



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

ARRANQUE DE UNA PLANTA DE
DIPIRONA SODICA.

283

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A :
JOSE MACIAS LUNA



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

CLAS. Vesil
ADQ. 1970
FECHA 1970
PROC. M-1

275



QUIMICA

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA.

PRESIDENTE:	MANUEL LABASTIDA PEREZ
VOCAL:	CARLOS DOORMAN MONTERO
SECRETARIO:	RUDI P. STIVALET CORRAL
1er SUPLENTE:	ROBERTO ANDRADE CRUZ
2o. SUPLENTE:	FIDEL FIGUEROA MARTINEZ.

Sitio donde se desarrolló el tema:	QUIMICA HOECHST
Nombre completo del sustentante:	JOSE MACIAS LUNA
Nombre completo del asesor del tema:	CARLOS DOORMAN M.
Nombre completo del supervisor técnico:	GUILLERMO DOMINGUEZ.

A mis tíos:

Rodolfo Rodríguez R.

y

Amparo Macías A.

A la memoria de mi abuelo q.e.p.d.

Ecliserio Macías G.

A mis maestros,

Asesores y Sinodales
mi más sincero agradeci
cimiento.

C O N T E N I D O

CAPITULO I

DESCRIPCION GENERAL SOBRE DISEÑO Y CONSTRUCCION.

- 1.1 El Ingeniero Químico en la Industria
- 1.2 Proyección y Diseño de Plantas Químicas
- 1.3 Bases para el Diseño de una Planta Química
- 1.4 Plan de ataque para la construcción de la Planta
- 1.5 Especificaciones para el Diseño de una Planta
- 1.6 Bases para un buen Diseño
- 1.7 Especificaciones para el Diseño de Equipo
- 1.8 Selección del equipo en Proceso
- 1.9 Equipo Standar
- 1.10 Equipo Especial
- 1.11 Especificaciones para la selección de Equipo

CAPITULO II

SELECCION DE EQUIPO

- 2.1 Características del Equipo Utilizado.
- 2.2 Sistemas de energías
- 2.3 Selección de Caldera para el Suministro de Vapor
- 2.4 Selección de Compresoras para el Sistema de Vapor
- 2.5 Suministro de Energía Cinética por medio de Bombas
- 2.6 Suministro de Energía Eléctrica controlada por medio -
de una Subestación Eléctrica.

CAPITULO III

PRUEBAS DE ARRANQUE Y PROCESO

Introducción

- 3.1 Generalidades sobre Arranque de Plantas
- 3.2 Pruebas del Proceso en el Laboratorio
- 3.3 Precauciones necesarias del Proceso

- 3.4 Toma de la Muestra
- 3.5 Determinaciones Analíticas de la Muestra
- 3.6 Pruebas del Equipo
- 3.7 Pruebas del Sistema Eléctrico
- 3.8 Pruebas de Arranque
- 3.9 Arranque del Proceso
- 3.10 Proceso de DIPIRONA en su fase de CRUDA I
- 3.11 Proceso de DIPIRONA en su fase de CRUDA II
- 3.12 Proceso de DIPIRONA en su fase de PURA
- 3.13 Hojas de Proceso tipo para la DIPIRONA en cada una de sus fases (CRUDA I, CRUDA II, y PURA)

CAPITULO IV

- 4.1 Definiciones y Especificaciones de Control de Calidad
- 4.2 Aspectos sobre Grado y Fidelidad de un Producto
- 4.3 Definición de Control de Calidad
- 4.4 Ingeniería de Calidad

- 4.5 Ingeniería de Control de Procesos
- 4.6 Ingeniería de Equipo de Medición
- 4.7 Aseguramiento de la Calidad
- 4.8 Significado de Control de Calidad
- 4.9 Costos de Calidad
- 4.10 Control de Calidad
- 4.11 Análisis de Materia Prima
- 4.12 Control y Análisis Durante el Proceso
- 4.13 Control de Calidad del Producto Final

CAPITULO V

ANALISIS DE RESULTADOS

- 5.1. Puntos de Vista sobre el Arranque de una Planta
 - 5.2 Análisis sobre las partes que forman el Equipo
 - 5.3 Conveniencia de las Pruebas en Blanco
- 6.- CONCLUSIONES

7.- BIBLIOGRAFIA

8.- BIBLIOGRAFIA ADICIONAL SUGERIDA

9.- INDICE GENERAL

P R O L O G O

Hay ocasiones en la vida de los seres en que se torna difícil, pero siempre hay una mano amiga que se extiende para ayudarnos y no falta un consejo sabio que nos conduce a seguir subiendo enamorados de nuestra ciencia, - esa larga cuesta que nos proyecta a la sabiduría, y a la quietud transparente de la serenidad.

Lo anterior lo digo en base a la gran ayuda y orientación que recibí de parte de mis asesores y sinodales quienes me ubicaron adecuadamente para el desarrollo del presente trabajo.

Espero que por tratarse de un trabajo elaborado en su mayor parte experimentalmente y en el momento y lugar mismo del arranque pueda formar aunque sea en parte, - un criterio que ayude a resolver problemas practicamente.

Todo esto con la ayuda de la poderosa tecnología de nuestro tiempo, que todo lo remueve y desmenuza, va destruyendo conceptos que parecían ciertos y poniendo al descubierto fenómenos inquietantes, semillero fecundo de nuevas ideologías, tras las cuales va el hombre tratando inutilmente de alcanzar la verdad última, siempre al alcance de la mano y siempre distante.

I N T R O D U C C I O N

El presente estudio tiene como finalidad el dar a conocer algunos de los problemas más comunes que se presentan durante el arranque de una planta.

Para lo cual debo decir que ha sido elaborado - en su mayor parte tomando datos experimentales tanto en - las pruebas del equipo como en el momento mismo del arranque.

El producto a tratar conocido comercialmente con el nombre de "DIPIRONA SODICA", es un producto concerniente a la rama farmacéutica y el cual es utilizado como antipirético siendo la base en algunos medicamentos. En cierta forma tiene funciones semejantes al ácido-acetil-salisílico, siendo también un medicamento bastante conocido y es base de ciertas pastillas utilizadas contra la influenza - ó gripa principalmente.

Con respecto al equipo empleado para la producción de DIPIRONA debo hacer mención de que anteriormente - era utilizado en otra rama de la Industria, debido a lo - cual fue necesario el hacerle una serie de modificaciones - y ajustes los cuales se detallan ampliamente en la segunda parte de ésta tesis.

Ahora bien, para el desarrollo del presente tra-

bajo y para una y más facil trayectoria del mismo se hizo - la subdivisión del tema en 5 capítulos.

El primero de ellos que trata acerca de las descripciones generales sobre el Diseño y Arranque de Plantas, así como también trata sobre las especificaciones del equipo y la manera de llevar a cabo una buena selección del mismo. Así mismo se sigue un orden de importancia con respecto a las funciones que desempeñan cada uno de los aparatos como son: reactores, centrífugas, enfriadores, subenfriadores, bombas, accesorios, etc. etc.

Otras de las funciones que se llevan a cabo en éste capítulo son las de checar las condiciones de trabajo en el equipo, para lo cual antes de efectuar cualquier tipo de prueba se hacen los cálculos matemáticos necesarios y posteriormente se llevan a la práctica y que en caso de haber pequeñas diferencias se hacen los ajustes necesarios hasta checar que todo quede correctamente.

En el segundo capítulo se hace mención en lo tocante a una selección adecuada del Equipo, en el cual se hace una descripción de los principales características del equipo mencionado, así como del porque fueron escogidas cada una de las partes que forman el equipo de la planta en general.

En el siguiente capítulo se describen las pruebas de arranque y de proceso simultaneamente. Siendo que

ésta parte es la más importante de la tesis, razón por la cual a éste capítulo se le ha dado un mayor interés e inclusive para una mejor comprensión se subdividió en tres partes.

La primera parte corresponde al chequeo del equipo en sí para lo cual se llevan a cabo pruebas en blanco y sobre la marcha se van haciendo las correcciones necesarias o bien se hace la modificación del equipo en caso necesario.

La segunda parte corresponde a efectuar pruebas en lo concerniente al proceso y para esto gran parte de las pruebas se llevan a cabo en el laboratorio, en donde se van tomando datos acerca del comportamiento que presenta la reacción en cada uno de los pasos del proceso, poniendo especial interés en los puntos críticos de la reacción.

Con los datos del laboratorio y una vez que ya todo el equipo ha sido plenamente probado, se lleva a cabo la adición de materia prima, siendo en éste preciso momento el arranque pleno y completo de la planta y es entonces cuando simultáneamente se van probando las fallas que pudiera tener el equipo o bien algún paso anormal en el proceso.

Con respecto al cuarto capítulo se hace mención acerca de las pruebas analíticas efectuadas en el laboratori

rio, tanto antes del proceso ó sea Análisis de la materia-prima, como tambien durante el proceso analizando los pasos más importantes de la reacción y por último un Análisis general acerca de las características del producto ya-terminado lo cual en sí viene a ser su control de calidad.

En el último capítulo se hace un estudio general del tema tratado y se dan algunos puntos de vista sobre — el mismo obteniendo una serie de conclusiones provenientes de un análisis general del tema tratado.

Por último deseo expresar mi más sincero agradecimiento por la aceptación que le sea concedida a éste trabajo y a la vez quiero dar las más sinceras gracias a todas aquellas personas que en una u otra forma colaboraron conmigo para hacer posible la elaboración de ésta tesis.

CAPITULO I

DISEÑO Y ARRANQUE DE PLANTAS

GENERALIDADES

1.1 EL INGENIERO QUIMICO EN LA INDUSTRIA.

El Ingeniero Químico es aquella persona que debido a su capacidad y habilidad en: diseño, proyección, construcción y operación de plantas industriales, viene a ser uno de los principales colaboradores en lo concerniente al campo de la Ingeniería Química.

Esto es debido a que tanto en proyección como en diseño de máquinas, procesos o plantas industriales en lo cual la Proyección y el diseño de Ingeniería Química abarca prácticamente todas las ramas de la Industria.

Así tenemos por ejemplo que en la actualidad los problemas que se presentan en la Industria requieren del Ingeniero Químico, quien con sus puntos de vista, con sus ideas y con su método científico de atacar los problemas que se presentan en la producción y que éstos pueden ser resueltos en principio matemáticamente gracias a la ayuda de las ciencias como: Química, Física y Matemáticas principalmente.

Muchas son en realidad las actividades así como funciones creativas las cuales han sido características de terminantes del Ingeniero Químico.

1.2 PROYECCION DE PLANTAS QUIMICAS.

Para el diseño de una Planta Química es conveniente el partir de bases completamente establecidas todo con el propósito de llegar a una meta siguiendo el camino más seguro y con mínimo grado de error en la proyección.

Así de una manera laconica es conveniente que el diseño de una planta se base en los tres aspectos siguientes:

DISEÑO DE PLANTA

DISEÑO DE PROCESO

DISEÑO DEL PRODUCTO

1.3 BASES PARA EL DISEÑO DE UNA PLANTA QUIMICA.

A su vez las plantas químicas en lo referente a Procesos pueden ser divididas en dos clases que son:

1).- Aquellas en las cuales su proyección se lle

va a cabo de una forma somera y sin ningún plan de arranque previamente ordenado y construido con experimentos y con métodos de prueba y error.

2).- Aquellos en que la proyección ha sido diseñada con el propósito de que su uso en producción se lleve a cabo de una manera balanceada y con proporción y economía de: espacio, materiales y energía.

Así se puede observar que la primera clase proviene de una operación no lógica de extensión; mientras que en la segunda clase ya se muestran algunos planes con respecto al arreglo, los cuales están basados sobre requerimientos de espacio y así como también acerca de la Selección y Especificaciones del equipo y del Proceso, localización de la planta y así mismo prevé una expansión futura.

Sin embargo ambos edificios y equipos deberían siempre ser diseñados con el propósito de llevar a cabo la producción más eficiente utilizando el mínimo de mano de obra y materiales en procesos.

La previsión debería ser hecha tomando en cuenta la expansión con respecto al arreglo original de la planta, pero todo esto sin disturbar el flujo de trabajo y con las condiciones más favorables económicamente en la producción y en la elaboración de cada pieza del equipo con respecto a todas las variables.

El diseño de la Planta en general es centrado so
bre problemas de: transferencia de masa y energía y de cam
bio químico.

Asi mismo se toman en cuenta otros factores que-
debían de ser considerados en el diseño del edificio y en
en rearreglo del equipo y previendo posibles riesgos de: -
fuego, explosión, daños químicos y daños de salud, distri-
bución económica de las energías y expansión de la produc-
ción.

Todos los otros factores diseñados cuidadosamen-
te tienen mucha ventaja sobre todos aquellos en que no se
hayan tomado las consideraciones de posibles alteraciones.

Por lo tanto la tarea del Ingeniero Químico es -
la de calcular cantidades y rendimientos considerando la -
mano de obra y el manejo de materiales en proceso, así co-
mo el de materiales almacenados para así poder explicar la
técnica respectiva de balances de material y de energía, -
transferencia de masa, calor por convección, difusión, con-
ducción, flujo de fluidos, separación de materiales, termo-
donámica, equilibrio de sistemas y reactores, comportamien-
to de catalizadores y cinética de todos los tipos de reac-
ciones químicas.

En suma se tratará de desarrollar detalladamente
los costos de cada operación unitaria, así como también an



Fig. 1

Vista general de la Planta de DIPIRONA SODICA

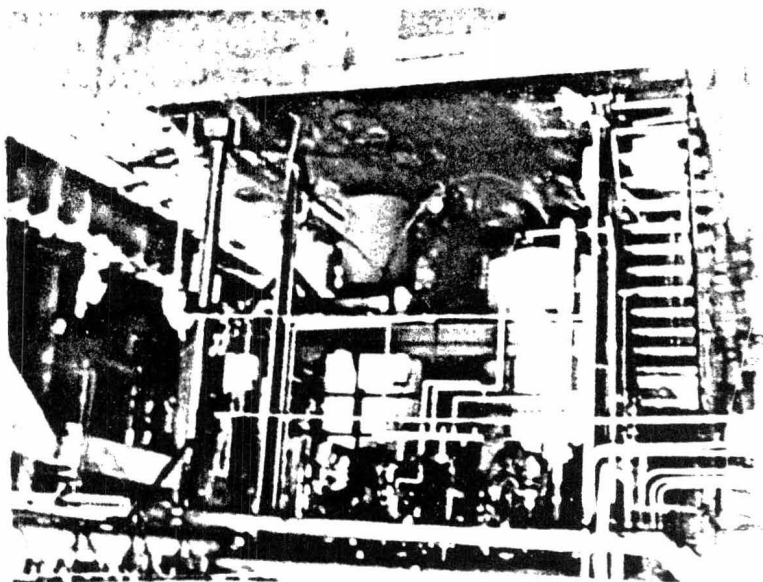


Fig. 2

Vista lateral de la Planta de DIPIRONA SODICA

tes de que la planta sea construída se conocerá no solamente el costo por tonelada del material en proceso, sino -- también el costo por unidad de peso de cada material en la operación tales como: cristalización, filtración, evaporación o secado.

1.4 PLAN DE ATAQUE.

El método para poder llevar a cabo la solución -- de cualquier problema no puede siempre estar limitado a un solo ataque sino que puede ser resuelto por varios caminos dependiendo sobre el equipo con que se cuenta para resolver el problema. Como el plan está basado de una manera general, entonces puede ser también aplicado para el Diseño de una Planta de Ingeniería Química cualquiera que sea su rama ya que los métodos inicialmente dependen sobre la experiencia, capacidad y entrenamiento del Ingeniero Químico.

Por lo tanto partiendo de ésta base es posible -- el llevar a cabo un plan preconcebido de ataque siguiendo -- el orden dado a continuación

1.5 ESPECIFICACIONES PARA EL DISEÑO DE UNA PLANTA.

A FUNDACIONES

1) Edificio

2) Equipo

B DRENAJE

1) Edificio

2) Equipo

3) Sanitarios

C AGUA, VAPOR, TUBERIAS Y BOMBEO

1) Instalación de tuberías

2) Iluminación

3) Ventilación

4) Calentamiento

5) Poder de Transmisión.

E PRESENTACION DEL PROYECTO.

Naturaleza Química y Física del Proceso, con condiciones de operación, límites, calidad de materiales y productos terminados, control y mercado.

F) MATERIALES, EQUIPO Y OPERACION DE DIAGRAMAS DE FLUJO

1) Proceso cualitativo del diagrama de flujo

2) Proceso cuantitativo del diagrama de flujo

G SELECCION DE EQUIPO

- 1) Diseños estandar y especiales
- 2) Especificaciones
- 3) Cambio de materiales por construcción química
- 4) Selección de tipos de servicio
- 5) Tipos y capacidades de operaciones unitarias de equipo

H PLAN Y ENSAMBLE DE PLANTAS

- 1) Localización de equipo
- 2) Arreglos departamentales
- 3) Manejo de materiales, expansión y almacenaje.

I COSTO ESTIMATIVO DE PRECONSTRUCCION

- 1) Costo bruto de materiales
- 2) Costo de edificio
- 3) Costos de equipo
- 4) Costos de instalación
- 5) Costos de labor
- 6) Costos de agua

- 7) Costos de agua
- 8) Reparaciones y mantenimiento
- 9) Reparaciones generales
- 10) Costo de producción por cantidad unitaria

J LOCALIZACION DE LA PLANTA QUIMICA

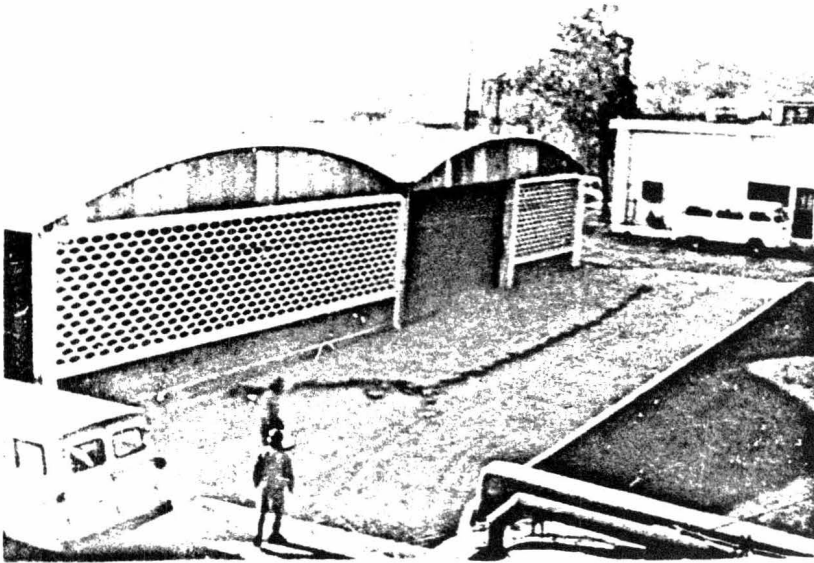


Fig. 3

Almacén de materias primas.

1.6 BASES PARA UN BUEN DISEÑO.

Los buenos diseños siempre requieren fundamentos sobre bases precisas o bien siempre se deben de basar en principios perfectamente conocidos.

Así tenemos que para crear un buen diseño en Ingeniería Química es necesario el poseer un gran interés en lo referente a la proyección de Plantas Químicas, así como el poseer cierta habilidad en resolver problemas de Ingeniería, todo esto unido a una gran facultad de observación apreciativa y gran habilidad para analizar datos y condiciones. El Ingeniero Químico se encarga de acumular el mayor número de datos posibles y así poder determinar en un tiempo razonable los detalles y variables que puedan ser guardados bajo control para asegurar economía y continuidad.

Partiendo de éstos datos él lleva a cabo ciertos estudios preliminares para la proyección de la planta y es cribe especificaciones para el equipo y el material necesarios para éste fin. El indica los tipos y tamaños necesarios de equipo comercial, la flexibilidad y condiciones de operación económica y suple la información para edificar el equipo especial diseñado.

La destreza en la técnica requerida en diseño implica el tener buenos conocimientos en: mecánica, dibujo

de ingeniería, electricidad, termodinámica, materiales de construcción, dinámica de fluidos, manejo de materiales, química, física y matemáticas.

El estudiante en diseño puede experimentar que cada línea que él bosqueje pueda ser interpretada no solo por él mismo sino que también por un Ingeniero o por un técnico.

Sabiendo de antemano que en el diseño de equipo se basa la mayor parte de la proyección de una planta cualquiera que sea su rama, razón por la cual el encargado del proyecto debe tener especial cuidado de que cada línea puede ser tan definida que el mismo operador de turnos pueda interpretar fácilmente cada una de las partes que compone la máquina o bien cada una de las partes más específicas de la misma e inclusive el carpintero pueda fácilmente copiar o encuadrar así como el contratista pueda edificar.

Otro aspecto importante en el diseño es que el estudiante pueda conocer y tener confianza de que las líneas realizadas en un proyecto determinado puedan estar elaboradas de una manera tal que él mismo trabajador pueda completar una pieza del trabajo.

En síntesis tenemos que en el análisis final el desarrollo a través del cual los detalles deberían de ser delegados al proyectista. Aunque es bien sabido que un -

buen Ingeniero puede por sí mismo ser autosuficiente en el diseño y proyección de una planta y que por otra parte basándose sobre ciertas especificaciones su diseños en cada una de sus líneas puedan ser interpretadas muy claramente por otros interpretes de lectura.

1.7 ESPECIFICACIONES PARA EL DISEÑO DE EQUIPO.

Los diseños son hechos sobre vistas obtenidas por una proyección ortográfica y así como arreglos en acorde y en relación al tercer ángulo.

El número de vistas depende sobre el objeto o sobre la construcción de que es descrito, en donde se toma como referencia que dos ó tres vistas sean generalmente suficientes.

En donde cada vista muestra al objeto como se ve desde cada una de las posiciones diferentes.

- 1) Objeto visto desde arriba
- 2) Objeto visto de frente
- 3) Objeto visto de lado.

Las vistas son generalmente arregladas con respecto a la primera posición tomando como referencia la vis

ta del lado derecho.

Algunas veces por lo tanto es conveniente el girar el lado del plano sobre sus ejes formados por su intersección con respecto al plano horizontal. Esta de la segunda posición para la vista del lado derecho.

Otros tipos de diseño:

Diseño de ensamble

Diseño de máquinas y ensamble

Diseño de detalles

Carácter de líneas

Títulos y letras

Usos comunes y tratamientos de secciones

Dimensiones.

1.8 SELECCION DEL EQUIPO EN PROCESO

GENERALIDADES

EQUIPO ESTANDAR

El valor de uso del equipo estandar está bien —

reconocido en el campo de la Ingeniería Química. La ejecución y servicio son hechos bajo la demanda del equipo referido.

Las equivocaciones y los fallos son siempre - - arriesgados e inexcusables sobre todo si los datos del servicio sobre el gusto en el equipo para un proceso similar o relacionado según sean convenientes. Basado en la experiencia de otras selecciones es totalmente valuable el comparar por medio de pruebas las especificaciones del nuevo equipo para su mayor funcionamiento. De tal forma que el Ingeniero Químico será el portador de todas las manufacturas del equipo siendo que éstas serían deseables para dar un buen servicio.

Mucha información importante con respecto a la - solución de problemas se requiere para una buena selección de equipo tal que se elabore una lista de preguntas convenientes de manufacturas para ver la posibilidad de reemplazar ordenes de equipo.

Por lo tanto son igualmente estudiados cada uno de los casos del proceso para así poder determinar las condiciones del equipo necesario y así poder determinar una - nueva lista acerca del equipo que no cumpla con las especificaciones requeridas y que por lo tanto no dará un servicio satisfactorio.

EQUIPO ESPECIAL.

Aunque ésto viene a ser un verdadero axioma de Ingeniería Química para seleccionar el equipo estandarizado cuando quiera que sea posible. Algunas veces el Ingeniero se encuentra con la situación de que su problema requiere de un diseño especial y así como también el uso de materiales especiales. En tal caso el puede diseñar sobre su entrenamiento y experiencia para poder así diseñar el equipo requerido.

