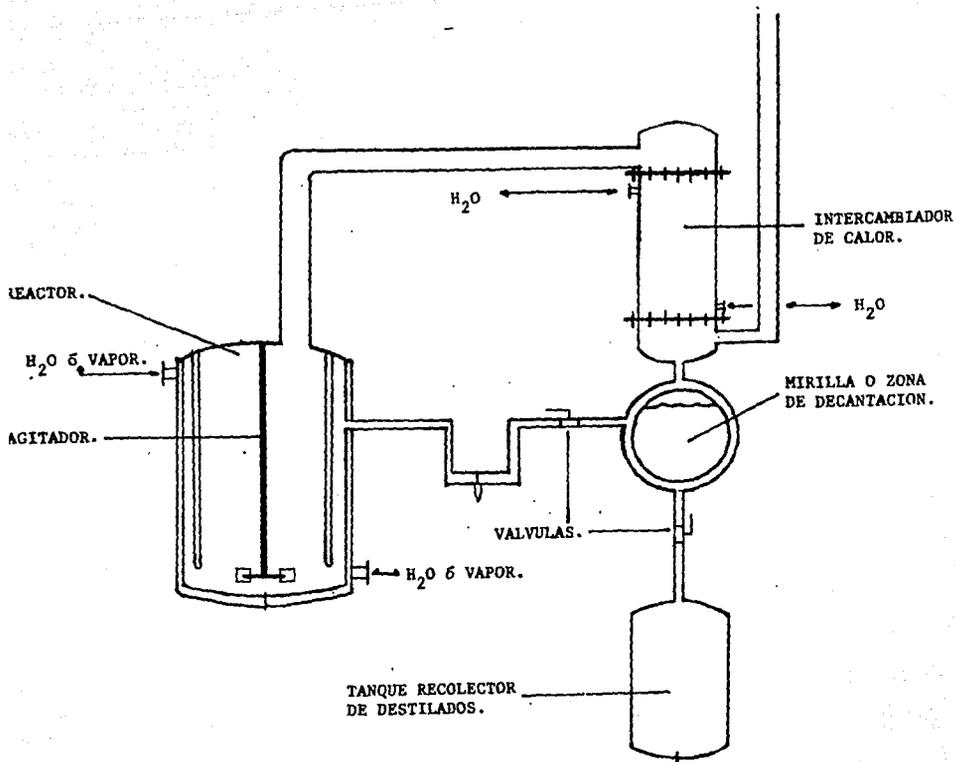


DIAGRAMA "A"

III. CARACTERISTICAS DEL PROCESO.

3.1 CARACTERISTICAS DE LOS COMPUESTOS

ALCOHOL ISOAMILICO:

Fórmula	$(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH.$
Peso molecular	88.15 ² g/mol.
Punto de ebullición	140°C.
Solubilidad	Insoluble en agua, soluble en alcohol, eter, benceno ácido acético, cloroformo.
Toxicidad	Irritante a las membranas mucosas, puede causar depresión, dolor de cabeza y mareos.

ACETATO DE ISOAMILO:

Fórmula	$(CH_3)_2CHCH_2CH_2OCOCH_3.$
Peso molecular	130 g/mol.
Punto de ebullición	142°C.
Solubilidad	Insoluble en agua, soluble en alcohol, eter, benceno ácido acético, cloroformo.
Toxicidad	Exposición a los vapores por una hora causa dolor de cabeza, irrita a las membranas mucosas.

ACIDO ACETICO:

Fórmula	$CH_3COOH.$
Peso molecular	60.05 g/mol.
Punto de ebullición	118°C.
Solubilidad	Soluble en agua, alcohol eter, tetracloruro de carbono.
Toxicidad	Ingerido causa corrosión de la boca, colapso circulatorio, diarrea, muerte.

ACIDO SULFURICO:

Fórmula	H_2SO_4
Peso molecular	98.08 g/mol.
Punto de ebullición	290°C.
Solubilidad	Soluble en agua, alcohol.
Toxicidad	Muy corrosivo a la piel causa asfixia, ingerido causa la muerte.

ANHIDRIDO ACETICO:

Fórmula	$(CH_3CO)_2O$.
Peso molecular	102.09 g/mol.
Punto de ebullición	139°C.
Solubilidad	Soluble en agua con la formación de ácido acético, soluble en eter y cloroformo.
Toxicidad	Produce irritación y necrosis.

3.2 DESCRIPCION DEL PROCESO

Se cargan las materias primas (alcohol isoamílico y ácido acético) en el reactor en cantidades equimoleculares y un 0.027% en peso de ácido sulfúrico como catalizador.

A continuación se lleva el proceso a destilación atmosférica y utilizando la mirilla, se decanta el agua, la cual va a almacenarse a un tanque de destilados, y el acetato de isoamilo se regresa al reactor, de esa manera se desplaza el equilibrio de la reacción hacia la derecha, es decir, hacia la obtención de productos.

Una vez que han reaccionado las materias primas se procede a neutralizar el residuo de ácido acético que pudiese haber quedado sin reaccionar. La neutralización se efectúa con bicarbonato de sodio.

Posteriormente se procede a destilar el producto para aumentar su pureza. Se destila a presión atmosférica y se eliminan las cabezas hasta que la temperatura llegue a 142°C, (es importante que al momento de empezar a recolectar el producto, este ya no se vuelva turbio al mezclarlo con tolueno, ya que es un indicador muy eficiente de la posible presencia de trazas de agua).

Se termina de destilar el producto cuando la temperatura llega a los 150°C, ya que a mayor temperatura empiezan a destilarse ciertas impurezas que pueden dar una tonalidad amarillenta al producto y al mismo tiempo disminuir la pureza y por lo tanto la calidad del mismo.

IV. METODO DE CONTROL

4.1 CROMATOGRAFIA, GENERALIDADES.

La cromatografía fue empleada por primera vez en 1905 por N. Ramsey y la utilizó para separar mezclas de gases y vapores. En estos primeros experimentos se utilizaron adsorbentes sólidos como el carbón activado.

En el siguiente año M. Tswett obtuvo una separación colorida no muy definida de pigmentos vegetales en una columna cromatográfica y lo llamo "cromatografía" (literalmente escritura de color) lo cual dejó de ser válido debido a las aplicaciones actuales.

Siguiendo la sugerencia de A.J. Martin y de R.L. Synge en un estudio por el cual mas tarde les otorgaron el premio Nobel, A.T. James y A.J. Martin en 1952 introdujeron la cromatografía GAS-LIQUIDO.

La sensibilidad, velocidad, eficiencia, precisión y simplicidad de este método para la separación, identificación y determinación de compuestos volátiles ha experimentado un desarrollo muy grande. Actualmente existen mas de 18,000 referencias y crecen a razón de 1800 a 2000 por año. Se estima que actualmente en el mundo hay 60,000 cromatógrafos de gases en uso.

4.2 EL CROMATOGRÁFO DE GASES.

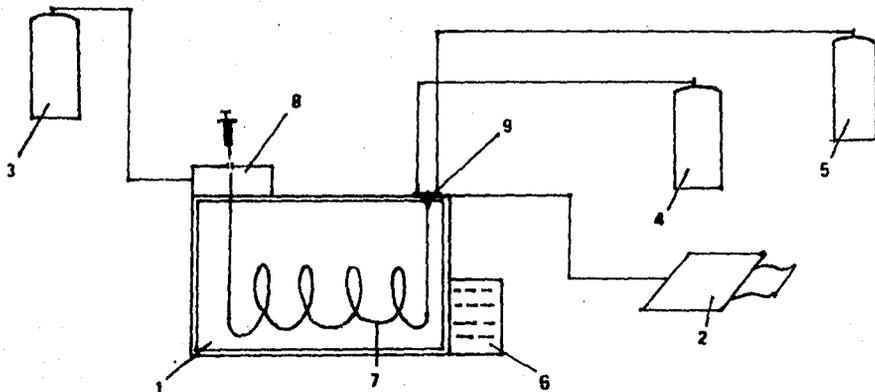


figura 3.1) Esquema de un sistema de cromatografía de gases.