Para llevar a cabo tal proyecto necesita de la ayuda de algún proyectista o un diseñador ya que ellos con sus conocimientos conocerán especificaciones y reglas en diseños de máquinas. Todo lo que necesita hacer es aplicarse a la tarea de convertir sus especificaciones matemáticas en un dibujo o bosquejo en el cual el proyectista pueda convertirlo a piezas de equipo tridimensional. Muchas partes del equipo como materiales manuales y para procesos unitarios es estandarizado hasta que el equipo sirva para el propósito determinado y siguiendo sobre ésta base se seguirá de igual manera seleccionando y modificando en diseños especiales.

Con respecto a costos no solamente será el primer costo substancialmente más bajo sino que la duplicación del equipo y así como las reparaciones de máquinas y sobre equipo serán hechos de una manera más fácil.

Uno debería de asegurarse que se tiene completamente investigada la literatura comercial, ya que los re-

querimientos antes del embarque o bien del mismo diseño de equipo especial.

El equipo estandar ha sido probado para ciertos límites rigurosos para la prueba de servicio. Esto es debido a que los resultados que se han obtenido fueron llevados a cabo a través de grandes períodos y pruebas de experimentación.

Generalmente el diseño original requiere posteriormente muchas modificaciones aunque usualmente es un resultado de muchas modificaciones hasta quedar en condiciones de servicio. La estandarización significa no solamente un mínimo gasto en la manufactura sino que también la construcción de una máquina concuerde con el método estandar y al tamaño usual que ha sido dado dando el mejor de los rendimientos en el diseño. Bajo tales circunstancias la manufactura puede entregar el equipo bajo una satisfacción de garantía.

Un nuevo diseño es como si se tratara de hacer que el diseñador tenga que documentarse más para tal caso.

Esto puede permanecer bajo el uso de adquirir cierto reconocimiento para el servicio dado por el equipo.

Pero tenemos el caso de que cuando el Ingeniero-

se encuentra en una situación de la demanda de un nuevo diseño de equipo y que por consecuencia debería tener la manera de ejecutar la nueva comisión sin titubeos.

1.11 E S P E C I F I C A C I O N E S

Antes que nada se busca en el catálogo de Ingeniería Química una lista de literaturas relacionadas al mismo negocio o bien el correspondiente equipo de manufactura debería de formar correcta y cuidadosamente con especificaciones escritas en las cuales el rango de ejecución y así como otros requerimientos han sido cuidadosamente trabajados al respecto.

La escritura de especificaciones no puede ser considerada como un arte especial, sino más bien como un requisito de cada ingeniero Químico. Las especificaciones deberían de contener toda la información por demás esencial, incluyendo composición, características físicas y químicas de manejo de materiales, clase y calidad de un servicio conveniente, requerimientos de servicios sobre el equipo, empaquetado, marcas de contenidos, requerimientos de entrega y cotizaciones. Otras especificaciones que se deben tomar en cuenta son: Manufacturas de equipo para el uso de Ingeniería Química, habilidad para el uso de tablas y diagramas en los cuales son incluidas las preguntas de manufactura individual y en caso de tener respuestas suplirlas con la información que se necesite para satisfacer

la demanda. Por lo tanto para ganancia de éste servicio, el tiempo que se perdería en la correspondencia puede ser muy frecuente, salvo por envíos bien escritos a la manufac
tura especificada.

CAPITULO II

SELECCION DE EQUIPO

Para la selección del equipo utilizado en la producción de la DIPIRONA SODICA se ha tratado de seguir un orden de importancia de acuerdo al papel desempeñado por cada uno de los aparatos.

Así tenemos como primera instancia los reactores - cuyas características detallo a continuación:

El equipo consta de 3 reactores, de los cuales 2 - de ellos son vidriados y el otro es de acero inoxidable. - Todo ellos tienen un aforo que va de los 1250 a 1300 galones.

Así mismo los reactores vidriados están provistos en su interior con baffles dobles, los cuales tienen el fin primordial de que debido al constante choque de las moléculas con ellos se lleve a cabo una conversión más rápida de los reactivos.

La colocación de los reactores se ha hecho en serie, quedando en el centro el reactor de acero inoxidable, lo cual se ha programado por conveniencia ya que el proceso se inicia en el reactor de acero inoxidable y posteriormente en un paso intermedio la carga se pasa necesariamente a-

cualquiera de los reactores vidriados.

La razón es debida a que la carga inicialmente está en medio alcalino y después de la reacción principal pasa a medio ácido y sabiendo de antemano que los ácidos atacan al fierro y la sosa de igual manera ataca al vidriado, entonces como medida de precaución y por conveniencia el -- proceso se lleva a cabo en la forma antes detallada.

Reductor de Velocidad.-

Este reductor o más bien dicho graduador de velocidad, nos ayuda a controlar el número de rpm. (revoluciones por minuto) de la flecha del agitador, ya que un exceso en la velocidad de la flecha nos podría provocar un rompimiento exagerado en las moléculas, haciendo que la velocidad de reacción varíe ya que debido a ésto el comportamiento de las moléculas obviamente al tener más superficies en contacto aceleraría la velocidad de la reacción o viceversa.

Respecto al sistema de enfriamiento o calentamiento de los Reactores están provistos de una chaqueta que soporta una presión máxima de 5 Kg/cm^2 . aunque la válvula de seguridad está checada para 4 Kg/cm^2 .

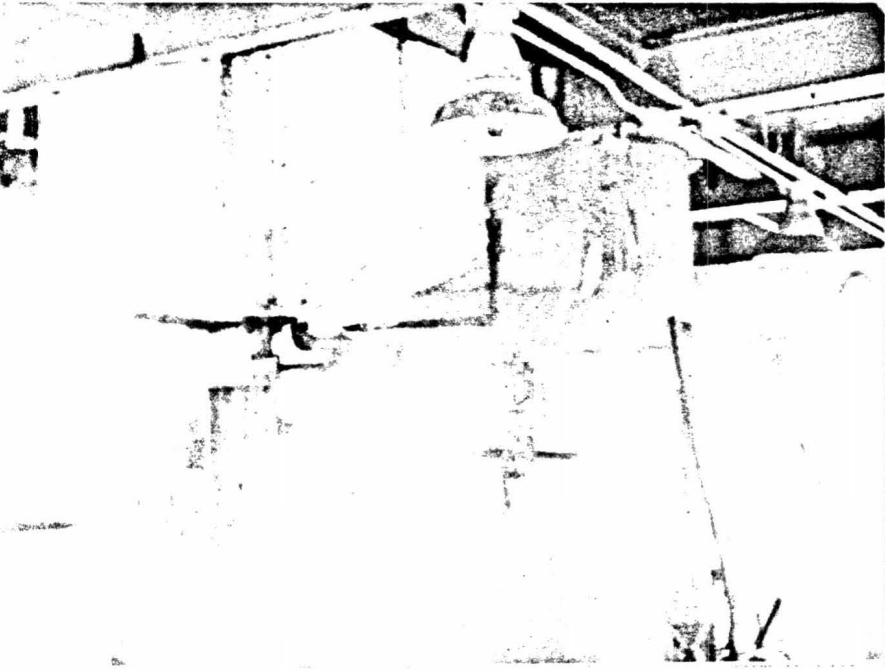


Fig. 4

Vista de la parte inferior de los reactores



Fig. 5

Vista de la parte superior de uno de los reactores.

CARACTERISTICAS PARA EL ESPESOR

CAPACIDAD (GALONES)	ESPELOR DE LA PARTE CILIND.	ESPELOR DEL DOMO	ESPELOR DEL FONDO	ESPELOR DE LA CHAQUETA
1250	5/16"	5/16"	3/8"	1/8"
1500	11/32"	5/16"	3/8"	1/8"
CAPACIDAD	MODELO	PESO NETO SIN CARGA	PESO NETO MAXIMO	EXCESO
1250	D - 11250	3800	4800	300
1500	D - 11500	4400	5400	325
CAPACIDAD (GALONES)	MODELO	PESO NETO SIN CARGA	PESO NETO MAXIMO	EXCESO
1500	RA - 78 Inox.	12,050	13,250	375

Tanto los 2 reactores de vidrio, así como también el de inoxidable, están provistos de una columna de destilación de vidrio Pyrex, la cual para condensar los gases lo hace mediante el uso de un enfriador y un subenfriador.

Este último solamente se utiliza en caso de que el enfriador no condense completamente los gases, ó bien que el fluido condensado salga demasiado caliente.

Por último tenemos el sistema de descarga de los Reactores para lo cual siendo que la solución al enfriarse a temperatura menos de 20°C se sublima; entonces es necesario utilizar válvulas de globo debido a que con ese tipo de válvulas es más fácil poder destapar la salida, pues al abrirla queda paralela a la brida de descarga. Mientras que con una válvula de compuerta ó de diafragma la salida del producto es más difícil ya que su conducto forma una "S" y es más problemática la descarga.

CENTRIFUGAS.-

Se consta en el equipo de dos Centrifugas con las mismas características que son las siguientes:

Carga.- Con respecto al peso total máximo por carga en la Centrifuga se ha considerado de la siguiente manera:

- 1o.- Como el producto se recibe en suspensión en la Centrifuga, así que se le considera su densidad por unidad de volumen.
- 2o.- Se toma en cuenta el volumen total máximo en la Centrifuga.
- 3o.- Como el producto requiere de un lavado adicional así -

que se debe de dar un margen en función de los litros-de lavados correspondientes.

4o.- Se hace la consideración de ver que tan poroso es el-- producto durante la filtración, ya que en muchos casos se forma una pequeña capa viscosa que impide que se - lleve a cabo la filtración y lo cual da por consecuen- cia que aumente el tiempo de filtrado y además podría- haber un sobrecalentamiento en el motor de la Centrifu ga.

... Para ver la cantidad de carga en una Centrifuga- se hace de la siguiente manera:

Partiendo de la siguiente fórmula para la capaci- dad de carga:

$$A = \pi Dh$$

Haciendo la aclaración que ésta fórmula necesi- ta una pequeña modificación, ya que se deben de considerar- 2 diámetros, ó sea el diámetro exterior y el diámetro inter- no máximo de carga, así que la fórmula quedará de la si- -- guiente forma:

$$A = \pi (D_1 - D_2) h$$

Donde:

A = área de carga

D_1 = diámetro exterior

D_2 = " interior

h = altura (únicamente de la canasta).

Una vez que se obtiene el valor del Area, se multiplica por la densidad y se obtiene así el peso total de la carga en la Centrifuga, donde la fórmula queda finalmente como:

$$A = \pi (D_1 - D_2) h \rho$$

ρ = densidad del producto.

Algunas otras consideraciones que se deben de tomar en cuenta durante una filtración:

Potencia desarrollada del motor de la Centrifuga.

Control del número de rpm. (revoluciones por minuto).

Tiempo medio de filtración.

Las cargas preferentemente se deberán hacer con la Centrifuga en movimiento. Todo ésto con el fin de evitar un sobrecalentamiento debido a la fricción a la hora del arranque.

De una manera concisa, éstos son algunas de las más importantes características de la Centrifuga de 40" de diámetro.

TANQUES DE ALMACENAMIENTO.

Los tanques para los solventes de Metanol y Etanol, fueron hechos para una capacidad de 10,000 y 8,000-lts. y del material de acero inoxidable respectivamente.

Ambos tanques están provistos de una tapa de 0.50 m. de diámetro en la parte superior y además de una entrada para cargar, ó sea una boca con brida de 3" de diámetro.

Están provistos en la parte inferior, de una válvula de descarga de 2" de diámetro.

Así como también constan en su parte inferior de 3 coples ciegos de 2" equiespaciadas para patas.

Fue necesario hacerles una adaptación a los —

tanques de colocarles dos mirillas de 5" (diámetro).

Una de ellas fué colocada en la parte cónica superior y del lado opuesto a la boca de carga.

La otra mirilla fué colocada a la mitad de la parte cilíndrica. Todo esto se hizo con el objeto de poder determinar físicamente la cantidad de Solvente con que se cuenta en el momento dado, ya que en sí, aunque el tanque también está provisto de un nivel indicador a base de una columna de vidrio graduada y colocada al ras de la parte cilíndrica vertical de los tanques de almacenamiento, hay ocasiones en que el nivel está tapado.

TANQUES RECIBIDORES DE AGLAS MADRES.

Estos tanques están colocados de uno y otro lado de las descargas de los Reactores y quedando además cada uno de ellos colocado cerca de las Centrifugas.

Están hechos a base de un material de lámina negra y con un espesor para la parte cilíndrica horizontal de 6 mm. y para la parte cónica de 7 mm.

Están además provistos en la parte superior de una entrada de 0.50 m. de diámetro cubierta con una brida ciega y sujeta a base de tornillos.

Tienen además una entrada de 3" diámetro que es por donde reciben las aguas madres.

Constan además de un tubo de nivel de 5/8" diámetro con sus respectivas válvulas inferior y superior de 5/8" diámetro las cuales pueden ser desmontables, para que cada que sea necesario, se limpien los niveles.

En la parte superior media, está colocado un tubo ventilador de 7" diámetro el cual es de aproximadamente 1/2 m. de altura y termina en "U" y esto es con el fin de que siempre permanezca abierto y así estará venteado el tanque permanentemente.

Para efectuar la descarga consta de una válvula de descarga de hierro de 25 mm. y la cual está colocada en un extremo de la parte inferior al cual inclusive se le da una inclinación leve al tanque para que así pueda escurrir el líquido más fácilmente y que para lo cual en caso de asentamiento, que es muy frecuente, se le mete vapor por la misma válvula de descarga hasta que los sólidos sedimentados queden en solución y puedan descargarse fácilmente, y después con la ayuda de una bomba se pasan a un Reactor donde las aguas madres pueden ser aprovechadas nuevamente.

FILTRO PRENSA.

Aunque normalmente, es bien sabido que los Fil

tros-Prensa son utilizados, para formar tortas de producto, de tal forma que en ellos se les vaya eliminando lo más posible el solvente y que, entre las placas de filtro vaya quedando la parte sólida en forma de torta.

Ahora que, para el caso de la elaboración de la Dipirona el filtro es utilizado a manera de papel filtro ya que el fin específico que se consigue con él es el de retener partículas de carbón y sólidos insolubles ajenos al producto principal.

Así que una de las características principales que debe poseer el Filtro-Prensa es el que las lonas de las placas tengan las mallas lo suficientemente pequeñas, como para poder retener las partículas de carbón y los demás sólidos insolubles.

Respecto al Número de marcos y placas, éste se determina de acuerdo al volumen total de filtración, el cual está en función de:

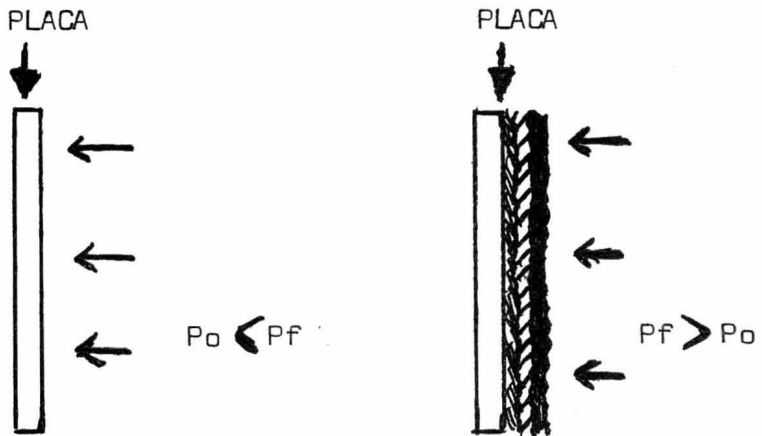
- a) Peso del material.
- b) Tiempo medio de filtración.
- c) Volumen total de filtración.

Además debe tomarse muy en cuenta que ΔP (cal

da de presión) sea menor que la resistencia ejercida en el Area total de las placas y marcos ya que de no ser así podría suceder que se rompiera una placa ó un marco debido al exceso de Presión ejercida sobre ellos, ó sea que:

$$\Delta P \leq \text{Area total de filtración.}$$

La presión ejercida en las placas conforme vaya en aumento el volumen filtrado, la presión irá también aumentando paulatinamente y ésto se debe a que cada vez habrá más material adherido a las placas. Lo cual esquemáticamente quedaría como a continuación detallo:



ANTES DE LA FILTRACION

DESPUES DE LA FILTRACION

FILTRO SCHEIBLER

Este tipo de filtro de manufactura Alemana es parecido a los filtros Sparkler conocidos mas ampliamente en México salvo algunas pequeñas diferencias.

En sí éste filtro consta de una especie de carcaza cúbica y hueca, siendo que en la parte superior de la misma es ligeramente de forma cónica.

En la parte interior de dicha carcaza están colocadas en serie y en posición vertical 6 raquetas con sus respectivas lonas y en la parte superior de cada una de ellas y pasando interiormente un tubo a manera de conductor que es por el cual fluye el producto en solución descargando su contenido en cada una de las raquetas.

Así que la solución filtrada pasa a través de las lonas depositandose en la parte inferior del filtro y para luego seguir su trayecto por la válvula de descarga colocada en la parte inferior del filtro.

Este filtro se utiliza para que por principio de cuentas se recircule a través de él el producto en solución, cuantas veces sea necesario, hasta que se vea y se compruebe por medio de un papel filtro de que la solución esté libre de carbón y otras impurezas.

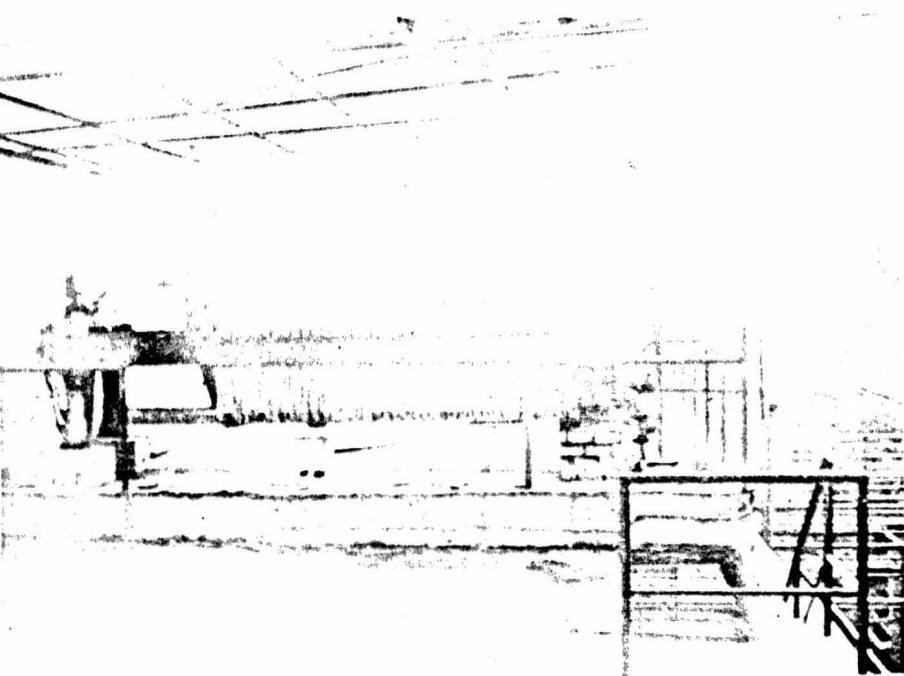


Fig. 6

Filtro Prensa

Después es utilizado simultaneamente con el filtro Prensa con el fin de eliminar totalmente toda posible huella de partículas de carbón o bien de cualquier otro tipo de material insoluble ajeno a la solución principal.

2.3 SISTEMA DE ENERGIA (CALENTAMIENTO A BASE DE VAPOR).

Con respecto al sistema de calentamiento para los Reactores, se lleva a cabo por medio de vapor de agua para lo cual se lleva a cabo la Selección del tipo de Caldera mediante las siguientes bases:

Los factores principales que deben tomarse en cuenta para la selección del tipo y tamaño de una Caldera son los siguientes:

- 1o.- Presión producida por Kg de vapor de agua
- 2o.- Potencia evaporada y carga.
- 3o.- Tipo de combustible utilizado y tiro.
- 4o.- Conservación y funcionamiento.

La capacidad de una caldera acerca de la producción de vapor de agua se expresa generalmente, por el número de Kilogramos por hora de agua a 100°C, la cual pue-

de ser convertida a vapor saturado a 100°C para lo cual se consume combustible de determinado poder calorífico.

Debido a que todas las aguas contienen ciertas impurezas que son indeseables para las calderas, razón por la cual es muy necesario el tratamiento del agua de alimentación a una caldera con el principal propósito de evitar - incrustaciones.

Así tenemos sobre la siguiente base: que si - una caldera que evapora 3400 Kg. de agua por hora y se alimenta con agua que contenga 215 mg. por lt. de sales incrustantes o lodos; entonces acumulará en 12 hs. de trabajo:

$$3400 \times 0.000215 \times 12 = 8.772 \text{ Kgs.}$$

de impurezas, y por lo cual gran parte de éstas impurezas - pueden ser eliminadas haciendo purgas periódicas, aunque la concentración de sólidos estará siempre en proporción con - respecto a la cantidad de agua contenida en la caldera.

Respecto al combustible tenemos: que si una - caldera, consume combustible que tenga un poder calorífico de 7000 Kcal/Kg. y que tiene un rendimiento térmico del 65%, entonces la evaporación de 100 lts. a 100°C (Kg de vapor - producido por Kg de carbón quemado) será como sigue:

$$7000 \times 0.65 : 540 = 8.4 \text{ Kg.}$$

Para lo cual en caso de que el poder calorífico del combustible se redujera a 6400 Kcal/Kg entonces quedaría:

$$6400 \times 0.65 : 540 = 7.7 \text{ Kg.}$$

o sea que la evaporación bajaría, mientras que con 7800 Kcal/kg subiría a 9.4 Kgs.

Capacidad de producción de vapor en las calderas.-

La producción de un generador de vapor se da frecuentemente en Kgs. de vapor por hr.; pero como el vapor a distintas presiones y temperaturas, posee diferentes cantidades de Energía, aquel sistema no mide exactamente la Energía producida.

La capacidad de una caldera de vapor se expresa más concretamente, en forma de calor total transmitido por las superficies de caldeo en Kcal/hr. Debido a que éste valor numéricamente es grande, la ASME recomienda como unidades la Kilo BTU = 1000 BTU = 254 Kcal/hr. o bien la mega BTU = 1×10^6 BTU = 254,000 Kcal/hr. el proceso de transmisión de calor que tiene ocasión en un generador de vapor es un proceso de flujo constante, en el cual el calor transmitido es igual a la variación de la Entalpía del fluido. Por consiguiente, la producción de la caldera medide-

por el calor absorbido por el agua y vapor será en Kcal.

$$Q = ms (h-h_f) \text{ Kcal/hr.}$$

Donde:

Q = Producción de la caldera en Kcal/hr.

ms = Peso del vapor producido por la caldera -
(o bien recalentado) Kg/hr.

h = Entalpía de 1 Kg. de vapor a la presión y
título o temperaturas observadas en ---
Kcal/kg.

h_f = Entalpía del líquido de 1 kg. de agua de -
alimentación en las condiciones en que di-
cha agua llega a las calderas (o economiza-
dor en Kcal/kg).

La potencia en HP de caldera tal como fue esta
blecido en 1889 por la ASME estaba basado en una máquina de
vapor que empleaba 30 lbs. (13.62 Kg) de vapor por HP/hr. a
una presión relativa de 4.9 Kg/cm y con el agua de alimenta-
ción de la caldera a 38.5 °C lo cual corresponde a la vapo-
rización de 15.66 Kg de agua por hora a 100 °C en vapor se-
co a 100 °C a la presión atmosférica normal (1.033 Kg/cm²).

En éstas condiciones cada Kg. de vapor producido requiere de la Entalpía de vaporización a la presión atmosférica normal, lo cual vale 543.4 Kcal.

Por consiguiente, la capacidad de una caldera podrá expresarse de la siguiente forma:

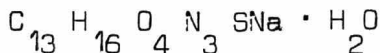
$$\text{HP de caldera} = \frac{ms (h - hf)}{543.4 \times 15.66}$$

y para lo cual el valor

$$F = \frac{h - hf}{543.4}$$

se le llama factor de vaporización.

Para tener mejor idea acerca de la caldera utilizada para el calentamiento de la Dipirona como CRUDO I se tomará como base el Cpm. para poder determinar el cambio de Entalpía a la temperatura ambiente de $\pm 25^{\circ}\text{C}$ o 77°F utilizando datos de la pag. 281 y 285 del Himmelblau para la Capacidad calorífica a presión constante en base a la fórmula condensada de la Dipirona que es:



Determinación del Cpm. a Temp. 25°C = 77 °F

$$N = 6.960 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

$$O = 7.002 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

$$H = 6.864 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

$$H_2O = 8.012 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

$$Na = 6.200 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

$$C = 1.800 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

$$S = 5.400 \text{ cal/mol g } ^\circ\text{C o BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

Determinación del cambio de Entalpía: de 77 a-
158 °F.

Utilizando la fórmula:

$$\Delta H = \int_{t_1}^{t_2} C_p dt, \text{ hasta } T = 158^\circ\text{F}$$

$$\Delta H = \int_{77}^{158} 13(1.8) + 16(6.864) + 4(7.002) + 3(6.960) + 5.4 + 6.2 + 8.012 dt$$

$$\Delta H = \int_{77}^{158} (23.4 + 109.824 + 28.008 + 20.880 + 5.4 + 6.2 + 8.012) dt$$

$$H = \int_{77}^{158} (201.724) dt$$

$$\Delta H = \int (201.724) (158 - 77)$$

$$\Delta H = (201.724) (81)$$

$$\Delta H = 16,339.644 \text{ BTU/mol lb } ^\circ\text{F}$$

Así pues sobre ésta base se determina que el sistema de calentamiento de la Caldera en Caballos de vapor será de 100 C.V.

Además siendo el tipo de la Caldera utilizada Marina a base de tubos horizontales.

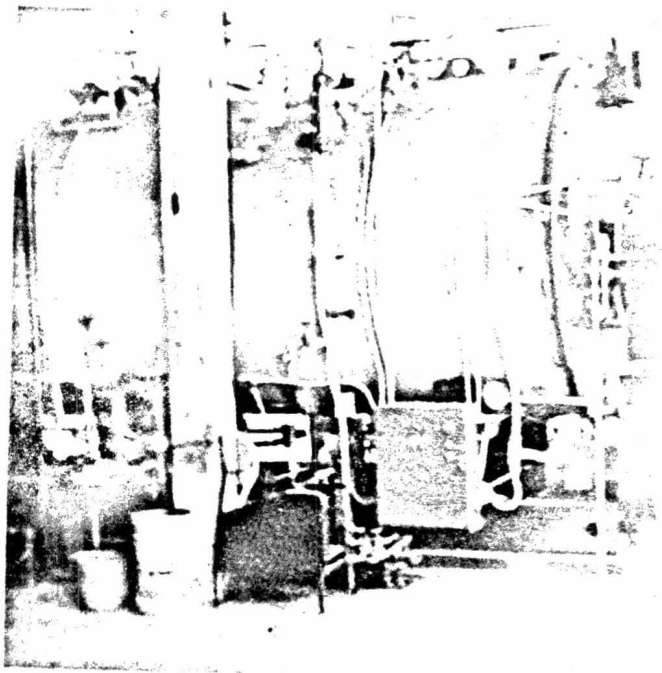


Fig. 7

Vista lateral de la caldera

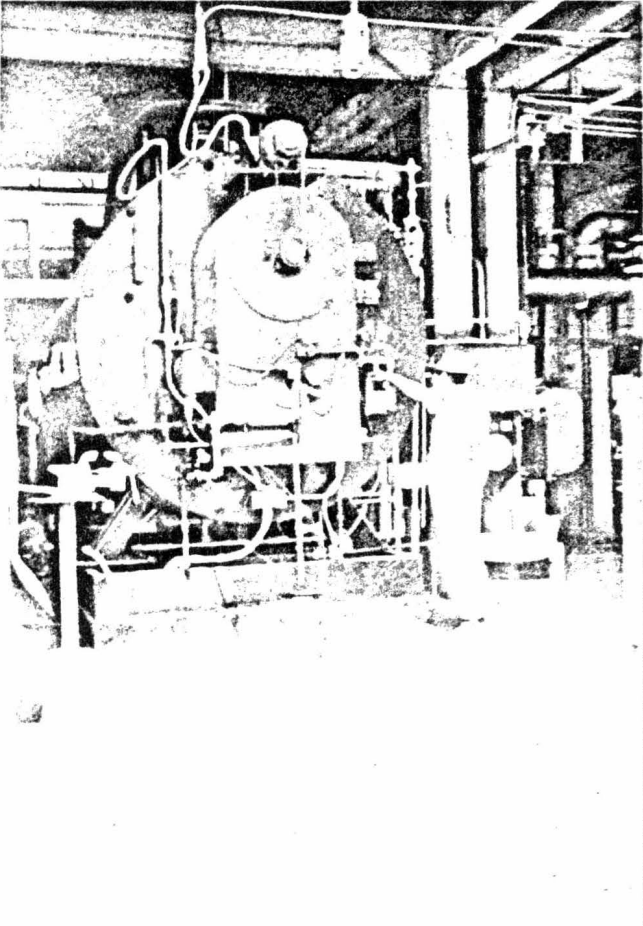


Fig. 8

Regulando la flama de la caldera

CARACTERISTICAS DE LA CALDERA

TIPO.- "MARINA" la cual está formada a base de tubos horizontales de retorno, que es por los que fluye el agua tratada.

CAPACIDAD CALORIFICA hasta 100 C.V.

PRESION MAXIMA AUTORIZADA de 10.5 Kg/cm³

TIRO FORZADO VERTICAL.

ALIMENTACION DE AGUA.- A base de bombas dobles de impulsores de disco eléctricas, las cuales están en batería para el caso de emergencia necesario pueda funcionar cualquiera de ellas y no interrumpir la producción.

CALENTADORES DE COMBUSTIBLE.- Se utilizan dos tipos de calentadores, eléctricos y de vapor.

AGUA DE ALIMENTACION.- Con respecto a el agua de alimentación, ésta es tratada en ablandador de resina y a su vez és te es regenerado con sal.

COMBUSTIBLE UTILIZADO.- El tipo de combustible utilizado en la caldera es de los tres tipos siguientes:

PETROLEO CRUDO

DIESEL

GAS (siendo éste último el menos utilizado).

2.4 SISTEMA DE ENFRIAMIENTO.

Con respecto al sistema de enfriamiento y dado a que en sí la temperatura requerida para la filtración de la Dipirona en cualquiera de sus tres fases (CRUDA I, CRUDA II, y PURA) es del rango de 10°C a -10°C mínimo.

Por otro lado como se requiere también fluido-frío para enfriamiento de los condensadores, entonces es necesario que el tipo de salmuera utilizada para éste fin sea lo suficientemente fría como para poder condensar los vapores de la solución destilada y los cuales salen mas o menos a la temperatura de 75°C .

El tipo de salmuera es a base de una mezcla de Dicloro Etileno en Metanol la cual tiene un punto de congelación de más o menos -35°C . Se cuenta además a manera de almacenamiento de la salmuera de un tanque con aforo de -- 8,000 litros, estando dicho tanque recubierto con capas de celulosa y fibra de vidrio a manera de aislante y con el fin de que la salmuera se mantenga fría.

El tipo de compresora utilizada para el enfriamiento de la salmuera es una compresora tipo MYCON con las siguientes características:

TIPO NWGB

MOTOR 6 CIL.

DIAM 130

CARRERA 100

Además como complemento tiene 4 condensadores de 0.8 m. de diámetro y 6 m. de longitud.

El enfriamiento de la salmuera se lleva a cabo con enfriamiento a base de Amoniaco en los tubos de los condensadores.

Cuando en la compresora falla el enfriamiento se llevan a cabo purgas periódicas del aceite de la compresora todo esto con el fin de que la válvula reguladora se destape y así pueda seguir circulando el amoniaco.

Respecto a las bobinas de la compresora éstas se cierran cuando está muy fría la salmuera y quedan trabajando solamente con aceite.

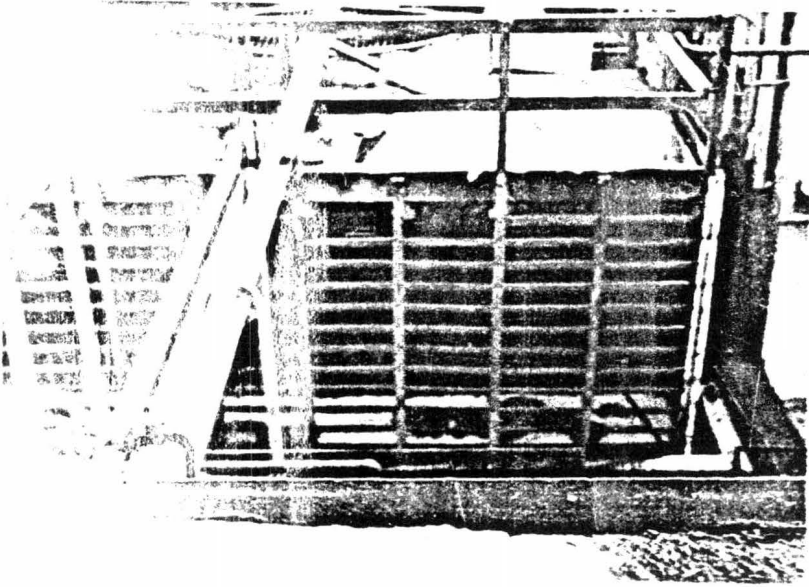


Fig. 9

Torre de enfriamiento

Los condensadores tienen una válvula de purgas para el caso en que aumente la presión ésta pueda purgarse por dicha válvula, tal como el caso del aceite.

Los 4 condensadores trabajan de la siguiente forma:

El 1o. se utiliza en sí, como depósito de Amoniaco.

2o.- Enfriado a base de agua y amoniaco, para lo cual el agua sirve para ayudar a enfriar el amoniaco y así mismo el amoniaco al agua según sea el caso.

El 3o. Este condensador también a base de Amoniaco y agua para el enfriamiento de la salmuera, sirve como base ya que la Compresora no trabaja en caso de no tener la circulación del agua y de la salmuera al mismo tiempo, ya que al faltarle cualquiera de las 2 cosas hace vacío y para.

El 4o. Condensador se utiliza como un sustituyente en caso de emergencia y de que no funcione cualquiera de los anteriores ó bien en caso de que estén en limpieza de los tubos para desincrustarlos.

De una manera general las descripciones dadas -

en las páginas anteriores sirven para dar una idea acerca de las características del equipo utilizado el cual como ya lo dije con anterioridad el que dicho equipo era utilizado para otros fines, así que al cambiar de giro todos los detalles se fueron corrigiendo conforme se fueron necesitando.

Ahora bien con respecto a la potencia de las bombas para el traslado de los fluidos, tanto en el Sistema de Enfriamiento como en Calderas las bombas utilizadas son de impulsor de centrifuga de 5 HP. de potencia. Pero considerando la potencia de las bombas utilizadas ya en la planta de la producción de la DIPIRONA, para ver que potencia es requerida en el bombeo, los cálculos se hacen mediante las siguientes bases:

2.5. CALCULO DE LA CABEZA TOTAL DE BOMBEO, PARA CALCULAR LA POTENCIA DE LA BOMBA UTILIZADA EN UNA DETERMINADA PARTE DEL EQUIPO.

$$1.- \text{Fórmula } HP = \frac{Q H P}{247,000 \text{ } \mathcal{E}(\text{bomba})}$$

2.- Haciendo uso del teorema de Bernoulli

$$Z_1 + \frac{144 P_1}{\rho_1} + \frac{v^2}{2g} = Z_2 + \frac{144 P_2}{\rho_2} + \frac{v^2}{2g} + h_l$$

Pero como el fluido tiene la misma densidad en todo el proceso.

$$\text{ó sea que: } \rho_1 = \rho_2$$

Además como la velocidad se mantiene constante así que será:

$$V_1 = V_2$$

Por lo que la ecuación se simplifica y queda:

$$\frac{144}{\rho} (P_1 - P_2) = (Z_2 - Z_1) h_l$$

3.- Fórmula para la cabeza:

$$h_l = 0.1863 \frac{f L v^2}{d}$$

4.- Así mismo también para el número de Re.

$$Re = 123.9 \frac{d v \rho}{\mu}$$

$$\text{donde: } v = \frac{0.408 Q}{d^2}$$

Ahora con respecto a la longitud equivalente:

$$K = f \frac{L}{D} \quad \text{de lo cual} \quad \frac{L}{D} = \frac{K}{f}$$

$$\text{por lo tanto} \quad L = \left(\frac{K}{f} \right) D$$

5.- Tipo de tubería utilizada cédula 40 de 1 1/2" de diámetro

En base a lo anterior: $d = 1.610$ y $d^2 = 2.592$

$$D = 0.1342$$

6.- Determinación de la velocidad teniendo como base experimental que el flujo $Q = 50$ Gal/min.

$$v = \frac{0.408 Q}{d^2} = \frac{0.408 \times 50}{2.92} = 0.79$$

7.- $\rho = 0.98$ gr/cm³ Determinado experimentalmente pero transformándolo a lb/ft³ queda como sigue:

$$0.98 \text{ gr/gr}^3 \times \frac{1 \text{ lb}}{452 \text{ gr}} \times \frac{27,000 \text{ cm}^3}{1 \text{ ft}^3} = 58.4 \text{ lb/ft}^3$$

8.- Utilizando el viscosímetro $\mu = 1.08$ cp.

$$\Re = 123.9 \times \frac{1.610 \times 0.79 \times 58.4}{1.08} = \frac{9190}{1.08} = 9166$$

$\Re = 9166$ lo cual corresponde a flujo turbulento

9.- Con el \Re y $\frac{\epsilon}{D}$ $f = 0.04$

10.- Determinación total de la longitud equivalente.

$$\frac{L}{D} = 30 \times 2 = 60 \quad (2 \text{ codos de } 90^\circ)$$

$$\frac{L}{D} = 13 \times 3 = 39 \quad (3 \text{ válvulas de compuerta})$$

Como $K = \frac{L}{D}$ y para éste caso las pérdidas a la salida $K = 1.02$

de lo que $\frac{L}{D} = \frac{K}{f} = \frac{1.02}{0.04} = \frac{102}{4} = 25.5$

$$11.- \frac{L}{D} = 60 + 39 + 25 = 124$$

$$\text{como } L = \frac{L}{D} = 124 \times 0.1342 = 15.18$$

$$L = 2+7+21+12+4 = 46 \text{ ft.} + 15.18 = \underline{\underline{61.2}}$$

12.- Pérdidas en la cabeza

$$h_f = \frac{0.1863 \times 0.04 \times 61.2 \times .6241}{1.610}$$

$$h_f = \frac{0.456 \times 0.6241}{1.610} = \frac{0.285}{1.610}$$

$$h_f = 0.1764$$

13.- Cabeza total de bombeo:

$$Z_2 - Z_1 + h_f = 30 - 0 + 0.1764 = \underline{\underline{30.1764 \text{ ft.}}}$$

14.- Finalmente ya con todos los datos anteriores se determina la potencia de la bomba, la cual se requiere que tenga una eficiencia del 80 %.

$$\text{HP} = \frac{50 \times 30.1764 \times 58.4}{247,000 \times 0.80}$$

$$\text{HP} = \frac{388,200}{197,900} = 1.457$$

Así que dando un margen de 0.5 HP a favor la —
bomba utilizada será de:

$$\underline{\underline{\text{HP} = 2}}$$

CAPITULO III

PRUEBAS DE ARRANQUE Y PROCESO

Introducción.

Es obvio que siempre que se va a arrancar un proceso, sea conveniente hacer pruebas en el equipo y así mismo es muy necesario, el de utilizar plantas piloto, las cuales normalmente se llevan a cabo en el Laboratorio.

Estas pruebas nos sirven para darnos una idea real de lo que puede pasar durante el proceso lo cual aunque las condiciones no son iguales respecto a volúmenes en el proceso, sin embargo son semejantes en las condiciones de operación, ya que se toma una escala determinada en lo referente a los reactivos a utilizar.

Así pues siguiendo cada uno de los pasos y sin dejar de observar la reacción un solo momento, sobre todo en los pasos críticos ó sea a la hora de adicionar reactivos que es el punto clave de que una reacción química pueda cambiar de un momento a otro y más aún si se trata de una reacción de carácter exotérmico.

Otro aspecto importante que se debe considerar

en la planta piloto es el de observar los cambios que va sufriendo la reacción con el incremento de la temperatura y - para lo cual se van anotando los aspectos físicos del pro-- ducto en proceso en cada incremento de temperatura hasta -- que nuestros reactantes pasen al estado de solución que es-- en éste punto en el cual todos los reactantes se fifunden - para ir formando el nuevo compuesto. Aunque debo decir que no es en éste punto donde necesariamente los reactantes se-- transforman en productos, pues ésto además está relacionado con el tiempo de reacción que se les dé y si es necesario - bajar más la temperatura ó viceversa, lo cual también está-- íntimamente relacionado con el tiempo de duración de la - - reacción.

Después se debe considerar el aspecto de la -- concentración ya que una vez que se ha efectuado el paso de que los reactantes han pasado a formar un determinado pro-- ducto, éste debe estar a una determinada concentración para lo cual se toma una muestra y mediante un factor determina-- do se hacen los cálculos necesarios. Una vez, que la mues-- tra fué previamente analizada, se determina; la cantidad de solvente que será necesario destilar, para que así nuestro-- producto quede a una concentración requerida y posteriormen-- te pase a Filtración y Secado.

Debo decir que es mucha la versatilidad de las plantas piloto, pero para éste caso, me he apegado especifi-- camente al Análisis previo del comportamiento de la Dipiro-- na Sódica durante las pruebas efectuadas en el Laboratorio.

3.1 GENERALIDADES SOBRE ARRANQUE DE PLANTAS.

Haciendo un análisis de lo que significa la palabra arranque industrialmente hablando, debo decir que significa: "El inicio ó punto de partida de un determinado proceso cualquiera que sea su rama". Aunque en sí podría haber la confusión de que si dicho arranque se refiere al -- arranque de la planta por si sola ó sea sin llevar a cabo inicialmente adición de materias primas para el proceso -- lo cual en cierta forma vendría siendo una prueba del equipo en general denominada más comúnmente como prueba en blanco.

De tal forma que éste tipo de prueba no se le puede considerar de ninguna manera como un arranque, pues -- simple y sencillamente ésta sería una prueba general del -- equipo. Se ha llegado a la conclusión de que el arranque -- de una planta viene a ser cuando ya todo el equipo ha sido -- plenamente probado en todos sus aspectos y que al momento -- de efectuar la adición de materia prima y comenzar a abrir -- las válvulas de los servicios requeridos es entonces cuando se está llevando a cabo el arranque pleno y real de una -- planta.

Así mismo a partir de ese momento el problema -- principal que se presenta en las nuevas plantas de proceso -- es la incertidumbre que se crea en lo concerniente de lle -- var a cabo una operación normal en sus dos aspectos, tanto --

en el proceso como en el funcionamiento adecuado del equipo.

En la primera etapa correspondiente al arranque, es por demás decir que se presentan un gran número de problemas y esto se debe principalmente a que se desconoce el funcionamiento de la nueva planta, pues aunque todo el equipo haya sido plenamente probado en condiciones normales no es lo mismo de cuando se está llevando a cabo una reacción en el seno de los aparatos y más aún si se trata de una reacción de carácter exotérmico, aunado a todo esto podemos mencionar un problema más que es el desconocimiento de la planta por parte del propio personal de producción.

Por ésta y otras razones más podemos darnos cuenta de que no existe en la actualidad un método sistematizado para el arranque de una planta cualquiera que sea su tipo pues inclusive en el caso que se trate de una planta y otra que elaboren el mismo producto y a las mismas condiciones, sin embargo cada una de ellas aunque son semejantes -- los problemas a la hora del arranque no son los mismos y es por ésta razón que cada empresa industrial tiene que tener sus bases específicas a cerca del arranque de su planta y además estar sujeta a los problemas que se presenten durante el mismo.

La secuencia de arranque seguida para la planta de Dipirona Sódica a grandes rasgos fué como a continuación detallo.

Primeramente y dado que la Dipirona es un producto con fines curativos, es obvio que para su proceso se requieran especificaciones sumamente estrictas, razón por la cual es necesario llevar un control muy preciso no solo de sus variables de operación, sino que previamente el control se hace exhaustivo desde el análisis de la materia prima, control y análisis durante el proceso y control de calidad riguroso del producto final.

Una vez que el equipo está ya en la mejor disposición técnica y listo para el arranque se sigue la siguiente secuencia.

- a).- Se prueba que las líneas de servicios estén libres de basuras y pequeñas limaduras de fierro para lo cual se hace pasar corrientes de aire a presión.
- b).- Se checa que los reactores queden completamente limpios.
- c).- Se efectúa la adición de solvente y posteriormente se carga el carbón activado y tonsil para formarle torta al FS (FILTRO - SCHEIBLER) recirculando.
- d).- Se adiciona la materia prima con agitación constante.

e).- Se acondiciona el by-pass para flujo de vapor por el enchaquetado del R-2 y se abre lentamente la válvula del vapor para elevar temperatura hasta 70°C que es a la cual se lleva la reacción.

f).- Las variables a controlar durante la operación son: Temperatura, Presión y Tiempo de residencia.

g).- Filtración

h).- Secado.

b) Pruebas del Proceso en el Laboratorio.

Reactivos y Solventes:

Metanol Puro

Metanol Destilado

Filtro-ayuda

Metilen Bis

Meta Bisulfito de Sodio ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_5$)

Paraformal dehidro

Filtro ayuda

Una vez que nuestra materia prima fué previamente analizada y aprobada por el Laboratorio de Control de Calidad, se llevan a cabo las pruebas del proceso en el Laboratorio de la siguiente manera:

En un matr az redondo de 3 bocas y 5 lts. de -- aforo se cargan:

METANOL PURO

DICALITE (Filtro-ayuda)

Se mantiene en agitaci n por un tiempo aproximado de 30 min. a temp. ambiente.

Despu s de que ha permanecido los 30 minutos en agitaci n se pasa la soluci n por Buckner a un Quita-Sato - con vac o. Una vez que toda la soluci n ha pasado por Buckner, se regresa nuevamente al matr az redondo y se procede a la adici n de la materia prima.

Se cargan: (CON AGITACION CONTINUA)

METILEN BIS

Na₂ S₂ O₅

Paraformal dehidro

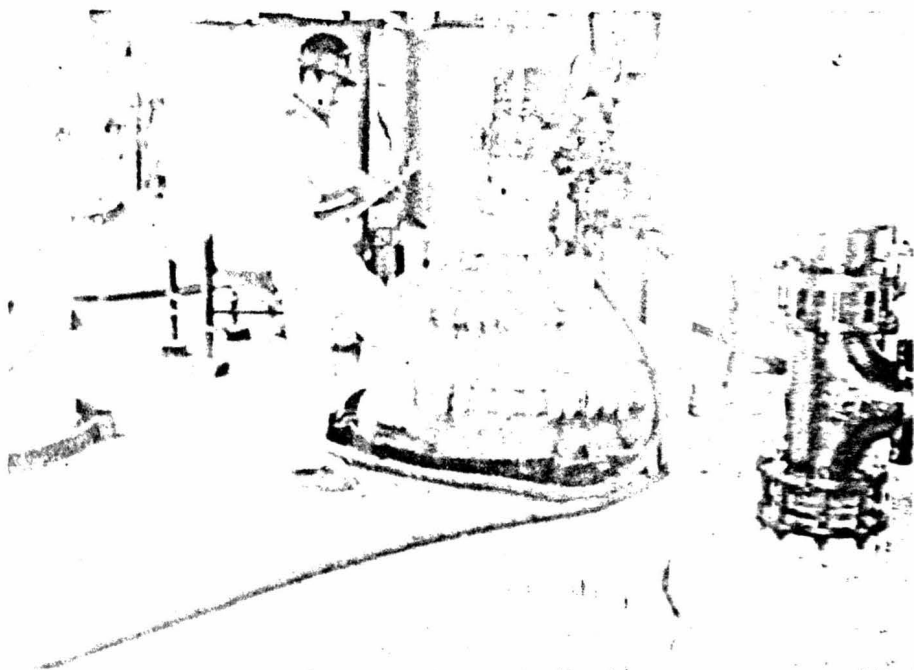


FIG. 10

Checando datos de presión, temperatura
y destilación en una prueba en blanco.