- 1) Horno.
- 2) Integrador.
- 3) Tanque de gas acarreador.
- 4) Tanque de hidrógeno.
- 5) Tanque de aire.
- 6) Controles.
- 7) Columna de separación.
- 8) Puerto de inyección.
- 9) Detector de ionización de flama.

4.3 PROCESO DE ANALISIS EN UN CROMATOGRAFO DE GASES

En un sistema de cromatografía gas-liquido, los compuestos a separar son acarreados através de la columna por un gas inerte (gas acarreador).

La mezcla sufre una partición entre el gas acarreador y un solvente no volátil (fase estacionaria) que se encuentra soportada por un material inerte de tamaño regulado (soporte sólido).

El solvente retarda selectivamente el avance de los componentes de la mezcla de acuerdo a su coeficiente de distribución hasta que forman bandas separadas en el gas acarreador. Estas bandas de compuestos abandonan la columna y son registrados en función del tiempo por un detector.

4.4 VENTAJAS DE LA CROMATOGRAFIA DE GASES.

a) Velocidad:

- Los análisis se completan en minutos.
- Al utilizar gas como fase móvil permite un rápido equilibrio entre la fase móvil y la fase estacionaria por lo que permite una alta velocidad de gas acarreador.
- Se han reportado separaciones en segundos.

b) Resolución:

- La cromatografía de gases permite separar compuestos de características muy similares, siendo imposible hacerlo por otros metodos.

c) Análisis cualitativo:

- El tiempo de retención es el tiempo que transcurre entre la inyección y la punta del pico registrado. Esta propiedad es característica de la muestra y la fase liquida

a una temperatura determinada. Con un control adecuado de flujo y temperatura se puede utilizar el tiempo de retención para identificar cada compuesto con un mínimo porcentaje de error (menos del 1%). El tiempo de retención no se encuentra influenciado por la presencia de otros compuestos.

d) Análisis cuantitativo:

El área producida para cada pico es proporcional a la concentración del compuesto que lo originó. Esto se puede utilizar para determinar la concentración exacta de cada componente de la mezcla. La exactitud de la determinación depende de la técnica, detector, método de integración y concentración de la muestra. Si se efectúa con un integrador electrónico se obtienen errores de menos del 0.05 %.

e) Sensibilidad:

Una de las principales razones por las que la cromatografía de gases es muy utilizada, es por la sensibilidad que ofrece.

El detector de ionización de flama fácilmente detecta partes por millón. Al tener esta alta sensibilidad, surge otra ventaja: el pequeño tamaño de muestra requerida, se utilizan microlitros para un análisis completo.

f) Simplicidad:

Los cromatógrafos de gases son relativamente fáciles de operar y de entender. La interpretación de los resultados generalmente es rápida y precisa. El costo de los aparatos es relativamente bajo comparado con los resultados que se pueden obtener. Se puede adquirir una unidad para fines educativos por menos de 2000 dolares.

V. APLICACION DEL METODO PROPUESTO AL PROCESO.

5.1 ANALISIS CUALITATIVO Y PARAMETROS DENTRO DEL SISTEMA.

El análisis cualitativo por cromatografía en fase gaseosa plantea dos problemas principales:

El primero es de separación. Es necesario hacer aparecer en el cromatograma tantos picos como constituyentes tenga la mezcla, lo cual pone en cuestión la eficiencia de la columna. Puede requerir el paso por varias de ellas y suponer que ninguna influencia interior ò exterior hará desaparecer uno ò varios picos; además, es preciso separarlos cuanto más mejor, sobre todo si se desea proceder seguidamente a un análisis cuantitativo.

El segundo problema es el de la identificación de cada una de las sustancias representadas por un pico en el cromatograma. Puede ser muy difícil de resolver cuando se trata de una mezcla totalmente desconocida; se necesitan en este caso, análisis repetidos en distintas condiciones y a menudo el acoplamiento, ó el análisis realizado paralelamente con otros metodos fisicoquímicos ò puramente químicos e incluso con otras técnicas cromatográficas.

Afortunadamente, en este caso, se conocen perfectamente y en su totalidad los componentes de la mezcla. De esa manera y verificando sus características fisicoquímicas, se pudieron determinar: la columna, las temperaturas de operación, el detector necesario así como todos los parámetros dentro del sistema, de tal forma que después de una serie de análisis de prueba se pudieron determinar todas las características y parámetros óptimos del mismo para realizar las determinaciones lo mejor posible.

Las características óptimas del sistema para el análisis de estos compuestos son las siguientes:

C.G.	HP 5890A.
INTEGRADOR	HP 3392A.
COLUMNA	ACERO INOX. EMPACADA CON CARBOWAX 20M. SOPORTE CROMOSORB Q MALLA 100/120.
DETECTOR	IONIZACION DE FLAMA.
GAS ACARREADOR	NITROGENO.
TEMP. INICIAL	80°C.
TEMP. FINAL	150°C.
TIEMPO INICIAL	0.1 MIN.
TIEMPO FINAL	3.5 MIN.
RAZON	15°C/MIN.
TEMP. INYECTOR	190°C.
TEMP. DETECTOR	190°C.
TEMP. LIMITE	200°C. (protección para la columna).
TIEMPO EQUIB.	0.5 MIN.
FLUJO HIDROGENO	32.8 ML/MIN.
FLUJO NITROGENO	24.8 ML/MIN.
PRESION EN CABEZA DE COLUMNA	22 psi.
VOLUMEN DE INYECCION	0.5 µL.

PARAMETROS EN EL INTEGRADOR:

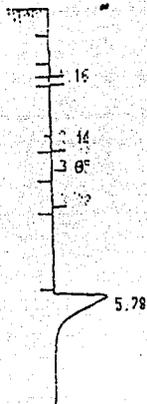
ZERO	5
ATENUACION	10
VELOC. CARTA	1.0
ANCHO PICO	0.04
THRSH	0
AR REJ	0

En un principio se procede a analizar cada compuesto de la mezcla por separado, utilizando sustancias puras, para determinar sus tiempos de retención respectivos (cromatogramas 1,2 y 3).

Después se realiza una mezcla de los componentes y se analiza, verificando que los picos se encuentren perfectamente separados y que sean simétricos (cromatograma 4).

Como se puede observar, el pico que representa al ácido acético no es simétrico. Esto se debe a que sus Características fisicoquímicas no son parecidas a las de los otros componentes y probablemente la fase estacionaria de la columna no sea la óptima, pero como se esta trabajando con una mezcla se tendra que trabajar el pico como se encuentra y como la integración del area de ese pico se efectua electrónicamente no representa mayor problema.

Siempre es de desear que los cromatogramas se encuentren formados por picos simétricos lo mas parecido posible a un triángulo isóseles para poder utilizar métodos geométricos en la determinación de su área. Desgraciadamente como se acaba de observar esto no ocurre siempre, pero si se determina electronicamente el error es mínimo, esto se puede observar mas claramente en el capítulo de análisis cuantitativo.



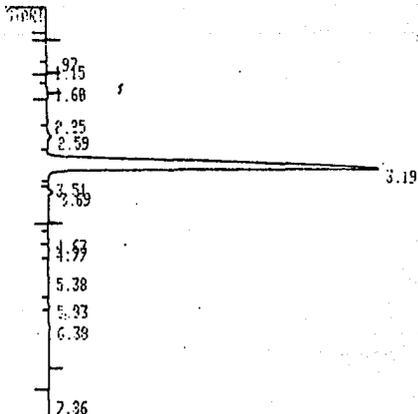
RUN # ;
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
1.16	1003	PB	0.063	0.004
2.44	2694	PV	0.063	0.010
2.63	906	VB	0.039	0.004
3.05	43381	PB	0.103	0.167
3.72	68596	PB	0.119	0.263
5.78	2.5796E+07	ISPH	0.369	99.550

TOTAL AREA= 2.5913E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 1

Determinación del tiempo de retención del ácido acético puro.