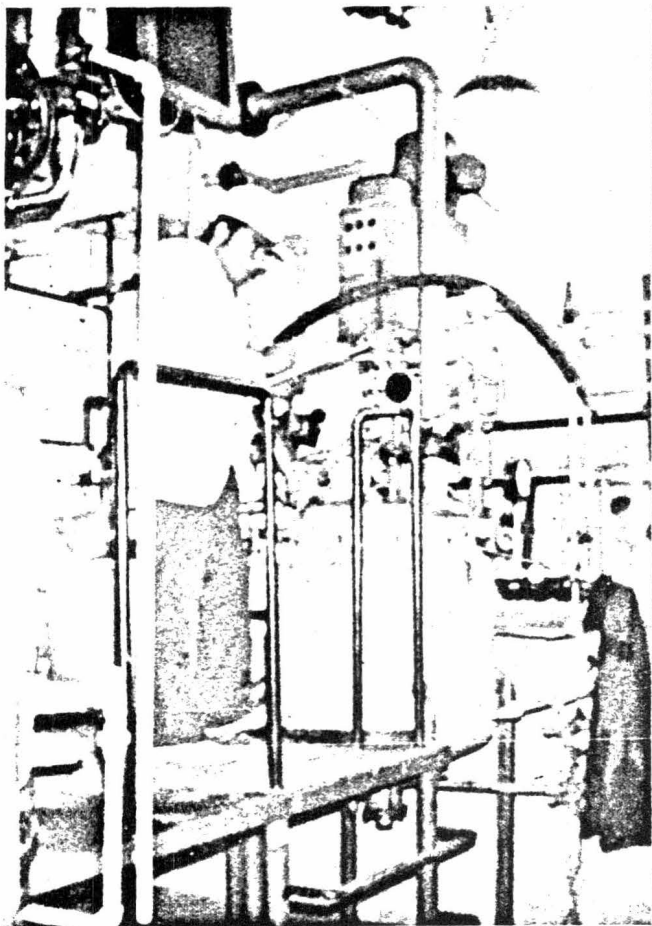


FIG. 11
Tomando datos en la planta
piloto.

CARBON ACTIVO

FILTRO AYUDA (DICALITE)

Al terminar la adición de la materia prima, se coloca un termómetro en una de las bocas del matrás y ésta se deberá de poner en contacto con la mezcla para ir chequeando la temperatura de una manera más exacta.

Ahora bien, por la boca que queda disponible, se le coloca un aditamento con una válvula que nos sirva para la graduación de la alimentación del Nitrógeno ya que dicha Reacción se debe llevar a cabo en presencia de atmósfera inerte y para lo cual al inyectar el Nitrógeno desplazamos el aire del interior del matrás.

Nota. 1.- De no ser que exista atmósfera inerte podría suceder de que nuestra mezcla se incendiara e inclusive llegaría a reventar el matrás ya que el Metanol es un solvente muy inflamable.

Además como 2a. precaución, se debe de considerar que siempre que se estén haciendo pruebas con solventes orgánicos como son: Metanol, Etanol, Benceno, Heptano, etc. etc., nunca y por ningún motivo se deberán calentar a fuego directo, sino que siempre se deberá llevar a cabo el calentamiento por medio de parrillas eléctricas y además tenien-

do especial cuidado que la resistencia de éstas esté completamente protegida, para que en caso de que haya algún derrame de la solución no caiga sobre la resistencia, porque si no de nada nos serviría el estar utilizando la parrilla en mal estado.

Continuando con el desarrollo de la prueba en el Laboratorio y una vez que ya se ha cargado toda la materia prima, se va calentando paulatinamente hasta llegar a 65°C que es la temperatura a la cual, nuestros reactivos -- que primeramente estaban en forma de Suspensión pasan al Estado de Solución y para ésto hay 2 formas de llevar a cabo la reacción:

1a. Con agitación y sin reflujo.

2a. Sin agitación y con reflujo.

Aunque en realidad cualquiera de las dos formas es aceptable ya que en si lo que se desea es que la solución se homogenice lo mejor posible y para ésto se le dan dos hs. de reacción a la temp. de 65°C .

Una vez que han terminado las dos hs. de reacción sigue la eliminación del carbón ó bien de substancias ajenas a la reacción, las cuales pueden ser impurezas de la materia prima ó bien del mismo equipo que aunque haya sido-

lavado, podrían habersele quedado ciertas impurezas para lo cual se procede a llevar a cabo una filtración y ésta se hace las veces que se considere necesario, hasta que el producto salga perfectamente claro.

El filtrado ya una vez que sale claro se pasa a otro matraz y se hacen los respectivos lavados con METANOL al equipo, lo cual se hace con el fin de aprovechar todo el producto que pudiera haberse quedado adherido a las paredes del matr^áz y del quita-sato, ya que de no ser así los rendimientos menguarían conforme se fuera trasvasando de un recipiente a otro y entonces como resultado tendríamos que nuestro rendimiento final se vería afectado, obteniendo un rendimiento menor al esperado.

Al igual que el lavado del matr^áz y del Quitasato se drena el Buckner con un poco de Metanól y se reincorpora también a la solución principal.

Cuando ya se han juntado: La Solución principal, los lavados con Metanól y el drenado se calientan hasta que la solución se torne clara, para lo cual una vez que ya tenemos ésta condición se toma una prueba con una pipeta a la vez que se le determina el volumen en el matr^áz.

2a. Nota.- Este viene a ser un punto crítico de la reacción

ya que la muestra que se tome nos servirá como base para saber a que concentración se requiere dejar la solución. Lo cual quiere decir que con dicho factor, sabré cuanto Metanól tengo que destilar de la solución; así que para ésto se requiere una serie de cálculos relacionados con los componentes de nuestro producto intermedio y según el resultado de la prueba en el Laboratorio se procede a efectuar los cálculos para saber que tanto Metanól se va a Destilar.

3.4. TOMA DE LA MUESTRA.- Para tomar la muestra son necesarias 4 pipetas, de lo cual la muestra en cada una de ellas queda destinada como sigue:

Se toma aproximadamente un ml. de muestra y se pasa rapidamente a un matráz Erlen-Meyer los cuales previamente ya han sido aforados, para que una vez que se les pasa la muestra se pesen nuevamente y así conozcamos el peso de la muestra el cual nos servirá para los cálculos respectivos. Debo hacer notar que para que no haya ninguna confusión, los 3 matraces quedan identificados como M(1), M(2) y M(3). Así mismo como uno de los puntos del Análisis requiere la determinación de % de agua en la solución, así que lo que vendría siendo (M(4)) se pasa directamente de la pipeta al vaso del titulador de Karl-Fisher que es en el cual se determina el % H.

Ahora bien el análisis se lleva a cabo como sigue:

Para la M(1) se le determina contenido de SO_2 - en la solución y ésto se hace adicionando 50 ml. de agua -- destilada a la muestra con el fin de disolverla, se le adicionan 2 ó 3 gotas de ALMIDON y se titula con Na Cl 0.1 N - se anotan los ml. utilizados y así tenemos un dato acerca - del contenido de SO_2 . en la muestra.

Para el análisis de la M(2) se hace exactamente lo mismo y ésto es con el fin de asegurar más el análisis - ya que como resultado de éste análisis nos deberá dar los - mismos ml. gastados de ácido que en la M(1). Esto es considerando que el peso de la muestra sea el mismo, pues como - normalmente varía ligeramente en relación al peso, entonces por diferencia de pesos, se saca el resultado de los ml. -- gastados el cual finalmente debe de coincidir.

A éstas muestras M(1) y M(2), se les determina en serie un segundo análisis, para saber la cantidad de OXI que hay en la muestra.

La muestra se le adiciona sosa 1 N hasta obte-- ner un ph de + 9 y una vez que ya tenemos el ph requerido - se deja reposar por espacio de 10 min. Una vez que ha - - transcurrido el tiempo se le adicionan HCl 1N hasta que el ph sea de + 2 a 4 (color naranja en papel indicador ph). -- Después se titula con Iodo y se anotan los ml. utilizados.

Previamente a éstos análisis en una probeta graduada se toman 10 ml. de muestra se pasan y se obtiene tanto el volumen que son los 10 ml. de muestra, como el peso - de éste lo cual nos sirve para que obtengamos su densidad - simplemente aplicando la fórmula:

$$D = \frac{M}{V}$$

En donde M = MASA y V = VOLUMEN (ambos conocidos) así pues obtengo la densidad que me sirve como dato - para los cálculos de los análisis efectuados y quedan como sigue:

$$\frac{\text{mol}}{\text{lt}} (\text{SO}_2) = \frac{\text{ml } \text{I}_2 \times \rho}{20 \times \text{peso de la muestra}}$$

$$\frac{\text{mol}}{\text{lt}} (\text{OXI}) = \frac{\text{ml } \text{I}_2 \times \rho}{20 \text{ peso de la muestra}}$$

El cálculo para el contenido de SO_2 viene siendo una determinación para saber que tanto exceso tenemos de éste anhídrido sulfuroso, para lo cual se da un margen en un número determinado de mol/lt. de SO_2 en exceso en nuestra solución. Para lo cual en caso de que haya exceso de anhídrido, se volverá a reprocesar durante 2 hs. más a 65°C

todo ésto con el fin de que el $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_5$ reaccione lo mejor posible.

Respecto al análisis del OXI, lo cual viene siendo también una determinación del exceso de $\text{Na}_2 \text{O}$ debido a que la reacción no se ha llevado a cabo plenamente, así -- que en caso de que tengamos un exceso de éste óxido, se refluja durante 2 hs. más con el fin de que desaparezca dicho exceso y nuestro producto salga libre de SO_2 y OXI.

Nota 3.- Dado a que en éste paso que se ha determinado como CRUDO I es la base de que nuestro producto final salga bien, entonces es necesario llevar a cabo todos los análisis ó -- pruebas que se consideren convenientes según sea el caso, y los problemas que se vayan presentando durante el proceso.- Esto lo menciono porque para ésta etapa las determinaciones analíticas que se llevan a cabo son más completas que en -- las etapas consecuentes a ésta primera etapa.

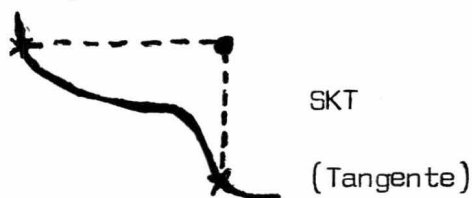
Así pues continuando con las pruebas, ahora viene el análisis para la determinación de BASE, el cual se -- lleva a cabo como a continuación describo:

Después de la prueba OXI se trasvesan las muestras (1) y (2) a un vaso de precipitados de 250 ml. teniendo especial cuidado de no dejar producto en los matraces, -- para lo cual se lavan con una pipeta conteniendo agua destiu

lada. Como para éstas alturas las 2 muestras vienen ácidas-- y que en caso de estar más abajo su ph. de 2.5 será necesario ajustarlo con Na OH IN y en caso de ser mayor se bajará a 2.5 con Hcl IN.

Esto es porque el aparato denominado titulador-gráfico, está calibrado para titular a partir de 2.5 de ph. Este análisis consiste en determinar productos alcalinos -- ajenos a la reacción.

Para determinar las mol/lt. de BASE en el Titulador y dado que en éste aparato la titulación se va determinando por medio de una gráfica, en la cual según sea el caso se va marcando una curva característica y en la cual -- para los cálculos se consideran 2 pendientes dandonos 2 puntos bases como sigue:



La diferencia entre los dos puntos encontrados-- en la gráfica se denomina como sigue: \cong SKT.

donde: SKT = constante de Titulación de la gráfica los -- cálculos se efectúan a partir de la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{SKT} \times \rho}{40 \times \text{pm.}} = \frac{\text{mol}}{\text{lt}} \quad (\text{BASE})$$

donde:

SKT = Constante de Titulación

ρ = Densidad de la muestra

pm = Peso de la muestra (en gramos)

40 = Cte. del aparato Titulador

Determinación de formól en la muestra.

Como ya había dicho previamente a cerca de las muestras ó sea el medir 1 ml. de solución por medio de una pipeta y luego pasarlo a un matríz Erlen/Meyer de 250 ml. - Más debo hacer mención que para éste caso se toman 2 ml. de muestra y luego se pesan sabiendo de antemano que el matríz ya fué previamente tarado. Se adicionan 50 ml. de agua -- destilada para disolver y homogenizar bien el producto, para lo cual una vez que ya está completamente disuelto se le adicionan 0,2 grs. de Na_2SO_3 (Sulfito de Sodio). Se deja en reposo durante 15 min. Una vez que ha transcurrido dicho tiempo se le agregan 2 ml. de Timolftaleina y se procede a llevar a cabo la titulación con HCl 0,1N hasta VIRE azul -- tenue.

Los cálculos se llevan a cabo por medio de la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{ml. Formol}}{\text{lt.}} = \frac{\text{ml. HCl gastados} \times \rho}{10 \times \text{pm.}}$$

donde:

pm = Peso de la muestra en gramos

ρ = Densidad de la solución

El proceso puede continuar si el resultado para el contenido de formol en la solución es de 0.001 mol/lt.

CONTENIDO DE H₂O).

Ahora bien respecto al agua que debe llevar la solución la cual deberá ser de 1.9 mol/agua por 1/mol de -- Novalgina y como ya tenemos ciertos datos que se requieren para el cálculo del contenido de agua en la solución, los cálculos pueden obtenerse por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{Kgs. de H}_2\text{O en la sol} = \frac{V \times \% \text{ H}_2\text{O}}{100}$$

$$\text{Kgs. de H}_2\text{O necesarios} = \frac{V \text{ Av. SO}_2 \times 1.9 \times \text{Pm. H}_2\text{O}}{100}$$

V = volumen total en el reactor

Av. SO₂ = peso promedio de las muestras

Debo decir que para la primera fórmula el % de agua se obtiene directamente en el Karl-Fisher y para esto el manejo de dicho aparato lo mencionaré posteriormente.

Como dato adicional sé de antemano que la densidad $H_2O = 1 \text{ gr/cm}^3 = 1 \text{ gr/cc.}$ por lo cual por medio de las dos fórmulas anteriores puedo obtener tanto Kgs. como lts. de agua que hay en la solución ó que deben haber.

En la primera fórmula me sirve para conocer -- cuantos lts. de agua hay en total en la Sol. en el Reactor.

Mientras que la 2a. fórmula me sirve para saber la cantidad de agua que será necesario adicionar en caso de que mi solución esté más concentrada y para lo cual será necesario diluirla un poco más.

Una vez que se han calculado los kgs. de agua -- que serán necesarios de adicionar a nuestra solución en caso de necesitarlos se procede a llevar a cabo la filtración.

Indudablemente que el punto más importante en la elaboración de la Dipirona Sódica respectoa la primera etapa denominada obtención de CRUDA I es el de la concentra



QUÍMICA

ción, la cual está basada sobre la cantidad de Metanól que hay que destilar y en éste punto es, en el cual primeramente se considera un valor opcional como Factor a cerca del Metanól que será necesario destilar.

Pues sucede que si destilamos más Metanól de la cuenta nuestro producto final nos queda muy concentrado y por ésta causa hay problemas en la filtración. Ahora que si en caso contrario, el factor obtenido para la destilación, es un número tal, que nos deje nuestro producto final lo bastante diluido, sucederá que durante el programa de enfriamiento y al adicionar el agua, nuestro producto se varía afectado en su rendimiento total, ya que durante la filtración habría pérdidas por ser la Dipirona soluble en agua.

Sin embargo y como clave se ha considerado el que el factor para la Destilación de Metanól esté dentro del rango de 1.5 mól./l. a 2.5 mól/l. Sobre ésta base se van haciendo cálculos, pruebas teóricas y prácticas a cerca de como nos quedaría nuestro producto final tomando valores de destilación dentro de éste rango.

Ahora bien, la obtención del factor a cerca de los litros de Metanól que son necesarios destilar a la solución con el fin de obtener una concentración adecuada se lleva a cabo a partir de la siguiente fórmula:

$$\frac{V_1 \times SO_2}{\text{FACTOR}} = V_2$$

$$\underline{V_1 - V_2 = \text{METANOL A DESTILAR}}$$

DONDE:

V_1 = Volumen de la Solución en el Reactor.

V_2 = Volumen final en el Reactor después de la destilación.

SO_2 = Promedio de mol/lit. de las muestras 1 y 2

F = Factor dado tentativo para METANOL A DESTILAR.

Así pues vemos que en la ecuación anterior tenemos 2 incógnitas, F y V_2 , para lo cual como ya dije antes, para obtener V_2 lo hago dando valores tentativos para F entre el rango de 1.5 a 2.5 mol/lit. de Metanol a destilar y cuando vea que para cada valor calculado de F tenga una concentración dada para mi solución, entonces viendo el aspecto físico de cada concentración, tomaré el factor que considere más conveniente y después éste se tomará como base para todas las siguientes destilaciones y para lo cual viendo que si posteriormente la concentración final, se llegara a-

alterar, sería necesario nuevamente calcular otro factor -- para los litros de Metanól a destilar.

Para concluir la parte experimental en el Laboratorio, después de la destilación de Metanól y después del programa de enfriamiento que por cierto deberá de ser pausado y llevarse en tiempo demás o menos 6 horas, hasta la temperatura final de 20 °C y a continuación seguirán las operaciones de filtración y secado para cuyas operaciones en el laboratorio no hubieron problemas para éstos dos últimos pasos, y se llevaron a cabo satisfactoriamente.

Es sin lugar a dudas de que existe una marcada diferencia durante el desarrollo de un proceso químico en el laboratorio y en la Planta, ya que aunque los procedimientos se lleven a cabo en escala, es más fácil controlar una reacción en el laboratorio debido a que el equipo es más manuable y los reactivos son en pequeñas cantidades. Mientras que en la Planta la situación se complica un poco más comenzando los problemas por el equipo utilizado y es ésta una razón de la cual me he valido para dar a conocer algunos de los problemas que se presentaron durante las pruebas, tanto del equipo como del proceso en sí en general.

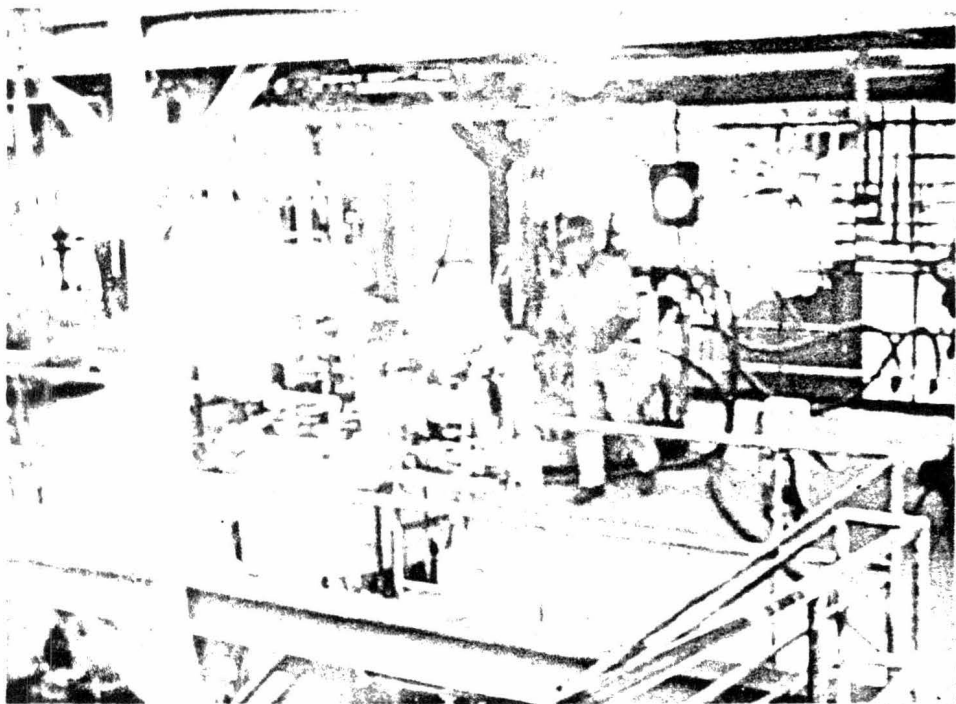


FIG. 12

Pruebas del equipo en la planta.

PRUEBAS DE ARRANQUE EN EL EQUIPO.

Indudablemente que antes de llevar a cabo el proceso ya en formas, es muy conveniente y necesario el llevar a cabo una revisión general del equipo, así como probar posibles fugas, fallas eléctricas, altas y bajas presiones y en general cualquier anomalía que se presente.

El equipo principal utilizado son los 3 reacto--res los cuales he catalogado como: R-1, R-2, R-3 considerando que el principal de ellos será el R-2 ya que éste es el Reactor clave para el inicio de las operaciones y siendo -- que la colocación es en serie, esto dará más facilidad y -- fluidéz al proceso para pasar de R-2 R-1 ó bien de R-2 R-3.

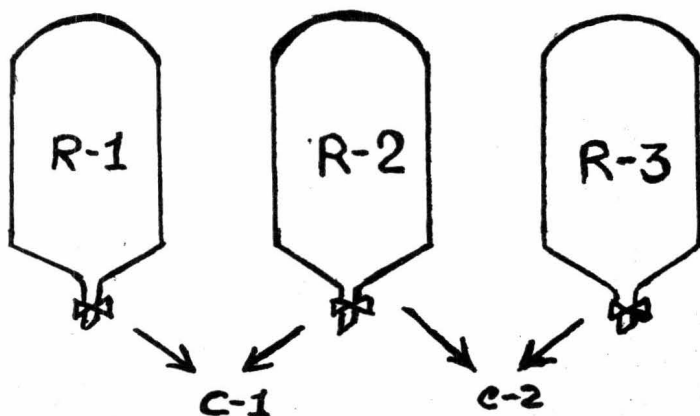


DIAGRAMA DE COLOCACION DE LOS REACTORES Y CENTRIFUGAS

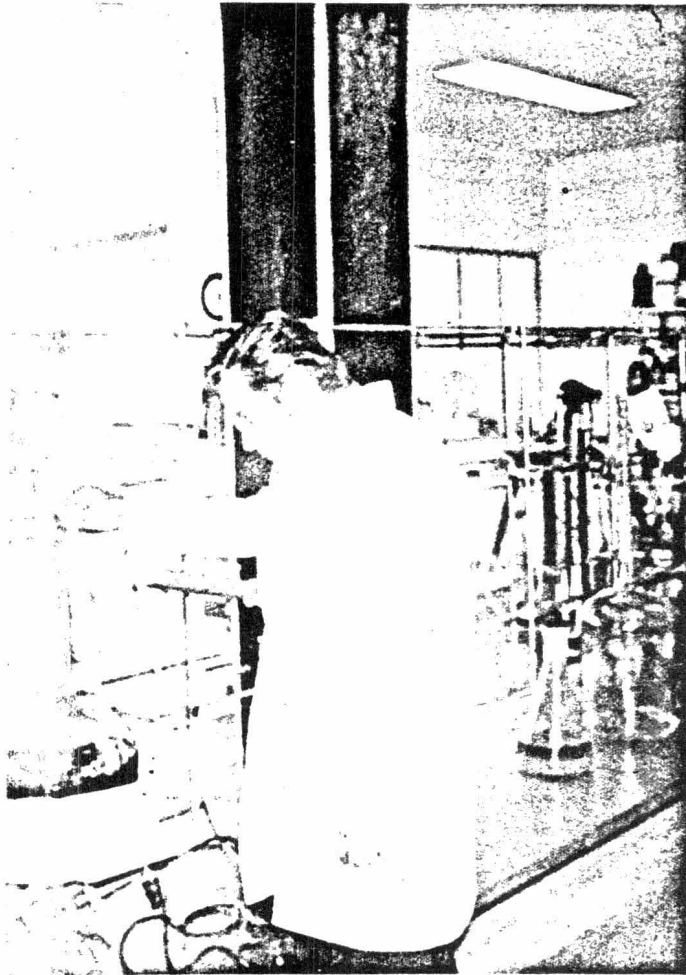


FIG. 13

Pruebas del proceso en el laboratorio

3.5. PROCEDIMIENTO DE CALENTAMIENTO DEL EQUIPO Y DE LA TRAMPA

Así pues de una manera general debo hacer notar que con respecto a la colocación del equipo, ha sido instalado de una forma tal que sea de lo más accesible posible, ya que cuando un equipo está colocado con respecto a las operaciones que se llevan a cabo durante el proceso, lo primero que se gana por principio de cuentas es tiempo.

3.6. PRUEBAS EN EL EQUIPO

Ahora bien en seguida mencionaré algunos de los contratiempos que suceden durante las pruebas del Equipo.

Se prueba el sistema de calentamiento a base de vapor en la chaqueta del R-1 y se encuentra que hay continuos cambios en el sistema de calentamiento. Se busca la causa que los origina y se encuentra con que la falla está en el by-pass pues precisamente en la trampa de condensados no funciona correctamente, dejando pasar en ocasiones gran parte de los condensadores lo cual viene a dar como resultado el que haya bajas en la temperatura; se ajusta el desperfecto de la trampa ajustando el check y haciéndole pasar mayor presión de vapor hasta calibrarlo y su funcionamiento se normaliza.

Prueba en el R-2 el cual se llena de agua para--
chechar el agitador y que no se caliente el motor al estar -
agitando, se deja por espacio de 2 horas y pasa la prueba -
satisfactoriamente y sin calentamiento alguno. Aprovechan-
do que el aparato está lleno de agua se le descarga una po-
ca, se le adiciona jabón y espumante suficiente y posterior-
mente se cierra la boca del Reactor, para posteriormente in-
yectarle aire para probar posibles fugas.

Se notan en seguida fugas por la boca de alimen-
tación las cuales se solucionan simplemente apretando un po-
co más las tuercas que la sujetan. Sin embargo instantes -
más tarde comienza a salir espuma por el estópero del agita-
dor, así que se procede a ventear el aparato, y después se-
empaca mejor el estópero con el eje del agitador, se vuelve
a presionar el Reactor y la fuga desaparece, quedando OK. -
respecto a fugas.

Se procede a llevar a cabo una prueba del filtro,
la cual se lleva a cabo con agua, 10 Kgs. de Tierra fuller-
y 5 Kgs. de Carbón Activo. El resultado de ésta prueba du-
rante la filtración es negativa, ya que el carbón activo -
Pasa a través del filtro, por ser muy fino el Filtro-ayuda.

Se prueba el filtro únicamente con agua y 10 Kgs.
de tierra-fuller, para lo cual se circula la solución duran-
te 15 min. Una vez que comenzó a clarificar se le adicionan

los 5 Kgs. de carbón activado y se recircula durante otros-15 minutos más, sin embargo nuestro resultado vuelve a ser negativo.

Estos resultados son debidos a que tanto el carbón activo como la tierra fuller son muy finos lo cual hace que pasen a través del filtro y que la solución no clarifique.

Se vuelve a hacer nuevamente la prueba de filtrado sólo que en ésta ocasión se lleva a cabo con agua y con 10 Kgs. de TONSIL, el cual viene siendo un filtro ayuda con espesor de mallas ligeramente mayor. Así pues se recircula la solución, hasta que ésta comienza a salir clara a través del filtro Scheibler y una vez que ésto sucede se procede a hacer la adición de 5 Kgs. de carbón activo; se recircula - a través del filtro y se observa que al cabo de una hora de filtración nuestra solución continúa saliendo clara y a su vez se hizo la anotación que después de los primeros 15 -- min. de filtración, nuestra solución en ningún momento siguió pasando obscura, ya que el agua seguía pasando clara.

El resultado obtenido hasta aquí fué positivo, - después se continuó la filtración por el Filtro-Prensa y en cuanto a filtrado se refiere, no hubo ningún problema.

La conclusión que se sacó a éste punto fué: que-

sería necesario que durante la filtración se usara un filtro ayuda que nos permitiera contenerlo en su totalidad, entre los sacos del Filtro-Scheibler, ya que ésta formaba buenos canales de filtración, así que se encontró que si se usa el TONSIL durante la filtración el resultado es positivo.

Prueba de Destilación en R-2.

En ésta prueba se trató de llevar a cabo una destilación, tanto de agua como de Metanol y Etanol, sin embargo se batalló bastante durante la destilación para probar el reflujo, ya que no fué posible hacerlo, debido a que la instalación estaba mal hecha en la columna del reflujo en la parte superior.

Debido a eso el arranque se retrasó una semana más aprovechando mientras para continuar haciendo pruebas y modificaciones en el equipo.

Una vez hecha la modificación del reflujo en la columna del R-2, se comenzó a destilar con agua.

El mal estaba en el desflemador, pues tenía la salida superior muy cerrada, lo cual estaba forzando la destilación y el agua estaba tardando más en destilar, teniendo también por consecuencia un mal Reflujo.

Para evitar nuevas fallas en lo que a reflujo se refiere, se cambiaron los rotámetros del sistema de reflujo y se calibraron adecuadamente, para un mejor control de la destilación.

Empieza así nuestro primer reflujo a razón de 80 lts./hr. y todo marchaba sobre ruedas, cuando a 1 hr. escasa de que se había iniciado el reflujo, falla la Energía eléctrica, lo cual vino a ser un problema inesperado y ajeno al equipo y aunque solo fué momentáneo, éste paro fué provechoso, pues debido a eso se hicieron instalaciones adecuadas en los reguladores de voltaje ya que se les adicionó un control automático para que cuando fallara la Energía eléctrica se desconectara el sistema de encendido al aparato y luego al regresar nuevamente tendrían que arrancarse manualmente y con esto se evitaba que en caso de un alto voltaje al regresar la Corriente eléctrica pudiera quemarse el motor eléctrico.

Cuando el reflujo fué normal se comienza a pasar el agua destilada a través de un enfriador y se continúa la línea hasta descargar a tambores. Termina así la prueba de reflujo y destilación quedando todo OK. para éste paso.

Nota.- Antes de comenzar el proceso debo decir que un aspecto muy importante, respecto al flujo de la Dipirona, es que debido a su poder de cristalización, fué conveniente y nece

sario proveer a las líneas de chaquetas para vapor, ya que de no ser así se tendrían problemas constantes al pasar de un aparato a otro y con ésta modificación se evitarían retrasos.

ARRANQUE.-

Se pide materia prima para hacer la primera operación de Novalgina (DIPIRONA SODICA). Para esto debo señalar que el proceso se lleva a cabo en 3 etapas que son: CRUDA I, CRUDA II y PURA pero para lo cual la parte principal del proceso está en la primera etapa ya que es en ésta parte en donde se lleva a cabo la reacción principal de la materia prima.

Así pues el proceso se efectúa como sigue:

3.10 ARRANQUE DEL PROCESO

C R U D A I

Como precaución antes de iniciar la primera operación se vuelven a probar los filtros con 10 Kgs. de TONSIL. Se recircula y cuando empieza a salir la solución se le adiciona el carbón activo, se continúa la filtración por el F. Scheibler y por el Filtro-Prensa.

La operación prueba se inicia en el R-2 y cuando todo marcha correctamente se continúa la prueba pasando luego hacia el R-1, se continúa sin problemas recirculando y al terminar la filtración se lava el equipo y se procede a cargar la materia prima en el R-2.

En R-2 Se cargan:

- METANOL
- METILEN-BIS
- P-FORMALDEHIDO
- META-BISULFITO DE SODIO
- CARBON ACTIVO
- TONSIL
- AGUA

El primer paso del proceso, consiste en recircu--lar el Metanól con el Filtro ayuda a través del filtro Scheibler durante un tiempo aproximado de 15 minutos.

El segundo paso es la adición de la materia prima, para lo cual al terminar de cargarla se cierra el aparato y se levanta temperatura para comenzar la destilación.

Debido a un error durante el calentamiento, se trató en vano de suministrar calor ya que la válvula general de vapor estaba el émbolo pegado. Se arregla el desperfecto y para reflujar más rápido se abre VALV. VACIO y comienza a destilar a los 67°C

Como dato curioso, debo decir que durante éste paso, hubo un movimiento telúrico de bastante intensidad, pero después se checó el equipo y afortunadamente todo quedó OK.

Durante el primer paso todo marcha normalmente y así continúa sin novedad y sin ningún contrat tiempo.

Sin embargo se presenta un problema más en el equipo de reflujo hacia el R-1, hay una fuga en el estópero del R-2 y otra más por la válvula de purga y una más por la boquilla de la línea hacia el retorno del reflujo el cual estaba roto y fué necesario cambiarlo. Por lo que respecta a la fuga del estopero sólo se apretó un poco más el empaque y quedó listo.

Se procede nuevamente a levantar la temperatura y poco después se terminan las 2 horas de reacción a la temp. de 65 °C que es la requerida para el reflujo.



FIG. 14

Durante el proceso de la DIPIRONA SODICA en cada uno de los pasos intermedios es necesario el estar controlando la reacción, para tal caso se toman muestras en los pasos críticos de la reacción y se llevan al laboratorio de control en donde se determina si el proceso se está llevando a cabo satisfactoriamente y en caso contrario se toman las medidas necesarias para el mismo.

Durante las 2 horas de reacción falló ocasionalmente la bomba de agua caliente parándose por momentos, lo cual se debió a las fugas en la línea de reflujo del R-1 - cuyo vapor se pasó por las líneas de agua caliente hasta -- llegar al impulsor de la bomba, siendo necesario vaporearlo ocasionalmente con el fin de desincrustarlo.

Al estar checando el equipo se encontró que hubo una rotura en el sistema de agua caliente por un codo de la línea y así que fué necesario cambiar esa pieza.

Al checar la Centrifuga I se encontró que los soportes originales se aflojan fácilmente de su base por lo - cual fué necesario hacerle ciertas adaptaciones para que al estar en funcionamiento no se desbalanceara con la carga.

Fuga por la descarga de la bomba de agua caliente, cuya válvula estaba rota y fué necesario cambiarla.

Dado que el programa de enfriamiento debe ser -- pausado fué necesario el colocar placas de orificio en las líneas de agua de enfriamiento para el R-1 y el R-3 que es en los que se lleva a cabo el programa de enfriamiento.

Se continúa con las pruebas en el equipo de la -

forma más minuciosa posible antes de continuar con el proceso. Así posteriormente se continúa con las pruebas de revisión del equipo y al poco rato se encuentra que hay una fuga de aceite por el sistema hidráulico de la Centrífuga I - por lo cual fué necesario cambiar empaques en las entradas de aceite y aprovechando se le cambió también el Tope.

No cabe duda que cuando se está llevando a cabo una prueba de arranque y chequeo del equipo suceden casos y cosas inesperadas y ésto lo digo por que no sólo los contra tiempos son en el equipo en sí, pues sucede que en ocasiones la Seguridad es un factor muy importante pues dado a -- que el equipo está aún muy inseguro, por estar a prueba uno como trabajador no se debe confiar demasiado y se tiene que andar con pies de plomo. Esto lo digo porque al estar haciendo una instalación en la parte alta de los Reactores -- uno de los mecánicos tuberos, se cayó del enfriador por haber pisado una línea floja se resbaló y quedó inconciente -- sobre la tubería de extracción de aire. Al caer rozó el -- sistema de reflujo del R-2. Pero afortunadamente no hubieron desgracias personales ni materiales, todo quedó en un -- susto y se tomó el caso como una experiencia más.

El sistema de agua caliente de la bomba no calienta las tuberías por la entrada al R-1. Se buscó en donde estaba la falla y después de ver por una y otra parte de las líneas hacia el R-1 se encontró con que uno de los mecánicos había puesto un "8" en la línea debido a un arreglo -- que se le había hecho al By-pass solo que se le olvidó reportarlo y por eso se llevó tiempo encontrarlos.

Debido a que se encontraron muchas anomalías durante el proceso fué necesario suspenderlo, hasta que el — equipo estuviera nuevamente en perfectas condiciones y poder seguir adelante con el proceso.

Algunos de los problemas que se presentaron fueron los sig:

- a) Válvula reductora de vapor a presión fallando continuamente.
- b) La bomba de recirculación del R-2 no tenía — un empaque adecuado y para lo cual se llegó a la conclusión, de que dicho empaque debería ser de Teflón ó en su defecto de asbesto y no de ningún otro material.
- c) Mal reflujo en el sistema del R-3, lo cual se debió a una fuga localizada a la entrada del enfriador, exactamente en la línea reductora-ya que ésta había sido soldada mal, siendo necesario reforzar con más soldadura la línea - reductora hacia la entrada al enfriador.
- d) Se hicieron modificaciones al sistema de en— friamiento y en la columna y así mismo se - - aprovechó para colocar una bomba en la línea - de agua de enfriamiento.

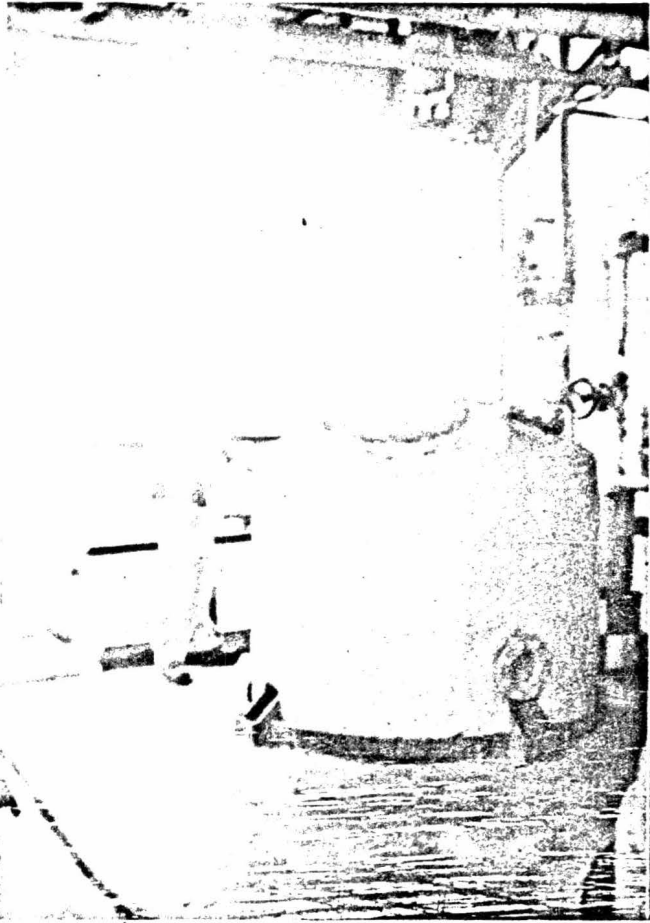


FIG. 15

Operador controlando la temperatura de destilación de la DIPIRONA en su fase de CAJDA I.

Se puede observar claramente en la figura la manipulación de la válvula del Rotámetro.

- e) El R-2 con el vidriado roto por el interior en la parte del domo, en una de las boqui---llas debido a un mal recubrimiento quedando abombado en el interior y en la boquilla válvula de pie.

- f) El alumbrado no funciona en el secador, lo -cual se debió al haber colocado los polos invertidos.

- g) Fué necesario colocar un seguro en la válvu-la de pie del R-2.

- h) Se lubricó nuevamente el equipo y se acordó-que sería necesario lubricarlo al menos una-vez a la Semana y de una manera general.

- i) El manómetro de la bomba de vacío marcaba --muy poco ya que ésta no hacía buen vacío al-condensador y al sistema general en los apa-ratos. Se buscó la falla y se encontró que-una de las válvulas estando aparentemente cerrada, se fugaba y fué necesario cambiarla.

- j) Modificación hecha al venteo de la línea del R-2 ya que fué necesario cambiar la válvula-

de 1-1/2" por una válvula de 3" lo cual fué hecho con el propósito de que existiera un venteo más rápido pues ya que al estar fría la línea el producto jalado se cristaliza impidiendo el venteo más libremente.

Una vez que el equipo está en condiciones de -- arrancar se procede a cargar nuevamente en el R-2 las cantidades necesarias para llevar a cabo la reacción.

Se carga la materia prima con agitación continua y con ligero calentamiento a 35 °C. lo cual se hace durante un tiempo aproximado de 1/2 hr. ~~de~~ preferencia con agua caliente y para ello se emplea el sistema de bombeo de agua - caliente.

Para operar éste sistema se hace de la siguiente manera:

- a) Abrir el agua de la alimentación a la bomba y en seguida se pone a funcionar la bomba para agua caliente.
- b) Se abre levemente la válvula de vapor al mezclador agua-vapor y cuando apenas se nota -- que la línea de retorno de agua caliente co-

mienza a calentarse, cerrar el vapor y el —
agua para que de ésta forma estar trabajando
sólo con el agua que está recirculando por —
la chaqueta.

De vez en cuando se abre el sistema de agua—
por para aumentar la temperatura.

PRECAUCION.— Abrir siempre las válvulas antes de
poner la bomba en recirculación, así como también el by—
pass ponerlo para agua.

Una vez que hayan terminado los 30 min. a 35 °C.
se saca una muestra para observar si la solución ya pasa —
clara. En caso de que el resultado sea positivo se agrega
la demás materia prima. En caso contrario se seguirá con —
la recirculación a través de los filtros hasta que la solu—
ción pase clara y no se cargará la demás materia hasta que—
ésto suceda.

Cuando la solución pasa OK. y cuando ya ha sido—
cargada la demás materia prima, se sigue manteniendo a 35°C.

Se procede a cerrar la boca del Reactor lo cual—
debe quedar hermáticamente bien cerrado y se comienza a ele—
var la temperatura hasta 60°C. y 70 °C.

El tiempo de las 2 hrs. de reacción se toma a — partir de que la solución llega a 60 °C.

Al término de la reacción se hace recircular el producto por medio de la bomba (a la que previamente se le puso calentamiento) a través del filtro Scheibler, durante un tiempo de + 15 min.

Una vez que la solución se clarifica más por este filtro se pasa también por el filtro prensa. Así se continúa pasando por ambos filtros durante un tiempo de + 15 min. y posteriormente se pasa la solución hacia el R-I.

Al estar pasando la solución al R-1, se debe procurar que la temperatura mínima de la solución sea de — 35 °C para lo cual se pasa vapor por las chaquetas de las líneas para que no se cristalice el producto en las líneas.

Cuando ya toda la solución está en el R-1 se mide el volumen y se toma muestra para análisis.

Las determinaciones analíticas son principalmente para saber el contenido de Novalgina, agua, ac. oximetano sulfurico, BASE, Formol, así como el volumen de metanol — que se deberá destilar a fin de que el producto quede más — concentrado.

Para medir la cantidad de metanól destilada, -- sólo basta recibirlo en tambores tarados y directamente en éstos nos vamos dando cuenta del volumen destilado. Así -- mismo otra clave durante la destilación es el Termoregistrador, ya que al observar la temperatura de destilación del -- Metanól hay un momento en que comienza a subir la temperatura.

Una clave más es observando el aspecto físico -- de la solución para lo cual cuando la destilación va llegando a su punto final, la espuma que en un principio había sobre la superficie de la solución va desapareciendo y cuando desaparece completamente la temperatura del aparato súbitamente se eleva un poco y luego comienza a descender.

Se observa que la temperatura ideal de la destilación del metanól es de 65°C.

Respecto al tiempo que durará la destilación ésta será en función del volumen de metanól a destilar.

Para darle continuidad al proceso el análisis -- de la muestra será determinado detalladamente en la 3a. parte ó sea la correspondiente a Control de Calidad.

PROGRAMA DE ENFRIAMIENTO.

- a) Para obtener una mejor cristalización, el enfriamiento se lleva a cabo de una forma programada y lenta para lo cual primeramente se mete agua por la placa de orificio durante $+ 2$ Hs.
- b) Transcurrida la primera parte del enfriamiento, después se mete agua total durante los $sig. 2$ hs. ó bien hasta que la temperatura esté entre 25 a 30 °C.
- c) Para la tercera etapa de enfriamiento, se sopla el agua de la chaqueta del R-1 y después se le mete Salmuera, con lo cual se continúa enfriando hasta que la temperatura sea de $+ 5$ °C.

La 4a. etapa del enfriamiento consiste en que una vez que la temperatura ha llegado a los 5 °C. sólo basta mantener ésta temperatura durante $+ 30$ min. para después filtrar.

FILTRACION.

Se arranca la Centrifuga hasta alcanzar 200 r.p.m. que es entonces cuando se procede a cargar.

Sucede que cuando se arranca cargada se fastidia más, debido a que el esfuerzo al arrancar es mayor y le patinan las bandas, por lo cual como precaución se acordó que siempre las cargas hay que hacerlas con la Centrifuga en funcionamiento.

Una vez que se ha cargado se acelera hasta 600 r.p.m. y se deja secando a esa velocidad de 5 a 10 min. ó bien hasta que ya no escurra.

Después se lava la carga con un poco de Metanól para lo cual dicho lavado se hace disminuyendo la velocidad a 400 r.p.m. y luego se vuelve a subir a 600 r.p.m. y se deja secando hasta que ya no escurra más Metanól. Se adiciona éste lavado al licor Madre el cual es recibido en un tanque especial ya que después será reprocesado.

Se le adiciona un segundo lavado pero ahora con Metanól frío y se deja secar hasta que no salga nada de Metanól.

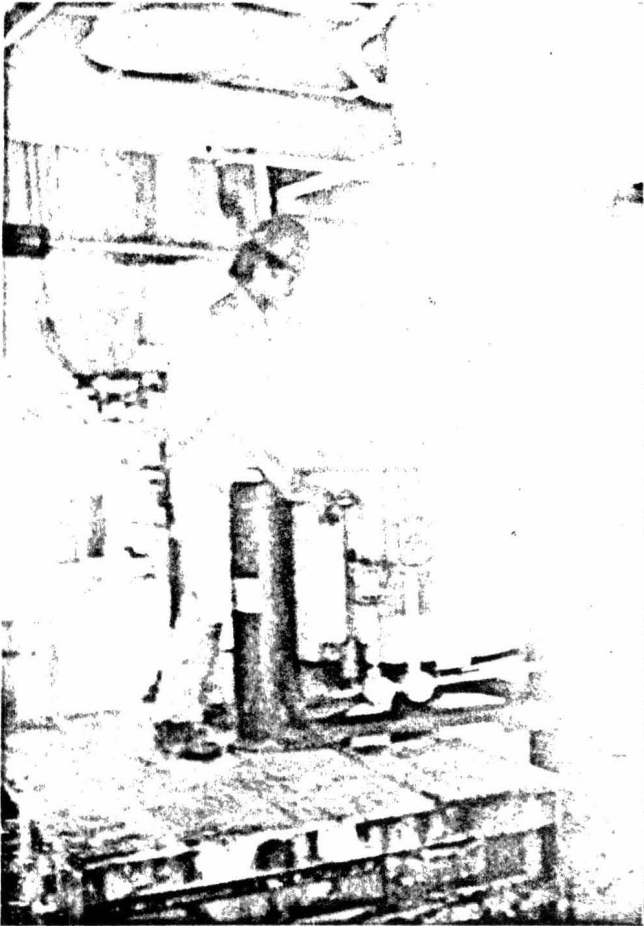


FIG. 16

Se observa en la figura al operador frenando la centrifuga, para posteriormente descargar el producto y - pasarla a la Operación de secado.

NOTA.- Se observó un bajo rendimiento y esto era porque se estaba pasando producto durante la filtración, se buscó -- cual era la causa que originaba dicha pérdida de producto y cuando se checó el Metanól se encontró que éste tenía gran cantidad de agua y como la Novalgina es soluble en agua, su cedía que durante los lavados el agua del Metanól se la estaba llevando. Por esta causa en las siguientes filtraciones se tomó la precaución de checar el contenido de agua en el Metanól y el cual debería ser menor de 3% H.

Otro de los problemas que se presentaron durante la filtración fue a cerca de una coloración ligeramente rojiza que tenía el producto. Se investigó para ver cuales -- eran las causas que originaban esa coloración ajena al producto, se revisaron las líneas de A-1, C-1 pero no se encontró nada, se checó bien la centrifuga pero tampoco se lo calizó nada extraño. Se analizó nuevamente el Metanól para lavados y se encontró que tenía un poco de oxido producido por los mismos tambores en los cuales se transportaba, así -- que de ahí en adelante se tomó la precaución de que los tambores estuvieran en perfectas condiciones y que no contuvieran la más mínima partícula de oxido.

Siguiendo con la filtración y una vez que el producto ya estaba seco, se descargó a cuñetas con 2 bolsas de polietileno y marcándolos como CRUDO I.

S E C A D O .

Para la fase del secado se lleva a cabo en un Secador rotatorio y enchaquetado y el cual puede ser secado metiendo agua caliente ó vapor por la chaqueta.

Después de que el producto C-1 ya ha sido secado lo más posible en la Centrifuga, se van juntando varias cargas hasta completar una carga en el Secador rotatorio al cual se le pueden cargar entre 500-800 Kgs. y después se dejan secar por un tiempo de + 5 hs.