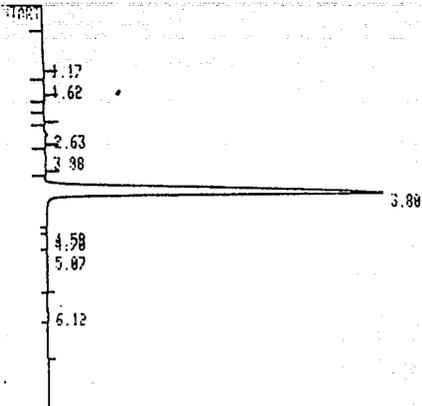
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
0.97	330	PP	0.063	4.9677E-04
1.15	4012	PB	0.065	0.006
1.60	1931	PB	0.078	0.003
2.25	46141	BV	0.126	0.070
2.59	611620	VH	0.140	0.921
3.19	6.4987E+07	SHE	0.148	97.838
3.51	6535	TBP	0.064	0.010
3.69	524850	TPB	0.089	0.798
4.63	10550	PV	0.129	0.016
4.77	10324	VV	0.170	0.016
5.38	33072	VV	0.441	0.050
5.93	12302	VV	0.162	0.019
6.38	174670	VB	0.275	0.263
7.86	5301	I BP	0.214	0.008

TOTAL AREA= 6.5429E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 2

Determinación del tiempo de retención del acetato de isoamilo puro.



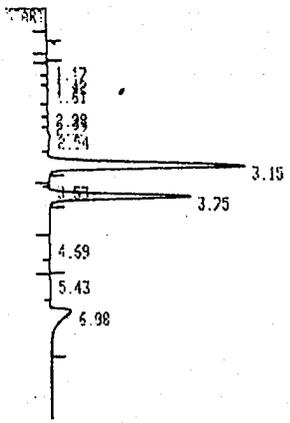
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	1.17	94	PB	0.015	1.4498E-04
	1.62	5140	PB	0.091	0.008
	2.63	248350	PB	0.093	0.383
	3.08	161200	PB	0.139	0.249
	3.88	6.4389E+07	ISBH	0.143	99.309
	4.59	3453	TBY	0.084	0.005
	4.70	11238	TVP	0.140	0.017
	5.07	6838	TPP	0.252	0.011
	6.12	11802	TPV	0.418	0.018

TOTAL AREA= 6.4838E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 3

Determinación del tiempo de retención del alcohol isoamílico puro.



RUN # ..
 WORKFILE ID: D
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	1.17	2244	BP	0.057	0.004
	1.42	555	PV	0.081	9.5531E-04
	1.61	3397	VP	0.114	0.006
	2.08	1083	PP	0.092	0.002
	2.27	14811	PV	0.091	0.026
	2.54	362580	VP	0.164	0.624
	3.15	3.0787E+07	PB	0.119	52.994
	3.53	481	PP	0.036	8.2794E-04
	3.75	2.0283E+07	PB	0.109	34.913
	4.69	9664	BV	0.238	0.017
	5.43	2393	BP	0.136	0.004
	6.08	6628700	PB	0.252	11.410

TOTAL AREA= 5.8096E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 4

Mezcla de los tres compuestos.

5.2 ANALISIS CUANTITATIVO

Para efectuar un análisis cuantitativo preciso es necesario utilizar un sistema de integración eficiente, en este caso como ya se ha mencionado se va a utilizar un integrador electrónico.

Aunque las áreas de los picos obtenidos sean proporcionales a la concentración de los compuestos que las originaron la respuesta del detector no es la misma para todos los componentes de la mezcla, por lo que se debe utilizar un método de interpretación de los cromatogramas.

En la tabla 5.1 se muestran los métodos mas utilizados en la interpretación de cromatogramas, incluyendo sus diferentes características de aplicación.

<u>METODOS</u>	<u>AREA%</u>	<u>NORM. INT.</u>	<u>E.E.</u>	<u>E.I.</u>
CARACTERISTICAS				
cantidades expresadas como %	SI	SI	NO	OPT.
cantidades expresadas en cualquier unidad de medida	NO	NO	SI	SI.
se requiere tabla de calibración	NO	SI	SI	SI.
se requiere un estandar interno	-	NO	NO	SI.
utiliza factores de respuesta para corregir la respuesta del detector	NO	SI	SI	SI.
deben de estar identificados los picos	NO	SI	SI	SI.
se necesita un control en el volumen de inyección	NO	NO	SI	NO.

Se escogió el método de normalización interna debido a las siguientes razones:

- 1) Se logran mejores resultados cuantitativos que al utilizar AREA% ò Estandar Externo.
- 2) En el Estandar Externo se necesita un control de volumen de inyección, lo cual se convierte en un factor de error.
- 3) Utilizando Normalización Interna ò Estandar Interno se pueden representar los compuestos en porcentaje lo cual es conveniente en este caso.
- 4) Si se utiliza Estandar Interno se obtienen muy buenos resultados, pero se tiene que agregar a cada muestra a inyectar un compuesto que no estaba presente inicialmente, en un momento dado esto puede resultar incómodo y convertirse en un factor de error dado el número de análisis que generalmente se efectúan.

Una vez escogido el método se procede a determinar los factores de respuesta de las materias primas y de los productos, y se elabora el estandar ò patrón para las determinaciones cuantitativas.

METODO DE NORMALIZACION INTERNA

- 1) Determinación de los factores de respuesta de los compuestos de acuerdo al cromatograma 4A.

	Peso conocido (%)	Area (cuentasx10E7)	Area (%)	Factor Respuesta (%peso/%area)
ACETATO	40.90	2.7107	47.20	0.8665
ALCOHOL	28.65	2.3339	40.64	0.7050
ACIDO	30.43	0.6075	12.14	2.5051

- 2) Se verificaron los factores de respuesta utilizando una mezcla conocida, cuyos compuestos fueron pesados en balanza analítica y utilizando el cromatograma 4B:

	Area (cuentasx10E7)	Factor de Respuesta	Peso del Producto	% Peso
ACETATO	2.5158	0.8665	$(2.5158 \times 0.8665) = 2.1799$	38.40
ALCOHOL	2.4368	0.7050	$(2.4368 \times 0.7050) = 1.7179$	30.26
ACIDO	0.7098	2.5051	$(0.7098 \times 2.5051) = 1.7781$	31.32

	% Peso	% Peso Determinado
ACETATO	38.21	38.40
ALCOHOL	30.21	30.26
ACIDO	31.56	31.32

Como se puede apreciar, los factores de respuesta determinados son correctos, ya que la diferencia en los decimales es mínima.

Un cálculo alternativo se logra con la siguiente fórmula:

$$m_1 \% = \frac{K_1 A_1}{K_1 A_1 + K_2 A_2 + K_3 A_3} \times 100 \quad *$$

Donde:

A_1, A_2 y A_3 = Las áreas respectivas de tres picos bien separados de una mezcla de tres componentes.

K_1, K_2 y K_3 = Son los coeficientes de proporcionalidad ó lo que es lo mismo los factores de respuesta de cada compuesto de la mezcla.

m_1 % = porcentaje del componente A_1 en la mezcla

m_2 % = porcentaje del componente A_2 en la mezcla

m_3 % = porcentaje del componente A_3 en la mezcla.

m_1 = ACETATO, m_2 = ALCOHOL, m_3 = ACIDO.

$$\%m_1 = \frac{(0.8665 \times 2.5158)}{(0.8665 \times 2.5158) + (0.7050 \times 2.4368) + (2.5051 \times 0.7098)} \times 100$$

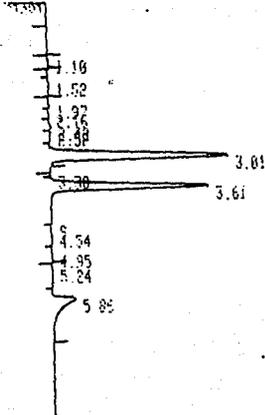
$$\%m_1 = \frac{2.1799}{2.1799 + 1.7179 + 1.7781} = \frac{2.1799}{5.6759} = 0.3841 \times 100 = 38.41\%$$

$$\%m_2 = \frac{(0.7050 \times 2.4368)}{5.6759} \times 100 = \frac{1.7179}{5.6759} \times 100 = 30.26\%$$

$$\%m_3 = \frac{(2.5051 \times 0.7098)}{5.6759} \times 100 = \frac{1.7781}{5.6759} \times 100 = 31.32\%$$

Como se puede apreciar, los resultados son semejantes a los obtenidos por el otro método.