Esto se hace metiendo vapor en la chaqueta y jalando la humedad con vacío. La temperatura se debe de mantener constante y a 50°C.

El sistema de secado se hace en 2 fases y para lo cual hasta aquí viene siendo la primera parte del Secado.

Después para la 2a. fase del secado se debe de considerar exactamente la carga ya que se hace la consideración de que por cada 100 Kgs. de producto, deberán cargarse 0.148 Kgs. de tartrato de Sodio el cual entonces se deja secar durante 4 hs. más pero ahora sin vapor y sin vacío.

Cuando termina la operación de secado, se pasa directamente a Cribar, obteniéndose 3 aspectos diferentes que son: FINOS, MEDIANOS Y GRUESOS.

Los primeros ó sea los que pasan por la malla de finos viene siendo ya nuestro producto final conocido como CRUDO I.

3.11. 2a. ETAPA OBTENCION DE CRUDO II.

Para el proceso del C-II se hace a partir del Licor Madre (Aguas Madres) del C-1 de 2 operaciones al cual se le adicionan los Medianos y Gruesos de la parte del Secado del C-1.

En si ésta segunda etapa viene siendo solo una recuperación de la Novalgina que queda en el Licor Madre del Crudo I.

El proceso se inicia cuando ya se han cargado los licores madres de 2 operaciones de Crudo I y así como también los Medianos y Gruesos.

Se calienta la solución, para tomar muestra y saber cuanto Metanol hay que destilar, para lo cual aquí se tiene el dato de que por cada 1000 lts. de LM. se deben des-

tilar + 750 lts. de Metanól.

Además se determina el % de Humedad y así como también nuevamente la prueba de SO₂.

En realidad el análisis para ésta segunda etapa viene siendo más sencillo ya que las determinaciones se disminuyen pues el análisis principal ya fué hecho para el caso de CRUDO-I y como éste viene siendo a partir de los Licores Madres del C-1 así que es por ésta razón que el análisis ya no se determina completamente sino sólo en lo más indispensable.

Cuando el Laboratorio dá los resultados a cerca de la cantidad de Metanól que hay que destilar se cierra hermáticamente la tapa de la boca del Reactor y se comienza a levantar la temperatura hasta llegar a 60 °c que es cuando comienza la destilación pero lo cual preferentemente se chequea que esté a 65 °C. que es la temperatura a la cual el Metanól destila, sin embargo se considera el rango de destilación entre 60 a 70 °C.

Se va midiendo el volumen destilado y cuando éste se completa, termina la destilación.

Principia el programa de enfriamiento el cual se lleva a cabo en forma análoga al del CRUDO I sólo que aquí

con la diferencia de que el enfriamiento es menor ya que ésta etapa termina cuando la temperatura es de 20 °C. y para lo cual dado que normalmente la temperatura del agua de enfriamiento es de 20 °C, así que sólo basta en que cuando - esté a 25 °C. se le sopla el agua y darle unos piquetes con Salmuera para que la temperatura llegue a 20 °C y después - se le sopletea y se mantiene a esa temp. con agua de enfriamiento.

La continuación del proceso de aquí en adelante, tanto para filtración y Secado son iguales que para la obtención de C-1 y a su vez como es lógico se verá que el rendimiento de C-II como producto final ya seco será menor aún habiendo considerado que se cargaron los gruesos del C-I. - El producto final obtenido aquí se rotula como CRUDO II.

3.12 3a. ETAPA Obtención de P U R A .

Como ésta viene siendo la etapa final del proceso para la elaboración de Novalgina, así que se debe tener mucho cuidado en la materia prima así como el Metanol que - se utilizará. Para lo cual se checa que el Metanol no esté contaminado y que no contenga exceso de Humedad.

Se checa también perfectamente todo el equipo -- que no esté sucio y cuando ya todo está OK. se carga el Metanol, cargando Metanol Puro y Metanol recuperado se carga-

el filtro ayuda. Comienza la circulación a través del filtro Scheibler durante + 15 minutos.

Se agrega la materia prima.

CRUDA I

CRUDA II

FILTRO-AYUDA

CARBON ACTIVADO

La adición de la materia prima se hace con agitación continua y cuando se termina la adición, se cierra la boca del Reactor y se comienza a calentar lentamente hasta la temperatura de 70°C.

Esta temperatura se conserva durante un tiempo de 30 min. al cabo del cual se abren válvulas para recircular la solución a través del Filtro Scheibler y posteriormente también por el Filtro-Prensa. Se continúa recirculando por ambos Filtros hasta que la solución pase clara ya que no se podrá pasar de R-2 a R-1 sino hasta que, está la solución clara y libre de carbón. Para esto se hacen constantes pruebas en el Laboratorio por medio de un papel filtro y un quita-sato con buckner y se ve que el carbón en un principio queda impregnado en el papel filtro y que después de seguir recirculando más, las manchas de carbón van desapareciendo en el papel.

Cuando se hace la prueba y el carbón ya no es notorio en el papel filtro es cuando la solución está OK, y se procede a llevar a cabo el paso de R-2 R-1. Cuando termina de pasar la solución, se pasa un lavado adicional de - Metanól.

Se vacían los filtros con Nitrógeno y se guarda la torta para después agotarla según los resultados que se tengan del Laboratorio acerca del contenido de Novalgina.

El producto del R-1 se disuelve perfectamente -- hasta solución y se toma muestra para análisis.

Las determinaciones que se hacen son para saber si la solución está bien de agua ó si es necesario adicio--narle un poco.

Así mismo se determina la cantidad de Metanól -- que hay que destilar según la fórmula siguiente:

Determinación para agua.

Agua que tenemos $H_2O = \text{Vol. reactor} \times \% \text{ (determinada en KF.)}$

Agua que necesitamos

$$H_2O = \frac{\text{Vol. reactor} \times \text{Av. } SO_2 \times 2,5 \times \bar{M}}{1000}$$

H_2O

Metanól a Destilar

$$V_2 = \frac{\text{Vol. reactor} \times \text{Av. SO}_2}{1.7}$$

$V_1 - V_2 = \text{Metanól a Destilar}$

Cuando se entregan los resultados de la muestra y una vez que se han hecho los cálculos necesarios acerca del Metanól que va a Destilar, se continúa con la Destilación, checando constantemente el volumen de Metanól destilado así como también se observa el aspecto físico del producto para que no se vaya a destilar más Metanól del calculado.

Una vez que el producto tiene ya la consistencia deseada, se inicia el Programa de Enfriamiento al igual que en el proceso de la Etapa de CRUDO I primero se hace pasar agua por la placa de orificio durante 2 hs. después se pasa agua total cambiando la válvula respectiva y al llegar la temperatura a 30 °C, y que si fuera necesario, adicionarle agua según el análisis que se llevó a cabo ó en caso de que el análisis nos haya indicado que no es necesario adicionar agua se continúa con el programa de enfriamiento, hasta llegar a la temperatura de 20 °C, que es entonces cuando termina el programa de enfriamiento y por último se mantiene a ésta temperatura durante 1/2 hr. más.

F I L T R A C I O N .

Se checa que la Centrifuga esté lo más limpia posible y se deben tomar las máximas precauciones para que nuestro producto no se contamine ya que para el producto final no sería nada conveniente que se nos contaminara y después tener que volver a reprocesar.

Las condiciones de carga en la Centrifuga son a 400 r.p.m. y para el secado se acelera hasta 600 r.p.m.

Para ésta etapa del proceso hay un cambio respecto al lavado que en lugar de ser con Metanól se hacen los lavados con Etanól para que aclare más aún nuestro producto, Además en vez de un lavado se hace con 3 lavados de Etanól.

Así mismo se deberá tener la precaución de que el Licor Madre de la Novalgina Pura se deberá de guardar por separado de los lavados.

Pues como la solución principal estaba en Metanól, por consecuencia el Licor Madre estará en Metanól y ahora al llevar a cabo los lavados con Etanól se obtendrán mezclas de Etanól-Metanól y éstas deberán de guardarse por separado y marcando adecuadamente c/uno de ellos como x Etanól-Metanól.

El Licor Madre de la Novalgina Pura se recibe direcatadamente en un recipiente que está colocado estrategicamente a un lado de la Centrifuga, luego para ser tratados - el LM, nuevamente, entonces sería necesario, extraerlos con bomba ó bien con vacío hacia alguno de los Reactores.

Sin embargo sucede que el licor madre tanto de - la Novalgina Pura como así también de Crudo-1 ó Crudo-2 éstos se van asentando conforme la temperatura va descendiendo ó sea que el producto se va al fondo quedando sedimentado y después sobre la superficie puede observarse más claramente el solvente. Así que para cuando se desea reprocesar el licor madre antes que nada es necesario calcular, hasta-solución lo cual se hace agitando y removiendo con varillas de inoxidable ó bien con palas de madera aunque el método - parezca rudimentario, ya que la agitación podría hacerse -- por medio de un agitador, pero aquí sucedería que la agita--ción sería sólo superficialmente y además el agitador se -- tendría que arrancar hasta que ya la solución estuviera en-forma de solución, pues de lo contrario al tratar de arran-car el agitador las aspas no se moverían por estar el pro-~~ducto~~ ducto asentado e inclusive podría suceder que debido al es-fuerzo ejecutado el motor se llegara a quemar.

Así pues que aunque parezca primitivo pero el método de agitación para éste caso es normal.

La recuperación de los licores madres de la Novalgina Pura son aprovechados nuevamente en la elaboración de C-1 e inclusive para los cuales como se trata de recuperar lo más posible, es entonces cuando se cargan también -- los lodos del Filtro Scheibler y todo ésto junto se carga -- con toda la materia prima necesaria para la elaboración del CRUDO I.

S E C A D O .

Para la operación del Secado de la Novalgina Pura se va juntando toda la carga necesaria para cargar en el Secador rotatorio. Como aproximadamente se le cargan para un cupo completo de 800 K. y dada la coincidencia que para la Pura el total de las cargas acumuladas es de + 800 Kgs. para lo cual en caso de ser aproximadamente dicha cantidad, se cargará el Secador completo y se dejará secando por un tiempo aproximado de 4 hs. al cabo de las cuales se para el secador y para lo cual previamente se deja enfriar ya que la temperatura de secado es de + 70 ° C.

Una vez que la temperatura ha descendido hasta más ó menos la temperatura ambiente se abre la boca de alimentación del Secador-Rotatorio y según cálculos considerando los Kgs, cargados ó sea tomando como base 800 K. Entonces se adicionarán ,200 Kgs. de tartrato de sodio anhidro --

por cada 100 Kgs. de Pura ésto es con el fin de obtener un mejor secado.

Se cierra nuevamente el aparato y se deja secando a la temp. de + 70 ° C. sin vacío al cabo de los cuales termina la operación de Secado y de la Secadora se pasa directamente a Cribar para que nuestro producto final quede ya seco y fino ya que los finos después se encuñetan y se pesan marcándolos como DIPIRONA PURA.

Podría decir de una manera más clara y concisa que las 3 etapas del proceso de la Dipirona Sodica conocida comunmente con el nombre de Novalgina en el mercado se podría resumir según las hojas de proceso que a continuación-detallo, pero que debido a los derechos de producción que tienen las compañías entonces solo anotará en cada hoja la materia prima sin anotar la cantidad que deberá cargarse.

Para el secado del producto de la DIPIRONA se lleva a cabo de dos formas.

La primera y más común de ellas es por medio de una Secadora rotaria y en donde el solvente es extraído por medio de una bomba de vacío. Esta secadora tiene además la ventaja de que el solvente puede ser recuperado y además con respecto al volumen puede llegar a cargar hasta 250 Kgs. lo cual es una gran ventaja con respecto al otro tipo de se-

cadora, cuyo secado se hace colocando el producto húmedo en charolas y después es colocado en una especie de estufa la cual se cierra herméticamente y el solvente es entonces extraído también por medio de vacío. Este tipo de secado queda representado en la fig. 18.

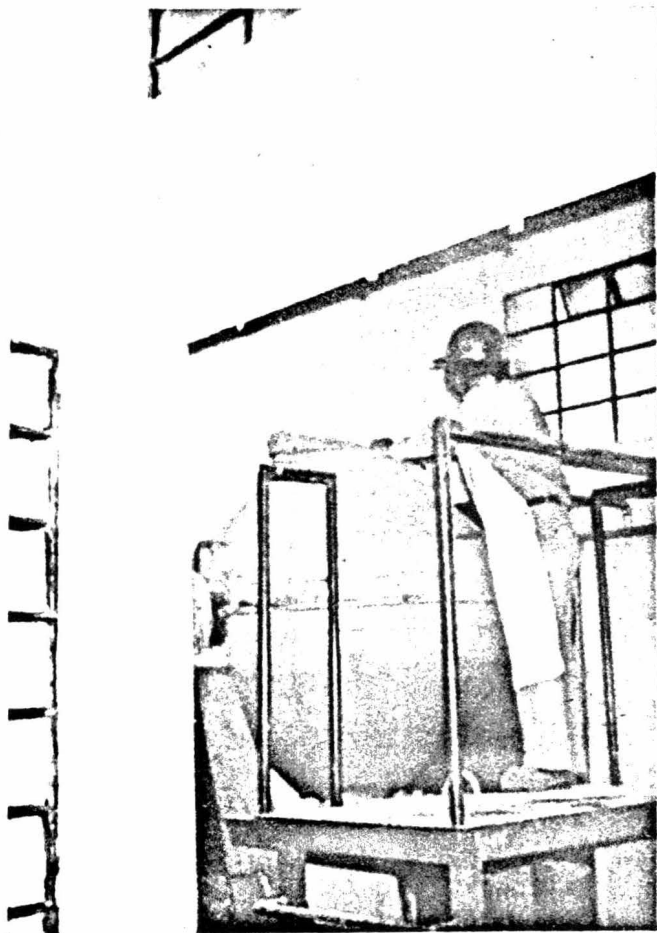


FIG. 17
Secadora rotativa de vacfo.

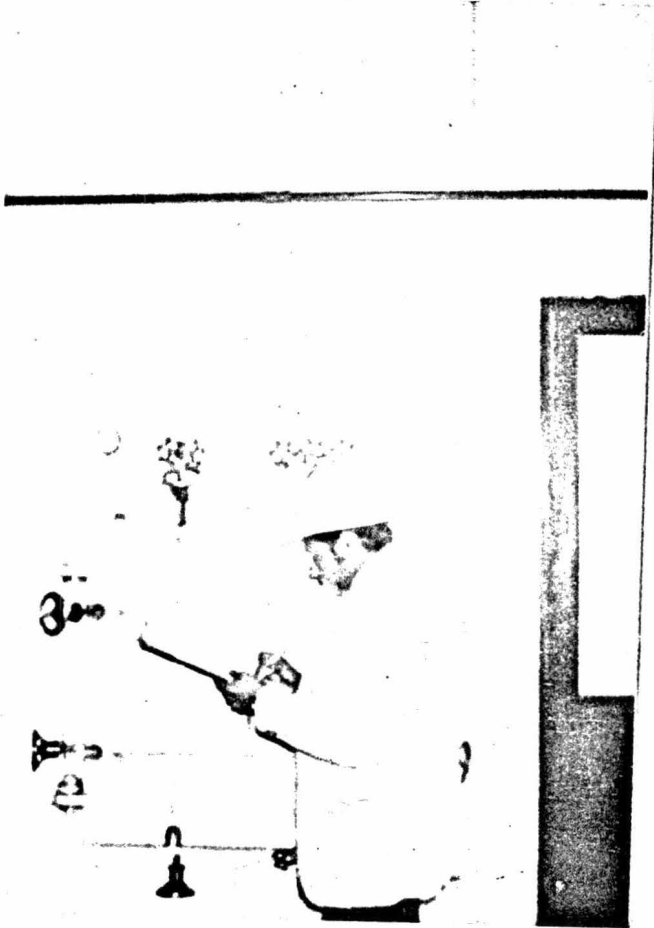


FIG. 18

Otro tipo de secado de la DIPRINONA SODICA consiste en encharolar el producto húmedo y después secarlo en la cual es necesario el estar---checando constantemente la temperatura de secado con el primordial propósito de que el producto no se vaya a fundir.

Hoja de Proceso tipo para :

CRUDA I

Fecha _____

Op. No. _____

En R-2 se cargan:

Metanól puro	_____	Lts.
Metanól Dest.	_____	Lts.
Licor M Puro	_____	Lts.
Filtro ayuda	_____	Kgs.

Circulación a través del Filtro Scheibler

Tiempo aproximado de _____ min.

Adición de materia prima:

Metilén Bis	_____	Kgs.
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$	_____	Kgs.
Paraformaldehido	_____	Kgs.
Carbón Activo	_____	Kgs.
Filtro Ayuda	_____	Kgs.
Lodos del Filtro		
Scheibler Puro	_____	Kgs.

Tiempo de carga De _____ a _____

PROCESO :

- 1) En R-2 levantar temp. a 65 °C cerrado ó reflujo abierto.
- 2) Filtrar el producto con recirculación a través del Filtro Scheibler.
- 3) Termina circulación cuando el producto sale completamente claro.
- 4) Filtración a R - 1 ó R - 3
- 5) Terminación de la Filtración.
- 6) Lavar con 200 l. de Metanól.
- 7) Vaciar Scheibler con N₂
- 8) Calcular hasta Sol. Clara

- 9) Tomar prueba y medir volumen
- 10) Principio de Dest.
- 11) Fin de Destilación
- 12) Principio del programa de Enfriamiento a 30 ° C.
- 13) Después agregar agua según análisis.
- 14) Fin del programa de Enfriamiento
- 15) FILTRACION
Carga centrífuga
 - 1 Lavado con 10 l. de Metanol
Descargar
 - 2 "
 - 3 -----" etc.

Homa de Proceso tipo para

CRUDA II

Fecha _____

Op. No. _____

Proceso	Cantidad	Hora	Temp.	Fecha
---------	----------	------	-------	-------

Se carga el Licor Madre C-1
de 2 operaciones

Op. No. _____

Prueba Analítica al Laboratorio

Cantidad a destilarse

Principio de la Dest.

destilado hasta...

enfriado a 50 °C

Por cada 1000 lts. de LM. se

destilan 750 lts. de Metanol

al vacío

(temp. max. 60 °C.)

Agua de enfriamiento

completo a 20 °C

Fecha:	Nombre	Hora	Rendimiento
1.-	Carga Centrifuga		
	Lavar 3 veces con 15 lt. Etanol		
	Descargar		
2.-	Carga Centrifuga		
	Lavar 3 veces con 15 lt. Etanol		
	Descargar		
3.-	Carga Centrifuga		
	Lavar 3 veces con 14 lt. Etanol		
	Descargar		
4.-	Carga Centrifuga		
	Lavar 3 veces con 15 lt. Etanol		
	Descargar		

Hoja de proceso tipo para

PURA

Fecha: _____

Op. No. _____

En R-2 se colocan: Metanól Puro _____ l.
 Metanól Dest. _____ l. — % H₂O
 Total _____ l.

Filtro-ayuda _____ Kgs.

Circulación a través del Filtro Scheibler Aprox. 15 min.

Novalgina Cruda I Op. No _____ Kgs.

Se agregan

Novalgina Cruda II Op. No. _____ Kgs.

Total _____ Kgs.

Filtro ayuda _____ Kgs.

Carbón Activado _____ Kgs.

Proceso	Temp.	Hora	Observaciones
Se calienta la Op. a 70 °C			
Se conserva 30 min. a 70 °C			
Se circula a través del			
Filtro Scheibler			
Se circula a través del			
Scheibler y Filtro Prensa,			
ya clarificado por la prensa			

(Se prueba si hay carbón)

Laboratorio

Se filtra a R-1 ó R-3

Fin de la Filtración

Se lava con 200 l. de

Metanol

Se vacían Filtro Scheibler

y Filtro Prensa con N₂

Disolver producto

Tomar una prueba para
análisis

Proceso	Tem.	Hora	Observaciones
Medir Volumen			
Principio de Destilación			_____ l.
Fin de Destilación		Cantidad a destilar	_____ l.

Destilado

Principio de proceso de
enfriamiento

A 30°C agregar _____ l. agua
según análisis

Fin del proceso de enfriamiento
a 20 °C

FILTRACION	Tiempos	Rendimiento
1.- Carga Centrífuga		
Lavar 3 veces con 15 l.		
Etanol		
Descargar		
2.- Carga Centrífuga		
Lavar 3 veces con 15 l.		
Etanol		
Descargar		
3.- Carga Centrífuga		
Lavar 3 veces con 15 l.		
Etanol		
Descargar		
4.- Se repiten...		
5.- "		
6.- "		

CAPITULO IV

"CONTROL DE CALIDAD"

4.1. DEFINICIONES Y ESPECIFICACIONES DE CONTROL DE CALIDAD.

Antes de tratar directamente el tema de Control de Calidad me he permitido el dar algunos conceptos y definiciones sobre el mismo. Todo ésto con el propósito de crear en la mente del alumno una idea a cerca de las especificaciones que se requièren para un determinado producto.

¿Que significa "Calidad en la Industria"?

El término "Calidad" en la industria no tiene el significado popular de "lo mejor" en ningún sentido estricto. En la Industria significa "lo mejor para ciertas condiciones del consumidor"

Entre éstas condiciones debemos señalar dos importantes: El uso final al que se creó el producto y el precio de venta. Por esto la frase "Calidad de un Producto" se puede definir como:

" LA COMPOSICION DE LAS CARACTERISTICAS DE INGENIERIA Y DE MANUFACTURA DEL PRODUCTO QUE DETERMINEN EL GRADO EN EL QUE EL PRODUCTO EN USO, REUNE LO QUE EL CONSUMIDOR ESPERA DE EL".

O también usando la definición oficial de cierta compañía de aparatos eléctricos.

" LA CALIDAD DE UN PRODUCTO SE REFIERE A LA INHERENTE ADAPTACION DEL MISMO, PARA SATISFACE LO QUE EL CONSUMIDOR RAZONABLEMENTE ESPERA DE EL, EN RELACION CON EL PRECIO PAGADO Y LA NATURALEZA DE LAS OFERTAS DE LA COMPETENCIA".

O citando la definición histórica que aún se oye por ahí, que ésta funciona en los casos en que la comercialización del producto se efectúa directamente entre el manufacturero y el consumidor.

"CALIDAD ES EL GRADO EN QUE UN PRODUCTO ESPECIFICO SATISFACER LAS NECESIDADES DE UN CONSUMIDOR ESPECIFICO"

Creo necesario sin embargo, adentrarme un poquito más en el concepto de calidad para esclarecer aún más - la concepción que se tenga de ella.

4.2. GRADO Y FIDELIDAD

El grado de Calidad ó Calidad de Diseño describe la satisfacción potencial del producto. Las características de Calidad con las que se crea ó se diseña el producto.

El Grado de Calidad se origina en el departamento de Ingeniería del Producto, quien a su vez debió haber-

interpretado bien las necesidades del consumidor que le solicitó el departamento de Planeación de Productos.

La Fidelidad de la Calidad, se origina en las — otras funciones de la Planta tales como: Producción, Materiales, Control de Cálidad e Ingeniería de Manufactura.

Esta Fidelidad se refiere al grado en el que el producto se conforma al diseño durante su manufactura.

¿Que significa Control?

La palabra Control tiene una gran variedad de — aceptaciones, más sin embargo solo definiré aquella que se usa ó que es más aplicable a la industria.

Así pues Control viene siendo el acto ó acción — de dirigir, verificar, influenciar, restringir, corregir, — ó gobernar sobre algo. Muy particularmente aplicado a la administración actividad administrativa que libera a la Gerencia de detalles innecesarios, mientras que retiene para sí los medios de asegurar que los resultados serán satis—factorios.

4.3. DEFINICION DE CONTROL DE CALIDAD.

Control de Calidad es la función responsable de planear desarrollar e implantar el sistema de calidad que prevenga controle y asegure la calidad aplicado a materia—les, procesos y productos, haciendo que éstos se apeguen — a las Especificaciones de Ingeniería, para que el producto

se embarque dentro de la oportunidad, calidad y costos óptimos, satisfaciendo las necesidades y deseos del consumidor.

Esta definición puede ser aplicada a las 4 áreas de control que son:

CONTROL DE NUEVOS DISEÑOS
CONTROL DE MATERIAL COMPRADO
CONTROL DEL PRODUCTO
CONTROL DEL PROCESO.