* Jean Tranchant. 1972. Manual Práctico de Cromatografía en Fase Gaseosa. Barcelona España. Ed. Toray-Masson S.A.



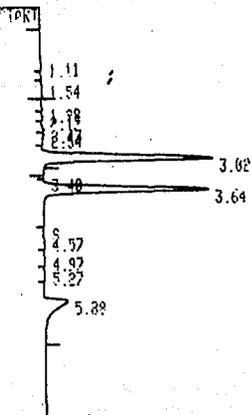
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	1.10	2186	PB	0.065	0.004
	1.52	3792	VB	0.103	0.007
	1.97	1232	PV	0.104	0.002
	2.16	13419	VV	0.091	0.023
	2.42	239540	VV	0.117	0.414
	2.52	110590	VP	0.085	0.191
	3.01	2.7197E+07	PB	0.116	46.895
	3.38	606	PH	0.040	0.001
	3.61	2.3339E+07	SHB	0.112	40.375
	4.54	9113	BP	0.227	0.016
	4.95	963	PB	0.116	0.002
	5.24	1049	BP	0.115	0.003
	5.86	6975000	PB	0.237	12.067

TOTAL AREA= 5.7804E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 4A

Mezcla con cantidades conocidas para utilizarla como
 estandar y verificar el factor de respuesta de cada
 producto.



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	1.11	1671	PP	0.057	0.003
	1.54	3630	VB	0.108	0.006
	1.98	1134	PP	0.103	0.002
	2.17	12272	PV	0.089	0.022
	2.43	217570	VV	0.114	0.382
	2.54	115910	VP	0.089	0.203
	3.02	2.5158E+07	PB	0.113	44.142
	3.40	628	PH	0.042	0.001
	3.64	2.4368E+07	SHB	0.113	42.756
	4.57	9835	BY	0.234	0.017
	4.97	3271	VV	0.216	0.006
	5.27	2216	VP	0.128	0.004
	5.88	7098900	PB	0.239	12.456

TOTAL AREA= 5.6993E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CHROMATOGRAM# 4B

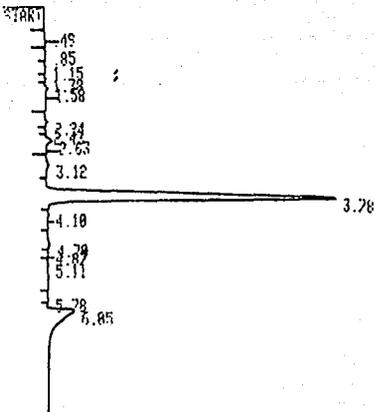
Mezcla conocida para verificar que el estándar fue
 hecho correctamente.

5.3 DESARROLLO DEL PROCESO

Se partió de cantidades equimoleculares de alcohol isoamílico y ácido acético (357.57 moles de cada uno), y se adiciona un pequeño porcentaje de ácido sulfúrico concentrado (0.13%) como catalizador.

Se cargan las materias primas y el catalizador en el reactor piloto y se procede a elevar la temperatura hasta que empiece a destilar (92°C).

Antes de empezar a calentar, se obtuvo un cromatograma de las materias primas en el reactor (cromatograma 4 C) el cual puede servir como base para futuros lotes para verificar que las proporciones de materia prima sean correctas, y también, evitar una posible confusión de las mismas.



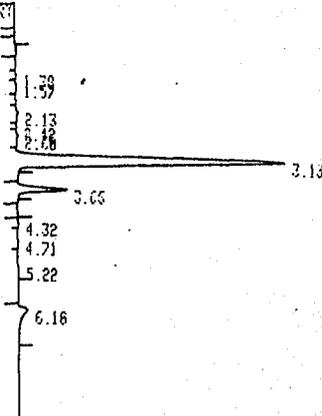
RUN #
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA	TYPE	AK/HT	AREA%
	0.49	592	PB	0.051	9.4739E-04
	0.85	2606	PV	0.088	0.004
	1.15	4017	VP	0.094	0.006
	1.38	3010	PP	0.063	0.006
	1.58	229400	PB	0.075	0.367
	2.24	127520	PV	0.085	0.204
	2.43	18178	VP	0.080	0.029
	2.63	710610	PB	0.094	1.137
	3.12	504770	PH	0.154	0.807
	3.78	5.00327017	ISHH	0.131	80.068
	4.10	104890	TBP	0.115	0.168
	4.70	116520	TPV	0.159	0.667
	4.87	74388	TPV	0.114	0.119
	5.11	106150	TPV	0.161	0.170
	5.78	4517	TPV	0.142	0.007
	6.85	1.0147E+07	ITVB	0.291	16.239

TOTAL AREA= 6.2407E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 4C

Comienzo del proceso, materias primas cargadas en el reactor, todavia no hay reaccion.



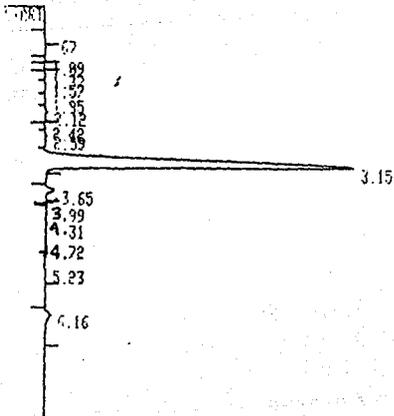
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
1.38	2339	PV	0.072	0.004
1.57	3698	VV	0.090	0.007
2.13	172550	PV	0.091	0.301
2.42	4926	VV	0.083	0.009
2.60	177410	VP	0.109	0.310
3.13	4.8152E+07	PB	0.136	84.021
3.66	6290900	PB	0.099	10.977
4.32	1760	BP	0.120	0.003
4.71	7535	PV	0.182	0.013
5.22	4894	VB	0.316	0.009
6.10	2491700	PB	0.206	4.348

TOTAL AREA= 5.7309E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 4D

Despues de media hora de destilación, se puede apreciar como ya se ha formado una gran cantidad de producto (pico con tiempo de retención de 3.13) pero todavia existe una cantidad significativa de materia prima que falta de reaccionar.



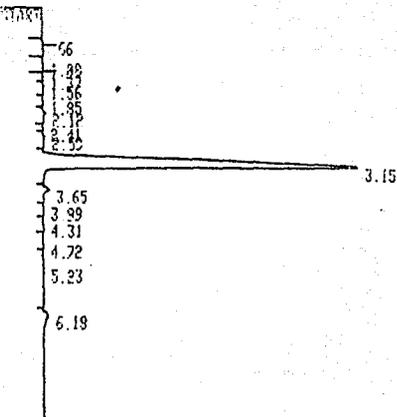
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.67	966	PB	0.037	0.002
	1.09	0	PB	0.000	0.000
	1.37	4253	PY	0.067	0.007
	1.57	5031	VV	0.084	0.008
	1.85	1135	VP	0.118	0.002
	2.12	233130	PB	0.089	0.380
	2.42	6126	BV	0.080	0.010
	2.59	181600	VP	0.109	0.296
	3.15	5.0416E+07	PB	0.144	95.279
	3.65	1105300	BB	0.098	1.803
	3.99	5724	BP	0.074	0.009
	4.31	4291	PP	0.135	0.007
	4.72	3470	PY	0.166	0.006
	5.23	5739	VB	0.210	0.009
	6.16	1337000	PB	0.194	2.102

TOTAL AREA= 5.1310E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 4E

A los 60 minutos de destilación, se puede apreciar como avanzó la reacción un poco más, ya que se forma más cantidad de producto. Pero siguen existiendo pequeñas cantidades de materia prima aún sin reaccionar.



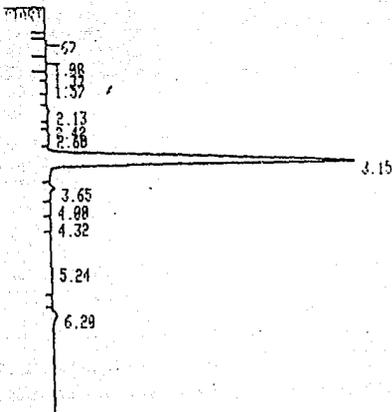
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.66	678	PB	0.047	0.001
	1.02	850	PB	0.120	0.001
	1.37	3867	PV	0.075	0.006
	1.56	5345	VV	0.101	0.008
	1.85	2555	VV	0.171	0.004
	2.12	232150	VV	0.096	0.365
	2.41	9874	VV	0.101	0.016
	2.59	186500	VH	0.119	0.294
	3.15	6.1103E+07	ISHH	0.140	96.105
	3.65	723900	TBP	0.097	1.138
	3.99	6503	TPP	0.029	0.010
	4.31	4901	TPP	0.135	0.008
	4.72	3537	TPV	0.104	0.006
	5.23	26193	TVV	0.407	0.041
	6.18	1269700	ITVR	0.207	1.997

TOTAL AREA: 7580E+07
 MUL FACTOR: 000E+00

CROMATOGRAMA# 4F

Transcurridos 90 minutos de reacción, se puede apreciar que todavía se alcanzó a formar un poco más de producto en los últimos treinta minutos de reacción, aunque se puede apreciar que ya la reacción avanza muy lentamente.



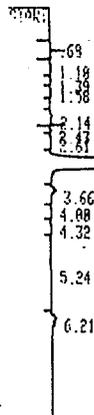
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
0.67	1739	BB	0.046	0.003	
1.08	102	PB	0.032	1.6468E-04	
1.37	3525	PV	0.074	0.006	
1.57	4148	VV	0.101	0.007	
2.13	206100	VV	0.094	0.333	
2.42	9277	VV	0.101	0.015	
2.60	167420	VH	0.116	0.270	
3.15	5.9867E+07	ISHH	0.147	96.653	
3.65	524320	TBP	0.096	0.247	
4.00	5893	TPP	0.076	0.010	
4.32	5169	TPP	0.136	0.008	
5.24	22789	TPV	0.391	0.037	
6.20	1122700	ITVB	0.207	1.813	

TOTAL 44ML+07
 MUL F: 0000E+00

CROMATOGRAMA# 4G

Transcurridos 120 y 150 minutos, se puede apreciar que prácticamente la reacción ya no avanza, es decir que en la última hora ya no se forma producto (cromatogramas 4G y 4H). Se puede decir que se establece un equilibrio, en estos momentos el producto no tiene la pureza necesaria requerida por la Norma.



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA	TYPE	AK/HT	AREA%
	0.68	771	PB	0.042	0.001
	1.10	2720	PV	0.139	0.005
	1.39	4429	VV	0.095	0.002
	1.58	3144	VV	0.094	0.006
	2.14	167970	PB	0.089	0.315
	2.43	4739	BV	0.081	0.009
	2.61	135600	YH	0.109	0.254
	3.15	5.1581E+07	ISHH	0.140	96.500
	3.66	516750	TBP	0.098	0.968
	4.00	2000	TPP	0.037	0.004
	4.32	3812	TPP	0.128	0.007
	5.24	16516	TPP	0.360	0.031
	6.21	963940	ITPB	0.208	1.005

TOTAL AREA= 5.3403E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 4H

Como se puede apreciar, el producto se forma en su mayoría pasada la primera hora en destilación. Después se establece un equilibrio entre el producto presente y las pequeñas cantidades de materia prima presente, y aunque se continúe el proceso de destilación, ya no hay formación de producto.

Una posible solución sería destilar el producto y eliminar cabezas y colas, pero desgraciadamente el acetato de isoamilo y el alcohol isoamílico tienen prácticamente el mismo punto de ebullición por lo que destilan a la misma temperatura ocasionando una disminución de pureza del producto final y en un momento dado puede quedar fuera de especificaciones.

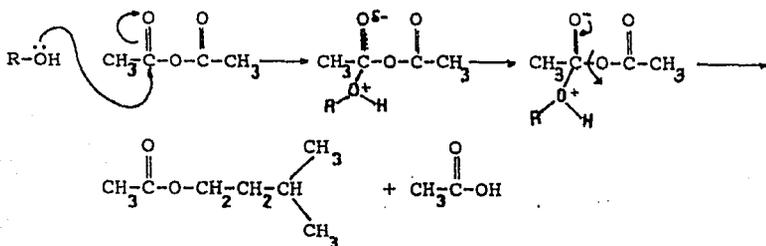
Como alternativa se probó agregar un exceso de alguno de los reactivos, en este caso ácido acético, para tratar de desplazar el equilibrio de la reacción hacia los productos, pero se verificó que esta no avanzaba.

No se puede extraer con ningún solvente porque ambos compuestos son solubles en los mismos.

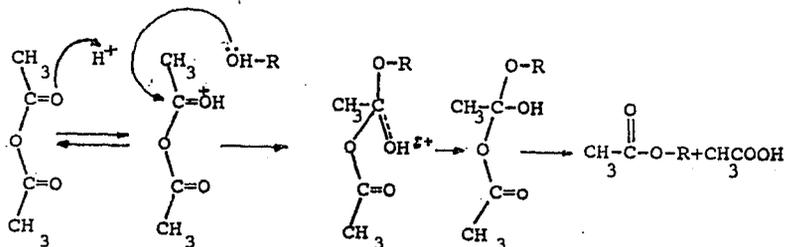
Se adicionó un poco más de catalizador y se continuó el proceso, pero se verificó que no avanzaba la reacción y después de cierto tiempo empieza una hidrólisis del éster con las pequeñas cantidades de agua presente, hacia la formación de reactivos, hasta que se establece un equilibrio.

Verificando én la literatura* la reactividad de los anhídridos de ácidos carboxílicos para formar ésteres, se pudo observar que estos sufren sustitución nucleofílica donde se reemplaza -OOCR por algun otro grupo básico, y en estos casos la sustitución resulta mas rápida que la de un carbono saturado de acuerdo al siguiente macanismo de reacción:

sustitución nucleofílica del acilo



Como se tiene un medio ácido, se une H^+ al oxígeno carbonílico por lo que el grupo carbonilo queda aún mas propenso al ataque nucleofílico, puesto que el oxígeno puede adquirir electrones sin aceptar una carga negativa (sustitución nucleofílica del acilo catalizada por ácidos):



*R.Morrison y R. Boyd.1985.Quimica Orgánica.Cuarta edición
México D.F. Fondo Educativo Interamericano.

Se decidió agregar una pequeña cantidad de anhídrido acético* para observar si reaccionaba con la traza de alcohol isoamílico libre, y se obtuvo un cromatograma despues de 15 minutos de haberlo agregado (cromatograma 4I).

* La cantidad de anhídrido agregada se calculó en base a la cantidad presente de alcohol, la cual se obtuvo con la ayuda del cromatograma 4H, como se muestra a continuación:

Cálculo para obtener la cantidad de anhídrido necesaria, en base al cromatograma 4H.

	AREA CUENTAS	F.R.	PESO	%
ACETATO	5.1581	0.8665	4.4695	94.15
ALCOHOL	0.0516	0.7050	0.0364	0.76
ACIDO	0.0963	2.5051	0.2412	5.08

AGREGADO - DECANTADO = CANTIDAD PRESENTE EN EL REACTOR

52.42kg - 6.74kg = 46.18 kg (de los cuales un 0.76% es de alcohol).

$$\begin{array}{r} 46.18 \text{ kg} \text{ ----- } 100 \% \\ X \text{ ----- } 0.76 \% \end{array}$$

X=0.35 kg de alcohol.

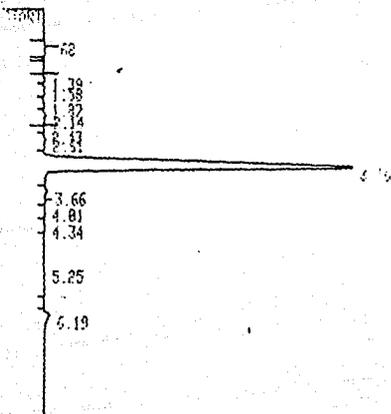


3.9705 moles de alcohol requieren 3.9705 moles de anhídrido es decir 405.34g de anhídrido.