Vemos que la relación lógica de actividades del grupo de Control de Calidad cae en 4 funciones genéricas - que cubren y logran los requisitos de éstas áreas de Control.

INGENIERIA DE CALIDAD
INGENIERIA DE CONTROL DE PROCESOS
INGENIERIA DE EQUIPO DE MEDICION
ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

En ésta relación el Dr. A. V. Feigenbaum, autor del concepto moderno Control Total de la Calidad, considera a la función de Ingeniería de Calidad (Ingeniería de Control de Calidad) como la encargada de la planeación, - emitiendo procedimientos, diseñando el sistema de calidad,

preparando secuencias y métodos de inspección, prueba, auditoría, control, reportaje etc.

En cambio las Funciones de Ingeniería de Control de Procesos la de Equipo de Medición y la de Aseguramiento de la Calidad trabajan implementando, realizando y manteniendo el sistema de calidad, usando la misma analogía éstas funciones serían como el poder ejecutivo en cada una de sus áreas de actividades.

4.4. INGENIERIA DE CALIDAD.

1.- Identificación de los objetivos y metas de calidad.

2.- Eliminación de problemas de seguridad que pudiera tener el producto.

3.- Planeación del sistema de calidad que incluye los métodos procedimientos, instrucciones etc., para llevar a cabo la función de asegurar la calidad al costo óptimo.

4.- Prevenir las fallas de calidad: Planear las necesidades del aseguramiento y los recursos necesarios y así como planear los costos de calidad.

4.5.- INGENIERIA DE CONTROL DE PROCESOS.

1.- Operar el sistema de Calidad con su aspecto de Control de Procesos.



FIG. 19

Zona de tanques de almacenamiento
de solventes.

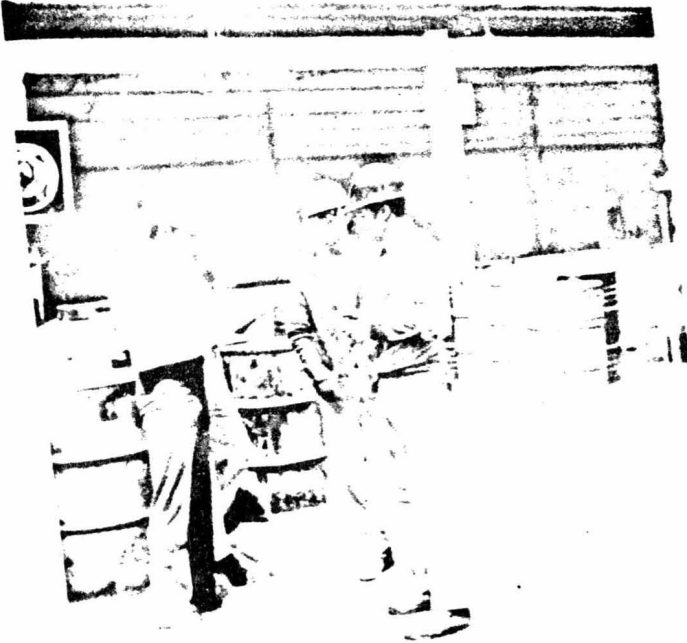


FIG. 20

Controlando el uso de solvente.

2.- Evaluar su efectividad y mantenerlo ó solicitar que se cambie.

3.- Solucionar los problemas de Calidad del piso, los de los proveedores y consumidores en lo que se refiere a procesos.

4.- Servicio técnico de calidad a producción en el piso.

4.6. INGENIERIA DE EQUIPO DE MEDICION

1.- Diseñar, implantar, seleccionar, adquirir, - mantener y calibrar el equipo de medición, según lo establezcan los planes de Ingeniería de Calidad.

2.- Instalar el Equipo de medición.

3.- Analizar el sistema de Calidad con Ingeniería de Calidad en lo que respecta a equipo de medición.

4.7. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD.

1.- Inspección de manufactura (producto)

2.- Inspección de recibo (material directo comprado)

3.- Auditorías de Calidad.

4.- Pruebas de Calidad

5.- Inspección ambiental y pruebas de campo

6.- Operar el sistema de Calidad en lo que el aseguramiento del producto se refiere.

7.- Evaluar los puestos para la administración de sueldos.

8.- Difundir la estructura y los patrones de trabajo de la organización de un departamento.

Estos lineamientos proveerán un sólido marco dentro del cual puede ser estructurada la mejor organización.

En una empresa muy pequeña, tal vez un solo inspector ó Ingeniero podría llevar a cabo todas las actividades relacionadas con Control de CALIDAD, sin embargo conforme las actividades fueran creciendo en número y en complejidad se requerirían más y más individuos hasta que se integrara cada una de las funciones genéricas de Control de Calidad por separado.

4.8. ¿ Que significa Control de Calidad?

Algunos proponentes de los métodos estadísticos para la inspección de la Industria, usaron el término control de Calidad para designar las funciones de analisis y recolección de información de Calidad.

La definición de J.M. Juran dice:

"CONTROL DE CALIDAD COMPRENDE TODAS LAS ACTIVIDADES QUE SE DEBEN LLEVAR A CABO PARA LOGRAR LOS OBJETIVOS DE CALIDAD DE LA EMPRESA."

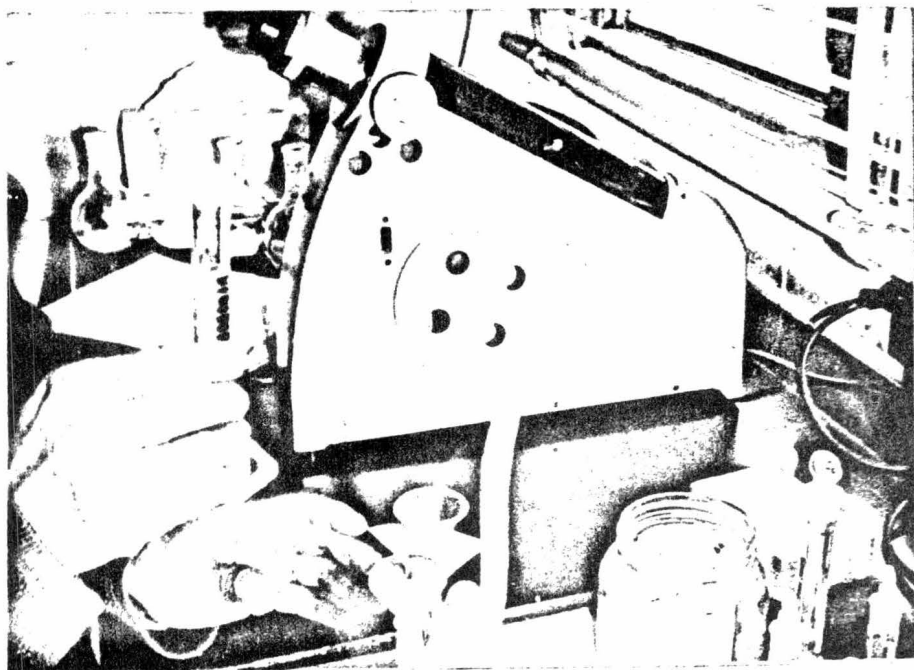


FIG. 21
POLARIMETRO

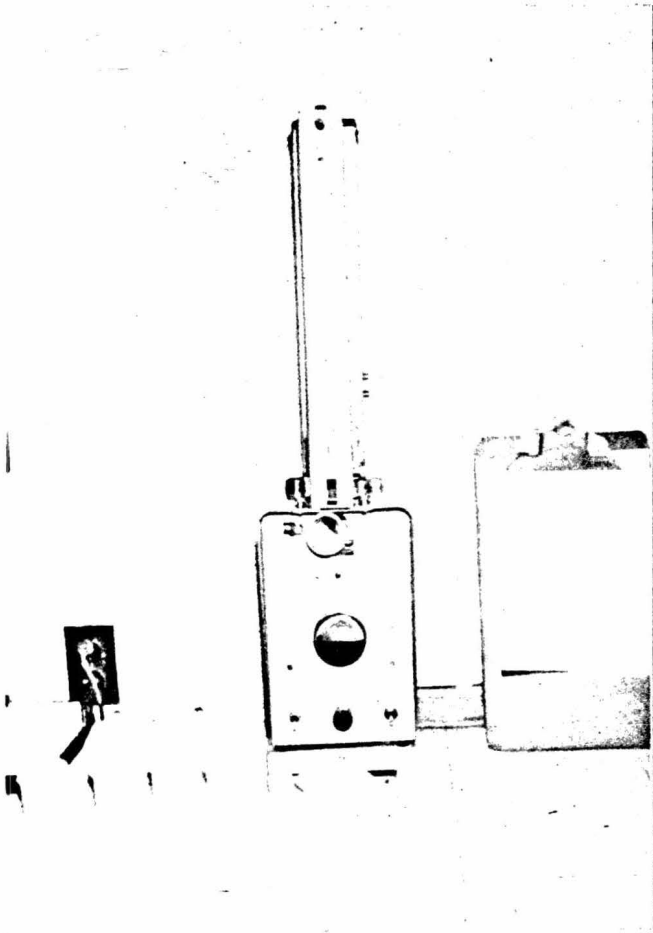


FIG. 22

THOMAS HOOVER

Aparato para determinar puntos de fusión.

Otra definición propuesta por A. V. Feingenbaum dice:

"CONTROL TOTAL DE CALIDAD ES UN SISTEMA EFECTIVO PARA INTEGRAR LOS ESFUERZOS DE DESARROLLO, MANTENIMIENTO Y MEJORA DE LA CALIDAD DE LOS DIFERENTES GRUPOS DE UNA ORGANIZACION PARA QUE PERMITA UNA PRODUCCION Y UN SERVICIO A LOS NIVELES MAS ECONOMICOS QUE PERMITAN QUE EL CONSUMIDOR OBTENGA UNA TOTAL SATISFACCION".

4.9. COSTOS DE CALIDAD.

Los costos de la Calidad no son los costos del departamento de Control de Calidad, sino que éstos últimos son parte de los primeros. Los costos de Calidad incluyen todos los costos generados en la prevención y evaluación de defectos de calidad y los de falla.

Estos últimos se dividen en dos:

- a).- Costos de falla interna.
- b).- Costos de falla externa.

Entre los costos de falla interna tenemos: Desperdicios y reproceso del producto y entre los de falla externa están los de reclamaciones y los de Servicio.

Los de prevención podrían compararse con los costos erogados por el Poder Legislativo y los de Evaluación con los del Poder Ejecutivo.

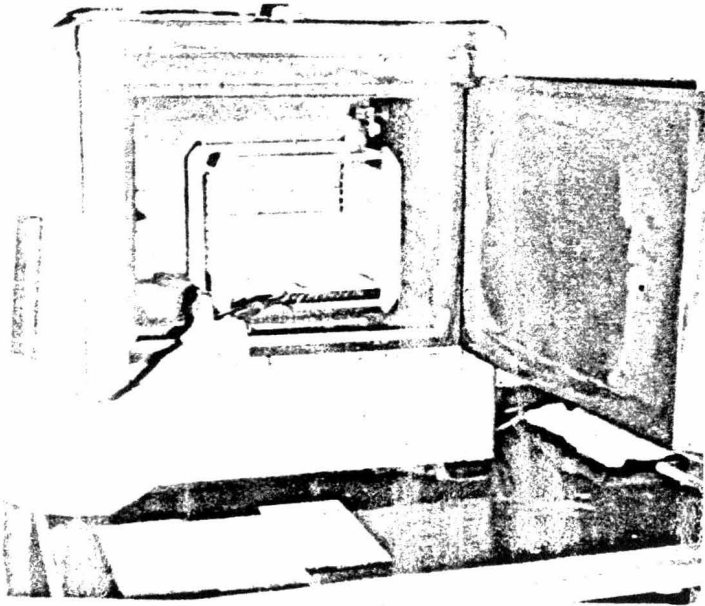


FIG. 23

Colocando placas en la Mufla.



FIG. 24

OHAUSS

Aparato empleado para deter-
mir ~~ar~~ humedad de solidos.

4.10. "CONTROL DE CALIDAD"

Para ésta 3a. y última etapa de la Tesis y para una mayor facilidad y control respecto al análisis de la materia prima, proceso y producto final terminado, he considerado que sería muy conveniente subdividir en etapas el Análisis de la materia prima y del proceso y quedaría de la siguiente manera:

A.- CONTROL DE CALIDAD DE LA MATERIA PRIMA.

B.- CONTROL Y ANALISIS DURANTE EL PROCESO.

C.- CONTROL DE CALIDAD DEL PRODUCTO FINAL.

4.11 A.- CONTROL DE CALIDAD DE LA MATERIA PRIMA.-

Respecto a éste análisis se sigue un orden de importancia a cerca del chequeo de la materia prima ya que — hay materia sumamente delicada e importante y en cambio hay otro tipo de materia que no requiere un análisis muy completo así que basandome en un orden determinado mencionaré las características principales de la materia prima.

M-BISULFITO DE SODIO:

Aspecto.- Cristales incoloros ó polvo blanco cristalino; soluble en 2 partes de agua/c. parte de M-BISULFITO y es muy difícil su solubilidad en alcohol del 96°.

Aspecto de la solución.- La solución de un gr.- de substancia en 5 ml. de agua no debe ser más turbia que una solución preparada como prueba #57.

Prueba # 57.- A 0.250 ml. de solución de sulfato de potasio IV se le añade 1 ml. de solución de cloruro de Bario I y se agita durante un min. y después de la agitación se agrega una mezcla de 0.25 ml. de solución de sulfato de potasio IV, 9 ml. de agua y 0.50 ml. de HCl 3 N y se agita de nuevo: NOTA.- Esta se prepara al usarse en fresco Sulfato de potasio II.- Con 0.1810 g. $K_2SO_4/100$ ml. H_2O Sulfato Potasio III.- Con 10 ml. de la solución anterior en 100 ml de agua. Sulfato de potasio IV.- A 10 ml. de la solución II se le agregan 60 ml. de agua y 30 ml. de Etanol al 96 %.

La solución no debe colorearse más que el mismo volumen de una mezcla de 0.1 ml. de R-161 y 20 ml. de solución R-419 R-161=4.51 gr. $FeCl_3 \cdot 6H_2O=3.2$ ml. de HCl 6 N/100 ml. H_2O R-419=4.6 ml. HCl 6N/100 ml. de agua.

Iones Tiasulfato.-

La solución de "Aspecto de la solución" se diluye a 20 ml. se le añade 1 ml. de solución de Nitrato de plata - 0.1N y 5 ml. de la solución de HNO_3 6N y se dejan en reposo 3 min. en un recipiente cerrado al abrigo de la luz. La prueba no debe colorearse más que una solución comparadora que contenga 0.1 mg. de S_2O_3 en 20 ml.

Solución de Prueba.-

10 gr. de sustancia se disuelven en 100 ml. de agua. Cuidadosamente se agregan 15 ml. de perhidrol y después de que se termine el desprendimiento de los vapores, se evapora la solución del residuo en 50 ml. de agua y se neutraliza con NaOH y se diluye a 100 ml.

Metales Pesados.-

A 12 ml. de la solución a investigar, se le añaden 2 ml. de solución buffer de acetato III- Esta mezcla se vierte en 1.2 ml. de solución reactivo de tioacetamida y la mezcla se agitan inmediatamente. Después de 2 min. la prueba no debe obscurecerse más que la siguiente sol. comparadora:

2 ml. de sol. a investigar + 8 ml. H_2O + 2 ml. de sol. de $Pb(NO_3)_2$ II y 2 ml. de sol. buffer de acetato III; Se manejan de igual forma como la sustancia (preparar fresco)

Buffer de acetato III.- 25 gr. de Amonio acetato y 45 ml. de HCl 6N, se completan a 100 ml. ($ph \pm 3.5$)

Reactivo de Tioacetamida.- 0.2 ml. de Tioacetamida ó (4g/100 ml. y 1 ml. de una mezcla de 15 ml. NaOH 1N, 5 ml. de H_2O y 20 ml de glicerina, se calienta en el vapor 20 segundos (preparar fresco)

La solución de Nitrato de Plomo I es igual a 0.- 160 g. de $Pb(NO_3)_2$ Se disuelven con agua recientemente -

hervida y enfriada a 100 ml.

La solución de Nitrato de Plomo II es igual a 1 ml. de la solución de Nitrato de Plomo I se diluye con agua recientemente hervida y enfriada a 100 ml. 1 ml. corresponde a 10 mg Pb^{++} (preparar fresco)

Cloruros.-

A 5 ml. de la solución de prueba se disuelven ó diluyen a 10 ml. con agua bidestilada y se le agrega 1 ml. de HNO_3 5N y 1 ml. de sol. de $AgNO_3$ 0.1N. Se agita y si después de 5 min. la prueba no debe obscurecerse más que la siguiente solución comparadora:

1 ml. de la solución de cloruro de Sodio IV se maneja en igual forma, como si se tratara de la sustancia a probar. Esta solución comparadora debe prepararse al momento.

Sol. de NaCl III 28.20 ml. de sol. de NaCl 0.1N se llevan a 100 ml.

4 ml. de la dilución anterior se llevan a 100 ml corresponde a 40 Mg. Cl (preparar fresco)

Fierro.-

A 10 ml. de la solución de prueba se acidula ligeramente con 0.5 ml de HCl 1N, se agregan 2 ml. de ac. cítrico (20g/100 ml.) 1 ml. de ac. tioglicólico 5 ml. de Na-OH 6 N hasta reacción alcalina y se diluye con agua a 20 ml. Después de 5 min. la prueba no debe ser más oscura que la sol. comparadora.

Solución Comparadora.-

1 ml. de solución II de sulfato ferroso amónico
soluciones R-46 y R-47

R-46 mg. de Sal de Norh. + 1,2 ml. HCl 6N/100 ml.

R-47=1 ml. de R-46/100 ml. (preparar fresco)

CONTENIDO:

0.2 g. exactamente pesados se disuelven en matráz de yodo con 50 ml de sol. de yodo).1N

Después de 5 minutos se agregan 2 ml. de HCl y se titula con Tiosulfito de Sodio 0.1N, usando como indicador (almidón al 1%)

1 ml. de yodo 0.1N = 3.603 mg. S O5

ó bien se puede llevar a cabo calculando sobre la sustancia 4.753 mg. de Na₂ S₂O₅

CARBONATO DE MAGNESIO.-

A 0.5 grs. de substancia se disuelven en 25 ml.- de HCl 1N ayudado de leve y corto calentamiento.

Después de enfriar se añaden 0.15 ml. de indicador mixto (a base de Anaranjado de Metilo y Azul de Metileno) y posteriormente se titula con NaOH 1N.

$$1 \text{ ml. HCl 1N} \longrightarrow 20.16 \text{ } \underline{\text{MgO}}$$

Indicador mixto 1:1 de A.M. al 0.1% y AZUL .M 0.15%

$$\% \text{MgO} = \frac{\text{ml} \times 20.16 \times 100}{\text{mg (muestra)}} (\pm 40\%)$$

Nota.- Los ml. de la fórmula anterior equivalen a los ml. utilizados de HCl ó los ml. utilizados de sosa, - ó sea

$$\text{ml} = \text{ml. HCl} - \text{ml NaOH}$$

Reacción



Composición

Contenido mínimo de Na SO ₃	96%
" Ma. de otras sales	0.01%
" Cloro	0.01%
" Tiosulfato (S ₂ O ₃)	0.02%
" Pb	0.001%
" As	0.0001%

TRATADO DE SODIO

Este compuesto se utiliza como valorante primario en la calibración del Karl-Fisher ya que su contenido de — agua es mínimo y conocido.

Fórmula: $C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$

Contenido mínimo de	"	99%
" Cl		0.003%
" SO ₄		0.003%
" PO ₄		0.001%
Contenido	N	0.002%
"	Pb	00.0005%

$$\text{Mg CO}_3 = \frac{\text{dif. ml.} \times 42.2 \times 100}{\text{Pm. de Mg.}} \pm 80\%$$

CARACTERISTICAS DEL Mg. CO₃.-

- a).- Poco soluble en agua
- b).- Poco soluble en alcohol
- c).- Solubilidad en ac. diluidos:

En HCl 0.1N es poco soluble y con efervescencia

d).- Pureza.- Se pesa 1 gr, de Mg CO₃ y se disuelve en una mezcla de 3 ml. de H₂ SO₄ y 22 ml. H₂O + 50 ml. de alcohol; Se deja en reposo durante 15 a 18 hs.

Si despues de este tiempo la solución se ve clara y transparente, el resultado de pureza es OK.

SULFITO DE SODIO:

Este compuesto se utiliza para la determinación de formol en los Análisis de Novalgina.



FIG. 25

Pesando en la balanza analítica

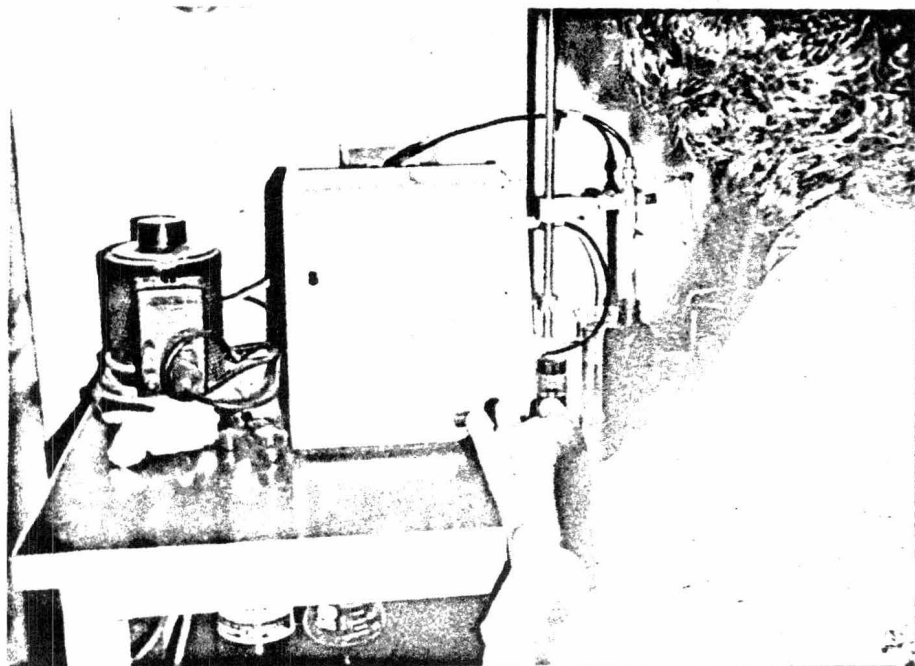


FIG. 26

Determinación del ph con el potenciómetro

Contenido	Fe	0.0005%
"	Ca	0.0005%

4.12 B.- CONTROL Y ANALISIS DURANTE EL PROCESO.-

Durante el proceso se llevan a cabo una serie de pruebas con el fin de saber como va el proceso ó bien hacerle las modificaciones necesarias durante el mismo.

Sin embargo un Análisis de control más intensivo es en la primera etapa del proceso ó sea durante la elaboración de CRUDA I ya que según ésta se derivan los resultados de las otras 2 etapas.

Así tenemos que los análisis que se llevan a cabo son los siguientes:

CRUDO I	CRUDO II	PURA
SO ₂	SO ₂	SO ₂
OXI	OXI	%H ₂ O
BASE	%H ₂ O	Prueba de CARBON
FORMOL		
%H ₂ O		

El análisis se lleva a cabo como sigue:

Se taran. 3 matraces Erlen-Meyer de 250 ml.

Se tara el recipiente (vaso) del Karl-Fisher

Se preparan 4 pipetas completamente secas, 3 de las cuales son de 1 ml. y la otra de 2 ml.

Se prepara un fco. ó matríz de bola con tapón

Se prepara una proveta graduada de 100 ml.(seca)

Es muy importante la preparación correcta de toda la lista anterior ya que la toma de la muestra debe ser lo más rápido posible, pues el producto cristaliza pronto.

Se toma la muestra directamente del Reactor, (la cual debe estar en solución) se pasa al matríz de bola y de ésta se va tomando c/u de las muestras con las pipetas; 3 - muestras de \pm 1 ml. c/u y otra más de \pm 2 ml.

Se pasan a los matraces y el vaso del K-F marcados y tarados previamente como:

M(1)	\pm	1 ml. de muestra	
M(2)	\pm	1 ml. "	"
M(3)	\pm	1 ml. "	"
M(4)	\pm	1 ml. "	" P/Determinarle % H)

Se pasan así mismo en la probeta \pm 100 ml. de la solución de prueba para que conocido el peso y el volumen se determina la densidad.