Como no se puede pesar lo que queda en el reactor, se pesa el agua destilada y decantada, y se resta del peso inicial de materia prima en el reactor.

Lo que aparece como decantado se refiere al agua decantada aunque se pudo apreciar que esta arrastra una pequeña cantidad de ácido acético ya que el agua teórica que se debía destilar eran 6.43 kg.

Al efectuar el proceso a escala industrial, si por alguna razón no se puede pesar el agua, es recomendable efectuar aproximaciones con pequeñas cantidades de anhídrido hasta hacer reaccionar todo el alcohol libre, y si llegara a existir un exceso de anhídrido, esto no es problema ya que al final se lava como ácido acético.



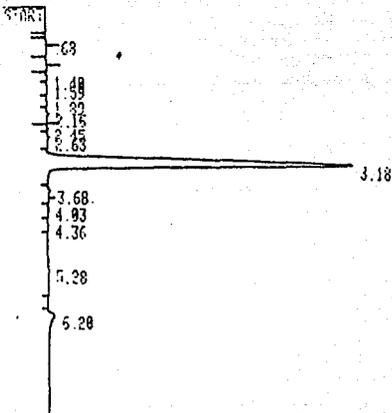
UN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
0.68	712	BB	0.032	0.001
1.39	3472	PV	0.067	0.006
1.58	3446	VP	0.083	0.006
1.87	779	VP	0.189	0.001
2.14	210610	PB	0.089	0.343
2.43	6280	BV	0.082	0.010
2.61	160610	VH	0.109	0.262
3.16	5.9199E+07	ISHH	0.146	96.521
3.66	349080	TBF	0.096	0.555
4.01	6163	TVP	0.083	0.010
4.34	4817	TPP	0.131	0.004
5.25	19467	TPV	0.344	0.032
6.19	1377100	ITVB	0.208	2.245

TOTAL AREA= 5.1332E+07
 AUL FACTOR= 1.0000E+00

CHROMATOGRAMA# 4I

Transcurridos 15 minutos a partir de que se agregó el anhídrido se puede apreciar como sí reacciona con el alcohol libre, ya que el pico de éste disminuyó y el pico del ácido acético aumentó.



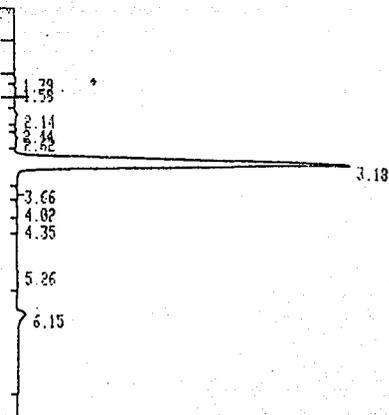
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
0.68	875	PE	0.037	0.002
1.40	3952	PV	0.068	0.007
1.59	3574	VV	0.082	0.006
1.89	856	VP	0.117	0.001
2.16	205130	PB	0.089	0.340
2.45	6655	BV	0.082	0.011
2.63	151800	VH	0.109	0.252
3.18	5.7990E+07	ISHH	0.144	96.101
3.68	239760	TBF	0.095	0.397
4.03	6114	TPV	0.087	0.010
4.36	4821	TPV	0.131	0.008
5.28	21544	TVV	0.343	0.036
6.20	1707500	ITVB	0.210	2.830

TOTAL AREA= 6.0342E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 4J

Después de 25 minutos de que se agregó el anhídrido se puede observar como éste continua reaccionando ya que el pico del alcohol continua disminuyendo y el del ácido acético aumentando.



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	1.39	2212	PV	0.070	0.003
	1.52	851	VB	0.083	0.001
	2.14	206240	VV	0.092	0.300
	2.44	8838	VV	0.098	0.013
	2.62	163280	VH	0.114	0.237
	3.18	6.6092E+07	ISHH	0.150	96.025
	3.66	16373	TBP	0.087	0.024
	4.02	13291	TPP	0.122	0.019
	4.35	6222	TPY	0.136	0.009
	5.26	20857	TVV	0.299	0.030
	6.15	2297900	TVV	0.215	3.339

TOTAL AREA= 6.6820E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 4K

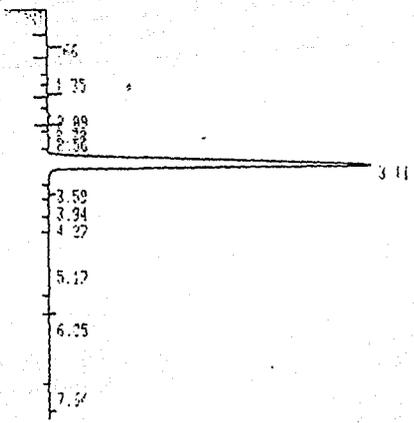
Transcurridos 35 minutos a partir de que se agregó el anhídrido se puede observar que el pico del alcohol casi ha desaparecido. En este momento se puede proceder a neutralizar el ácido acético.

Se calcula la cantidad de carbonato de sodio necesaria para neutralizar el ácido acético en base al cromatograma 4K y a la siguiente reacción:



En la reacción se produce ácido carbónico el cual se descompone en agua y dióxido de carbono.

A continuación se agrega el carbonato de sodio, y 30 minutos después se puede apreciar como el ácido acético ha sido neutralizado casi en su totalidad (cromatograma 4L).



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.66	1589	PB	0.036	0.002
	1.35	3119	PV	0.066	0.005
	2.09	198090	PB	0.089	0.312
	2.38	7169	BV	0.082	0.011
	2.56	146170	VH	0.109	0.230
	3.11	6.2863E+07	ISHH	0.148	99.074
	3.59	17456	TBP	0.066	0.008
	3.94	13513	TPP	0.120	0.021
	4.27	7138	TPV	0.149	0.011
	5.17	51020	TVV	0.468	0.000
	6.25	136730	TVV	0.289	0.216
	7.64	5379	TVV	0.296	0.009

TOTAL AREA= 5.3450E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00
 CROMATOGRAMA# 4L

Se agrega el carbonato de sodio y 15 minutos después se puede apreciar como el ácido acético ha sido neutralizado.

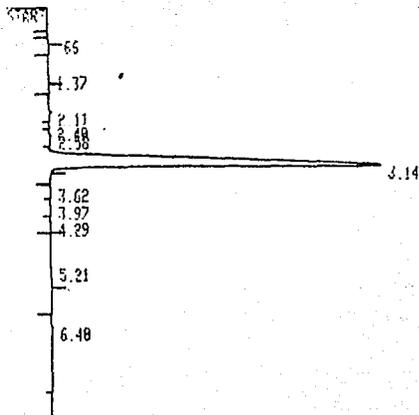
Una vez neutralizado el ácido acético se procede a destilar el producto para aumentar su pureza. El corazón de la destilación es la fracción que destila entre 123 y 145 C, teniendo cuidado que ya no existan trazas de agua, es decir, que esta haya sido destilada en las cabezas.

Teóricamente pasando de 92°C no debe de existir agua, pero existen pequeñas cantidades atrapadas que pueden destilar a 95°C ó mas, por lo que se efectua la prueba de compatibilidad con tolueno que consiste en agregar unas gotas al destilado, si éste se torna turbio indica la presencia de trazas de agua y se considera como cabeza de destilación.

En el momento que al agregar el tolueno ya no torne turbio el destilado, entonces se separan las cabezas.

Estas llevan el agua que a su vez arrastra ciertas impurezas solubles y como a esa temperatura se destilan las impurezas volátiles el análisis lógicamente nos indica que las cabezas tienen una pureza inferior al 99%.

Se continúa destilando el corazón hasta llegar a una temperatura de aproximadamente 145°C, despues de esa temperatura nos queda una mezcla de color amarillento que no conviene destilar ya que podría dar cierta tonalidad amarillenta a nuestro producto, y por lo tanto disminuir su calidad.



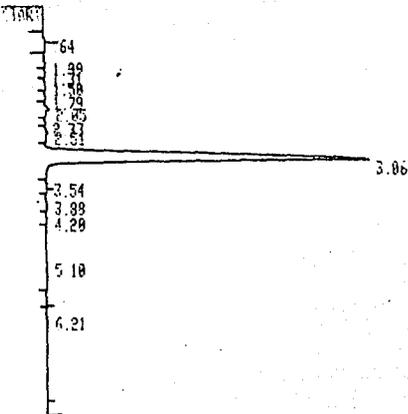
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA	TYPE	AK/HT	AREA%
	0.65	1057	BB	0.039	0.002
	1.37	417	PB	0.057	6.3235E-04
	2.11	168630	PY	0.090	0.256
	2.40	6293	VV	0.083	0.010
	2.58	142960	VP	0.110	0.217
	3.14	6.5575E+07	PB	0.150	99.439
	3.62	9537	BP	0.060	0.015
	3.97	9739	PP	0.120	0.015
	4.29	4962	PB	0.125	0.008
	5.21	10983	PB	0.350	0.017
	6.40	15605	BY	0.429	0.024

TOTAL AREA= 6.5945E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 4M

En este cromatograma se puede apreciar la pureza del producto en el corazón del destilado.



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.64	4132	PB	0.036	0.007
	1.09	1814	BY	0.104	0.003
	1.31	11664	VV	0.070	0.018
	1.50	3777	VV	0.170	0.006
	1.79	4648	VV	0.153	0.007
	2.05	405800	VV	0.089	0.639
	2.33	38296	VV	0.093	0.060
	2.51	246910	VH	0.111	0.389
	3.06	6.2651E+07	SHB	0.147	98.633
	3.54	22194	TBP	0.085	0.035
	3.88	5458	TPP	0.116	0.009
	4.20	4201	TPV	0.133	0.007
	5.10	43437	TVV	0.655	0.068
	6.21	75751	TVV	0.666	0.119

TOTAL AREA= 6.3519E+07

MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 4N

En este cromatograma se puede apreciar como las cabezas del destilado tienen una pureza inferior al 99%.

5.4 RESULTADOS

Con el cromatograma del producto en sí, utilizamos el estandar para ver exactamente las cantidades y la pureza de nuestro producto y obtenemos:

	CUENTAS	F.R.	PESO	%
ACETATO	6.5575x10 ⁷	0.8665	56,820,737	99.91
ALCOHOL	9537	0.7050	6,723	0.01
ACIDO	15605	2.5051	39,092	0.02

ACETATO:

56,866,553 ----- 100%
 56,820,737 ----- X

X= 99.91 %

ALCOHOL:

6,723 ----- X

X= 0.01 %

ACIDO:

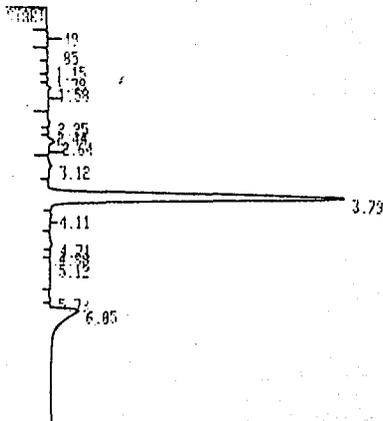
15,605 ----- X

X= 0.02 %

Como se puede apreciar, se obtiene un producto con una pureza superior a 99%, de manera que se encuentra en el rango permitido por la norma.

**VI. REPETICION DEL PROCESO
CON CONTROL ESTABLECIDO**

Una vez que han sido determinados los tiempos de cada etapa del proceso, se procede a repetirlo con el control establecido.

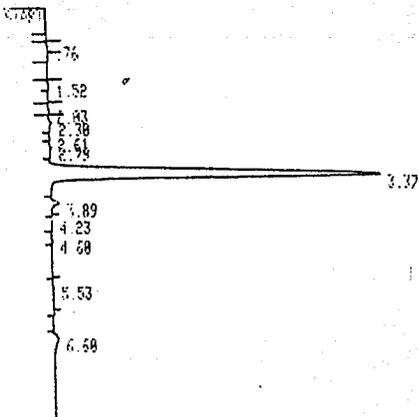


RUN #
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AK/HT	AREA%
0.49	629	PB	0.055	9.6832E-04
0.85	2726	PV	0.091	0.004
1.15	4005	VP	0.099	0.006
1.39	3854	PP	0.064	0.006
1.58	235260	PB	0.076	0.362
2.25	131200	PV	0.086	0.202
2.44	18497	VP	0.088	0.029
2.64	732300	PB	0.095	1.127
3.12	524140	PH	0.157	0.807
3.79	5.1585E+07	ISHH	0.133	80.028
4.11	107460	TBB	0.115	0.165
4.71	404740	TBV	0.155	0.623
4.88	61391	TVV	0.109	0.095
5.12	101890	TVP	0.152	0.157
5.79	7141	TPV	0.157	0.011
6.05	1.0639E+07	ITVB	0.296	16.377

TOTAL AREA= 5.4958E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00
 CROMATOGRAMA# 6A

Materias primas cargadas en el reactor, todavía no comienza la reacción.



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AK/HT	AREA%
0.76	0.76	549	BB	0.042	8.1802E-04
1.52	1.52	2971	PP	0.072	0.004
2.03	2.03	545	PB	0.104	8.1206E-04
2.30	2.30	210450	BV	0.098	0.314
2.61	2.61	10581	VV	0.107	0.028
2.79	2.79	164950	VH	0.124	0.246
3.37	3.37	6.4370E+07	ISHH	0.148	95.913
3.89	3.89	1004100	TBP	0.106	1.496
4.23	4.23	5234	TVP	0.089	0.008
4.60	4.60	9811	TPV	0.166	0.015
5.53	5.53	5860	TPV	0.169	0.009
6.60	6.60	1320000	ITPS	0.231	1.967

TOTAL AREA= 6.7113E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 6B

Punto de máximo avance de reacción, momento de agregar el anhídrido.

Cálculo de la cantidad de anhídrido necesaria:

	AREA CUENTAS (x10E7)	FACTOR RESPUESTA	PESO	%
ACETATO	6.4370	0.8665	5.5777	93.28
ALCOHOL	0.1004	0.7050	0.0708	1.18
ACIDO	0.1320	2.5051	0.3307	5.53

agregado-decantado=cantidad presente en reactor

54.06kg.-7.21kg. =46.85kg. de los cuales un 1.18%
es alcohol.

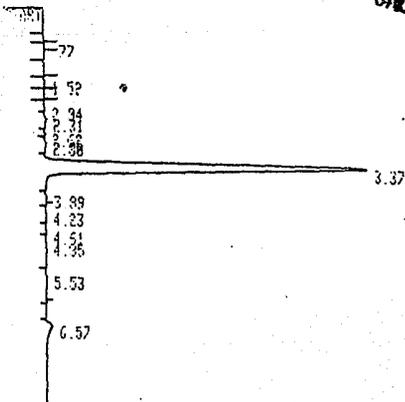
$$46.85 \text{ ——— } 100\%$$

$$X \text{ ——— } 1.18\%$$

$$X=0.5528\text{kg} = 552.8 \text{ g.}$$

Es decir 6.2711 moles de alcohol requieren 6.2711
moles de anhídrido.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA



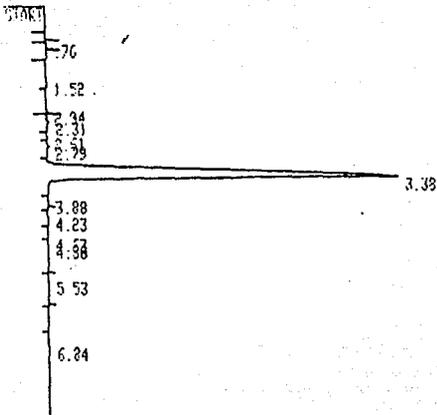
RUN 4
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.77	865	BB	0.040	0.001
	1.52	2973	PB	0.072	0.004
	2.04	1510	BY	0.154	0.002
	2.31	184940	VV	0.099	0.276
	2.62	18339	VV	0.111	0.027
	2.88	150640	VH	0.129	0.225
	3.37	6.4849E+07	ISHH	0.149	96.648
	3.89	40284	TBP	0.099	0.060
	4.23	15404	TPP	0.129	0.023
	4.61	10953	TPV	0.143	0.016
	4.85	36441	TVV	0.306	0.054
	5.53	11949	TVV	0.174	0.018
	6.57	1724900	ITPB	0.233	2.645

TOTAL AREA= 6.70998E+07
MUL FACTOR= 1.00000E+00

CROMATOGRAMA# 6C

Desaparición del pico correspondiente al alcohol, se puede proceder a neutralizar el ácido.



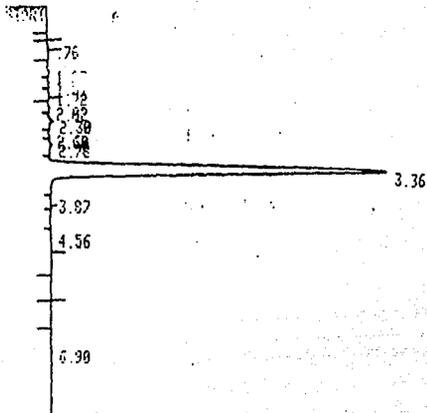
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
0.76	906	BB	0.040	0.001
1.52	2308	PP	0.073	0.003
2.04	71	PB	0.019	1.0004E-04
2.31	217418	BY	0.099	0.306
2.61	18337	VV	0.112	0.026
2.79	171400	VH	0.126	0.242
3.38	7.0440E+07	ISHH	0.152	99.248
3.88	19381	TBP	0.094	0.027
4.23	13767	TPP	0.132	0.019
4.63	14428	TPV	0.143	0.020
4.80	33730	TVP	0.273	0.048
5.53	8682	TPP	0.168	0.012
6.84	33573	ITPB	0.452	0.047

TOTAL AREA= 7.0974E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 6D

Acido acético neutralizado.



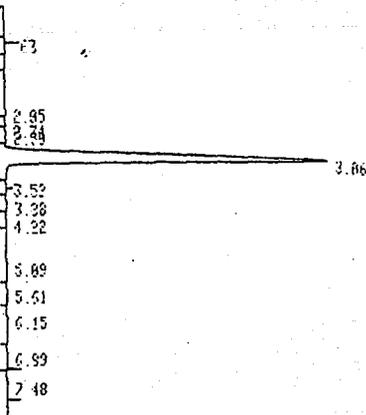
RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AK/HT	AREA%
	0.76	3833	PB	0.042	0.006
	1.27	1054	PP	0.086	0.002
	1.51	9883	PP	0.071	0.015
	1.72	537	PB	0.071	8.0882E-04
	2.02	2031	BY	0.118	0.003
	2.30	396590	VV	0.097	0.597
	2.60	36035	VY	0.099	0.054
	2.78	241300	VH	0.120	0.363
	3.36	6.5600E+07	SHB	0.148	98.885
	3.87	23143	TBP	0.095	0.035
	4.56	2890	TPB	0.116	0.004
	6.90	75867	I BH	0.951	0.114

TOTAL AREA= 6.6393E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA # 6E

En este cromatograma se pueden apreciar las primeras fracciones del destilado.



RUN #
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
0.63	369	PE	0.033	5.9479E-04
2.05	76380	BY	0.132	0.123
2.34	22634	VV	0.169	0.037
2.50	99670	VH	0.145	0.161
3.06	6.1045E+07	SHB	0.146	99.366
3.52	15341	TBP	0.083	0.025
3.88	28969	TPP	0.118	0.047
4.22	12061	TPV	0.152	0.019
5.09	51892	TVV	0.235	0.084
5.61	18413	TVV	0.345	0.030
6.15	56496	TVV	0.280	0.091
6.89	4865	TVB	0.254	0.008
7.48	6452	PE	0.197	0.010

TOTAL AREA= 6.2038E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

CROMATOGRAMA# 6F

En este cromatograma se puede apreciar la parte media del destilado.

PUREZA DEL PRODUCTO

	Cuentas	F.R.	Peso(g)	% Peso
ACETATO	6.1645E7	0.8665	53,415,392	99.71
ALCOHOL	15,341	0.7050	10,815	0.02
ACIDO	56,496	2.5051	141,528	0.26

53,576,735 → 100%

53,415,392 → X

$$X = 99.71\%$$

El producto contiene 99.71% de ACETATO DE ISOAMILO.

6.1 RESULTADOS Y COMENTARIOS

-) Se obtuvo un producto con la pureza necesaria para que pueda ser utilizado en la industria de alimentos.

-) Se pudo apreciar como los anhídridos son capaces de reaccionar con los alcoholes para formar esterés.

-) Si en lugar de agregar el anhídrido, se hubiera partido de una reacción con un exceso de reactivo, en este caso ácido acético, la cantidad final de alcohol libre tarda mucho en reaccionar (mas de 6 horas) y no reacciona en su totalidad por lo que probablemente se requieran de hasta días para que reaccione totalmente, haciendo que el proceso sea poco práctico, aparte de que se aumenta el costo por la materia prima en exceso y el tiempo que tiene que reaccionar dentro del reactor.

-) El pico del alcohol no desapareció totalmente debido a que se agregó la cantidad estequiométrica de anhídrido para que reaccionara con el alcohol y debido a que existían algunas trazas de agua, éstas pudieron reaccionar con una pequeña cantidad de anhídrido para formar ácido acético por lo que es conveniente agregar un ligero exceso de anhídrido y al final eliminarlo como ácido acético.

VII. CONCLUSIONES

-) Se puede apreciar como se puede verificar el desarrollo de una reacción en la que intervienen productos y reactivos volátiles utilizando la cromatografía de gases.

-) El tiempo de cada análisis fue de aproximadamente 8 minutos, lo que nos permite hacer modificaciones al proceso, es decir, se obtienen resultados en muy poco tiempo.

-) En la fabricación de ésteres, es mas práctico y resulta en una disminución de costos partir de cantidades estequiométricas de reactivos y eliminar uno de los productos conforme se va obteniendo (en la mayoría de los casos agua y si es que la reacción lo permite) y finalizar la reacción con la adición del anhídrido correspondiente, siempre y cuando la reacción lo permita y se llegue a la conclusión de que es el mejor método que se puede aplicar.

-) Se puede apreciar de una manera directa el resultado del mecanismo de reacción del ataque nucleofílico entre el alcohol isoamílico y el ácido acético así como el que ocurre entre el anhídrido acético y el alcohol isoamílico. También el proceso de neutralización del ácido acético.

-) Utilizando anhídrido al final de la reacción, se obtuvo un rendimiento de 96% sin agregar al principio un exceso de alguno de los reactivos.

Aún con un exceso de ácido acético hubiera sido imposible obtener un rendimiento cuantitativo (96%) bajo las condiciones utilizadas.

VIII. BIBLIOGRAFIA

1. Keulemans, A.I.M., 1957. Gas Chromatography. New York: Reinhold Publication Corp.
2. John W. Lehman. 1981. Operational Organic Chemistry. Boston MA. Allyn and Bacon Inc.
3. Kirk-Othmer. 1978. Concise Encyclopedia of Chemical Technology. New York. John Wiley & Sons.
4. Clifton E. Melan, Robert M. Kiser. 1973. Problemas y Experimentos en Analisis Instrumental. México D.F. Ed. Reverté.
5. Jean Tranchant. 1972. Manual Practico de Cromatografia en Fase Gaseosa. Barcelona, España. Toray-Masson S.A.
6. L.S. Ettre. 1973. Practical Gas Chromatography. Norwalk CT. Perkin Elmer Corp.
7. R.L. Grob. 1977. Modern Practice of Gas Chromatography. New York. John Wiley & Sons.
8. R. Morrison, R. Boyd. 1985. Quimica Organica. México D.F. Fondo Educativo Interamericano. Versión en español de la obra: Organic Chemistry, fourth edition.
9. H.M. McNair, E.J. Bonelli. 1969. Basic Gas Chromatography. Palo Alto, CA. Varian Aerograph.

10. F.W. Rowland. 1973. The Practice of Gas Chromatography. Avondale PA. Hewlett-Packard, Avondale Division.