M-CONOCIDO AL PESARLO

V- CONOCIDO

$$D = \frac{M}{V}$$

D=:?

D= densidad

M= masa

V=volumen

Conocida ó calculada la densidad de la fórmula anterior se utiliza posteriormente como dato.

a) Determinación de SO_2 (Clave de Novalgina)

A las muestras 1 y 2 ya pesadas y destaradas se les adicionan 50 ml. de H_2O destilada + 2 ó 3 gotas de almidón como indicador. Se titulan con HCl IN y después al vire se anotan los ml. utilizados de HCl y se procede a efectuar los cálculos por medio de la fórmula siguiente:

$$\text{mol/l. de SO}_2 = \frac{\text{ml. HCl} \times \rho}{20 \times \text{p.m.}}$$

dondé:

ml. HCl = mililitros utilizados de ac. clorhídrico

ρ = densidad de la muestra

20 = factor para C-I

p.m. = peso de la muestra

b) Determinación de OXI.- (ac. oximetan sulfónico)

Esta prueba es continuación del SO_2 para las muestras 1- y 2.

Para lo cual a ámbas muestras se les adiciona NaOH IN hasta obtener un ph. de ± 9 y logrando ésto se deja reposar 10 min.

Luego se le adiciona HCl IN hasta el ph. sea $\pm 2-4$ (color rojo)

Después se titula con I_2

CALCULOS

$$\text{mol/l de OXI} = \frac{\text{ml. } \text{I}_2 \times \rho}{20 \times \text{p.m.}}$$

dondé:

ml. I_2 = mililitros de yodo utilizados

ρ = densidad de la muestra

20 = factor para C-I

p.m. = peso de la muestra

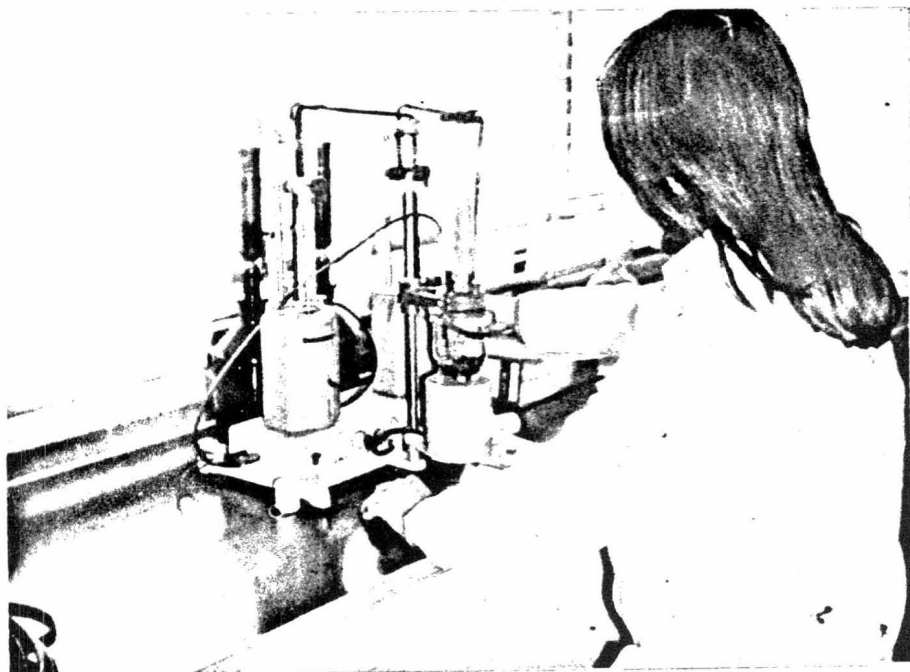


FIG. 27

Determinando el contenido de humedad por medio del KARL- FISHER.

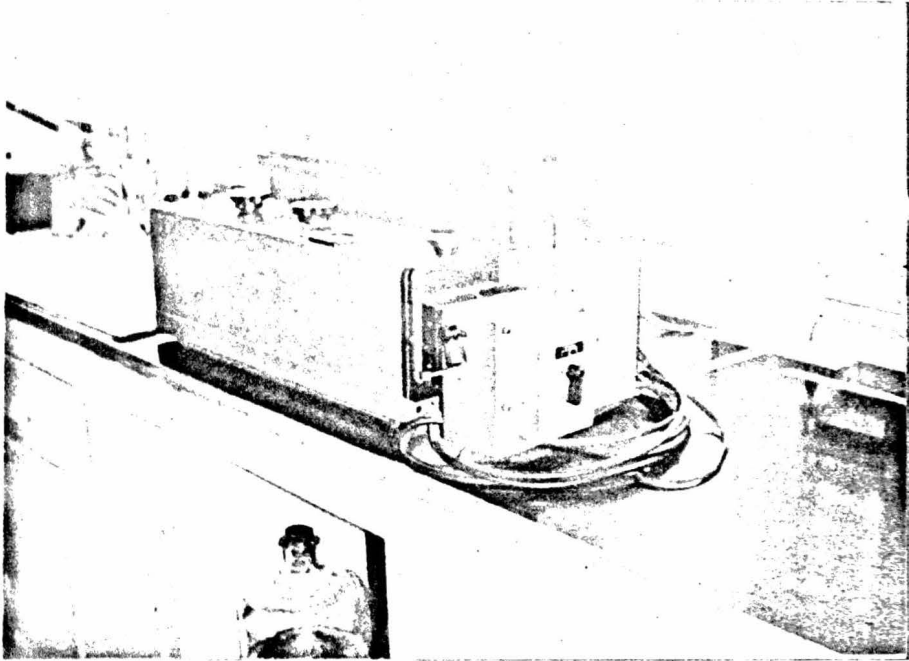
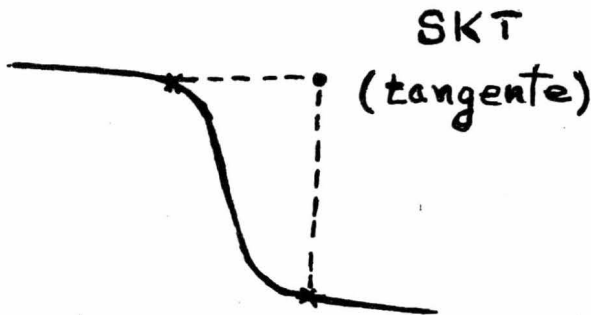


FIG. 28

ESPECTROFOTOMETRO .

c) Determinación de BASE.-

También esta prueba es continua de la OXI y para ésto las M(1) y (2) se pasan a un vaso de pp. de 250 ml. bajando el total de la muestra con agua destilada. La solución debe tener un ph de ± 2.5 de no ser así se ajusta. -- Cuando la muestra ha sido ajustada en caso de necesitarlo, se coloca el vaso en el Titulador gráfico en el cual se checan que el plumil tenga tinta y así como el recipiente de NaOH 0.1 N que es con la que se titula, se checa su nivel exacto. Cuando ya todo ha sido checado y está OK. Se arranca la manipulación del Titulador obteniendose una gráfica característica de forma análoga a la siguiente:



CALCULOS

La diferencia entre los dos puntos SKT queda:

$$\text{mol./lt. BASE} = \frac{\text{SKT} \times \rho}{40 \times \text{p.m.}}$$

dondé:

SKT= valor gráfico obtenido de la Titulación

40 = factor para C-I

p.m.= peso de la muestra

ρ = densidad de la muestra

d) DETERMINACION DE FORMOL.-

Ahora en el matr az que contiene los 2 ml. de sol. previamente pesadose identificado como M (3) se le adicionan 50 ml. de H₂O destilada + 0.2 grs. de Na₂SO₃ (SULFITO DE SODIO)

Se deja en reposo durante 15 min.

Despu es se le adicionan a base de indicador 2 ml. de Tinalftaleina y se titula con HCl 0.1N hasta vire.

CALCULOS

$$\text{mol./lt DE FORMOL} = \frac{\text{ml. HCl} \times \rho}{10 \times \text{p.m.}}$$

donde:

ml Hcl = milimilitros de Hcl utilizados

ρ = densidad

10 = Factor para C-I

p.m. = Peso de la muestra

e) DETERMINACION DE % H₂O (CONTENIDO)

Esta prueba es con el fin de saber el contenido de agua en la solución..

Identificada como M (4) en el vaso del K-F.

Se lleva a cabo la titulación directamente en el aparato.

Karl-Fisher y nos da el contenido de agua en la muestra. Entonces para saber el contenido de agua en la solución total en el Reactor será:

Agua que

Tenemos $H_2O = V \% H_2O$

dondé:

V= volumen en lts. totales en el Reactor

% H₂O=% de agua por cada ml.

Ahora para el caso en que fuera necesario adicionar agua sería de la siguiente fórmula:

$$\begin{array}{l} \text{Agua que} \\ \text{necesitamos} \end{array} = \frac{V \times Av.SO_2 \times 2.5 \times 18}{1000}$$

donde:

V=volumen del contenido de sol. en el Reactor
 $Av.SO_2$ = Contenido medio de Novalgina

2.5= Factor del agua contenida por cada 100 lt. Vol
 18= Peso molecular del agua

1000 = Factor para transformar de grs. a Kgs.

Respecto a los lts. de Metanól a destilar, lo único que difiere son los factores para C-I, C-II y PURA.

FACTORES

PARA	C-I	1.9 mol/l.
PARA	C-II	2.65 mol/l.
PARA	PURA	1.7 mol/l.

Dichos factores están sujetos a cambios según sea el aspecto de la solución y el contenido de agua.

Cálculos para Metanol a destilar:

$$\frac{V_1 \times \text{mol. SO}_2}{\text{FACT.}} = V_2$$

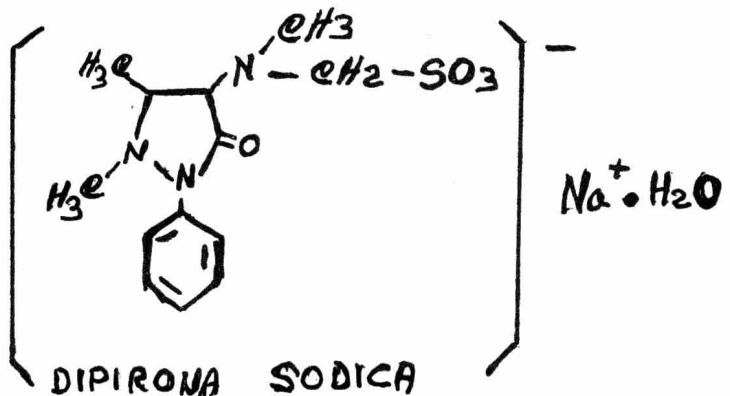
$V_1 = V_2 =$ lts. de Metanol a destilar

$V_1 =$ Volúmen total de solución en el Reactor.

Para los cálculos del Agua en los 3 casos (C-I, C-II y PURA) se utiliza la misma fórmula pero con sus respectivos factores según sea el caso.

4.13 C.- CONTROL DE CALIDAD PARA EL PRODUCTO FINAL.

Las prescripciones acerca del producto final que es la DIPIRONA SODICA PURA, así como las condiciones de calidad que deberá tener son las siguientes:



P.M = 351.4

Fórmula condensada $C_{13}H_{16}O_4N_3SNa \cdot 2H_2O$

1.- Fenil - 2,3 - dimetilpirazolona 5,4 metilamino metano - sulfonato Sódico.

Contenido.- Mínimo 98.0% y máx. 101.2% de $C_{13}H_{16}O_4N_3SNa$, lo cual está calculado sobre la sustancia seca a 100 - 105°C hasta peso etc.

Descripción.-

Es un polvo blanco, casi cristalino.

Olor - Inodoro

Solubilidad.- Fácilmente soluble en agua.

En alcohol es soluble en un 90%

El ph es de 7.0 a 7.7

La cual se hace con 5 grs. de sustancia en 4.5 ml. de agua destilada y se deja 15 min.

Solución de prueba.

2.0 gr. de sustancia se disuelven en 20 ml. de

agua destilada.

- A) la sustancia humedecida con HCl 6N colorea la llama de - amarilla intenso.
- B) 2 ml. de solución de prueba se calientan con 4 ml. de HCl 3N hasta ebullición. Se desarrolla primeramente olor a SO_2 y después a Formaldehido.

Al señalar a 0.5 ml. de la solución calentada a 1.0 ml. de reactivo de Schiff, se produce una coloración violeta.

- C) La solución de 0.05 g. de la sustancia en 1 ml. de agua oxigenada al 30%

Se colorea primeramente de azul, palidece pronto y al cabo de unos minutos aparece una coloración rojo intensa.

- D) 2 ml. de la solución de prueba, con 0.2 ml. de HNO_3 6N y un pequeño cristal de NaNO_2 , dan una coloración azul - que rápidamente desaparece.

Por adición de 5 gotas de solución al 5% de AgNO_3 a la solución anterior, se obtiene un precipitado blanco, que al agitar desaparece. La solución se enturbia - pronto y se colorea de azul que cambia a verde y amarillo - mientras que se deposita plata metálica.

Pruebas de Pureza.-

1.- Aspecto de la solución

- a).- 5 ml. de solución de prueba deben ser claros, e inmediatamente después de la preparación a lo más serán levemente amarillentos.
- b).- La solución en agua (1al) debe ser clara y a lo más levemente coloreado de amarillo.
- c).- La solución en H_2SO_4 (0.1 a 2), inmediatamente y a los 15 minutos debe ser a lo más levemente amarillenta.
- d).- La solución en agua (5 gr. ad. a 10 ml.) no debe colorearse más después de 1 min. que una solución comparadora de 3 ml. de solución M/400 de K_2CrO_4 en agua a 100 ml.

2.- IMPUREZAS ácidas ó alcalinas.-

5 ml. de la solución de prueba por adición de 0.2 ml. de sol. de fenoftalina no deben cambiar su color y al añadir 0.2 ml de NaOH 0.02N no deben colorearse de color rojo.

3.- METALES PESADOS.-

5.0 ml. de solución de prueba recién preparada -

se diluyen a 10 ml. y se les agregan 2 ó más gotas de solución de sulfuro de sodio ó 2 ml. de agua saturada de H_2S recién preparadas. H_2S recién preparadas.

Después de 1 min. la prueba no debe ser más obscura que la siguiente solución comparadora:

1 ml. de solución diluida de $Pb(NO_3)_2$ (ver más-abajo) se maneja en la misma forma que la solución de la sustancia.

4.- IONES SULFATO.-

En c/u de 6 cilindros de Nessler se pone 1 ml. de HCl 10%.

En los primeros 3 cilindros se pipetea respectivamente: 0.10, - 0.21, - 0.31, - 0.42, y 0.52 ml. de H_2SO_4 0.02N correspondientes a 0.01%, - 0.03%, 0.04% y 0.05% de SO_4 en la sustancia por investigar.

Se completan ahora con agua a 50 ml. y se mezclan bien y uniformemente 1.0 gr. de la sustancia por investigarse se disuelve en un tubo de ensayo en unos 10 ml. de agua. Se vierte INMEDIATAMENTE despues de su preparación en el sexto cilindro se enjuaga el tubo de ensayo con agua y se completa la solución a 50.0 ml. y se agita muy bien como se dijo anteriormente.

Ahora se agrega de inmediato a c/u de los cilindros 1 ml. de solución de cloruro de bario al 12 % y se agita mediante una varilla de vidrio que se ha fundido en uno de sus extremos y se le ha formado una bola cuyo diámetro es un poco menor que el diámetro interior de los tubos de Nessler.

Después de 10 min. de dejar reposar, se hace la observación desde arriba contra un fondo negro.

Es importante trabajar en serie en la forma descrita. No es posible hacer varias determinaciones a la vez ya que la Neo-Melubrina se descompone después de la acidulación. (Máximo 0.05% SO)

5.- Impurezas solubles en Cloroformo.

A cada gr. de sustancia exactamente pesado, se agregan 10 ml. de cloroformo y agitando ocasionalmente se deja reposar 30 min. Al cabo de los cuales se filtra el residuo en el filtro se lava 2 veces con 5 ml. de cloroformo cada vez; los filtrados reunidos se evaporan en baño María y el residuo se seca a peso constante de 100 - 105 °C (máximo: 0.5 %).

6.- Pérdidas por el Secado.

Mínima de 4.9 - Máximo 5.3 a 100 - 105 % hasta peso etc.

7.- Contenido

Unos) .20 gr. de sustancia exactamente pesados se disuelven en 5 ml. de agua. Después de agregar 5 ml. de HCl 0.2 N se titula de inmediato gota a gota con solución de I_2 0.1N. Antes de cada adición se disuelve el precipitado por agitación.

Hacia el final de la determinación se agrega solución de almidón al 1 % y se sigue titulando hasta permanencia del color azul cuando menos durante 2 min.

Se deberá evitar que durante la titulación las temp. no pasen de 20.C.

1 ml. de sol. I_2 0.1N nos dará:

0.01667 g. de $C_{13} H_{16} O_4 N_3 SNa$

Solución diluida de pb (NO_3)₂

1 ml. de sol patrón de pb (NO_3)₂ se diluye a 100 ml. con agua recientemente hervida y enfriada.

Esta solución hay que prepararla siempre fresca.

Sol. de Nitrato de Plomo patrón

1.60 g. $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ se disuelven a 100 ml. con agua recién hervida y enfriada.

Nota.- Al hablar de agua se debe entender que se trata de agua bidestilada ó cuando menos de agua destilada, pues hay que recordar que es Control de Calidad.

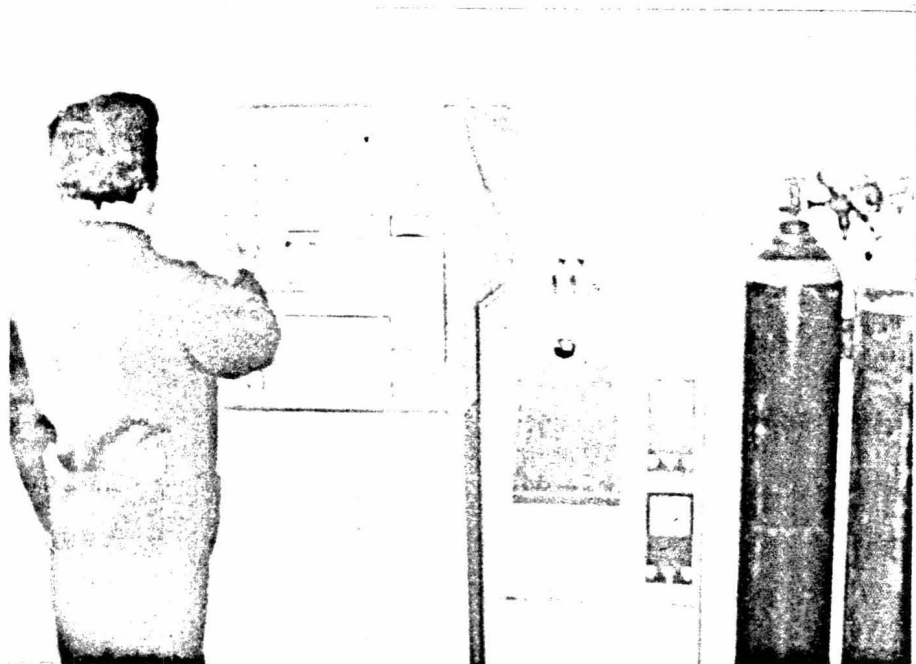


FIG. 29

CROMATOGRAFO DE GASES

Este aparato es considerado como el más importante en el Laboratorio, ya que su uso va desde el análisis de la materia prima, hasta el control del contenido de Novalgina en el producto final.

CAPITULO V

ANALISIS DE RESULTADOS

5.1 Este capítulo ha sido elaborado con el principal propósito de hacer un análisis a cerca de los resultados obtenidos en cada una de las etapas del proceso. Para tal caso se dan ciertos puntos de vista obtenidos directamente después de llevar a cabo una discusión ó estudio durante las pruebas arranque y proceso de la DIPIRONA SODICA.

Primeramente siguiendo un orden adecuado trataré en lo referente a la Selección del Equipo.

Pues bien cada una de las partes que componen ó forman el equipo necesario fueron seleccionados tomando como base su utilidad, años de servicio y economía, así como también se llegó a la conclusión de que la colocación adecuada de cada parte del equipo con respecto a la colocación del equipo en general sería de mucha utilidad ya que en dicha planificación se ahorraría por principio de cuentas pérdidas de tiempo innecesarias.

5.2. Al mencionar utilidad en el equipo me refiero a que su uso sea de lo más apropiado posible así como manuable y en el caso de tratarse de recipientes, que éstos sean de volú-

menes convenientes ya que no tendría caso el tener por ejemplo un tanque de almacenamiento de aguas madres para un volumen de 5,0000 litros sabiendo de antemano que normalmente por lote se almacenarían más ó menos 600 litros por cada lote e inclusive almacenando las aguas madres de varios lotes habría exceso de volumen. Pues tomando como base de que solamente se produce un lote diario de tal forma que en 5 días de trabajo se tendrían alrededor de 3,000 litros de aguas madres y que además por ningún motivo sería conveniente el almacenar más aguas madres.

Pues sucede inclusive que como el proceso es continuo siendo que las aguas madres obtenidas en el primer paso son necesarios para el paso siguiente, ya que ésta se forma de las aguas madres de dos lotes primarios.

Por otro lado tampoco es conveniente tener almacenadas las aguas madres porque en principio de cuentas debido a que provienen de solventes entonces se perderían poco a poco por evaporación y así como también el estar en recipiente tiempos considerables se sedimentan y entonces al sacarlas es necesario volver a calentar razón por la cual imaginemos ahora lo que sucedería con un volumen grande y almacenado por varios días.

3 Así pues por éstas razones y otras semejantes con respecto al equipo más adecuado es conveniente el ver la --

fluidéz que tiene un determinado proceso pero principalmente siempre se debe de tratar que al hacer la selección del Equipo éste sea de los más útil posible para así evitar al máximo las pérdidas así como tratar siempre de ayudar a la economía de la empresa.

Con respecto a los años de servicio que debe prestar el equipo, definitivamente que para éste caso el Ingeniero debe ponerse de acuerdo con el encargado de la compra del equipo así como el darle sus puntos de vista y decirle cuales son las causas principales para la compra de tal equipo para que no suceda que el comprador por querer ahorrar dinero a la empresa compra el equipo más barato y que aunque sea para un uso determinado tendrá también características semejantes pero de menor calidad.

Como conclusión se debería ver que el equipo necesario para cierto proceso no se seleccione por su economía sino por su durabilidad en la industria ya que al final de cuentas el capital puede ser recuperado en un tiempo razonable y el buen equipo sigue funcionando y en caso contrario por querer ahorrar dinero saldría más caro.

Siguiendo ahora con respecto al arranque de la planta se llegó a la conclusión de llevar a cabo el arranque con ciertas precauciones tomando como base los siguientes puntos.

Primeramente la revisión y chequeo del equipo antes de efectuar cualquier tipo de prueba, con respecto al proceso antes de iniciar el arranque en la planta se deben dar las garantías necesarias proporcionadas por el laboratorio en donde siempre se deben de llevar a cabo primeramente cualquier tipo de prueba ya que de ésta manera se podrían checar más fácilmente las anomalías que se presenten durante el proceso y con esas bases tener la precaución antes de procesar en los reactores. Una vez que ya todo el equipo ha sido previamente checado es preferible el hacer ó llevar a cabo una prueba en blanco en el equipo antes de efectuar la carga del material en proceso.

En éste paso es donde se llevan a cabo muchas discusiones pues en cierta forma es uno de los pasos denominados como pasos críticos. Por ejemplo hay quienes prefieren cargar directamente los reactivos para ahorrar tiempo y en el transcurso del proceso ir solucionando las posibles anomalías que se presenten durante el mismo, tanto en el proceso en sí como también en fallas en el equipo.

5.3 Por otra parte hay quienes prefieren primero el efectuar las llamadas pruebas en blanco en las cuales checan fugas en el equipo así como temperatura presión en las chaquetas de los reactores y presión interna, fallas mecánicas en la flecha del agitador etc. etc.

Yo en lo personal me inclino por trabajar siempre de una manera más segura, pues considero que siempre se deben de proteger primeramente al personal humano y posteriormente al equipo y al material en proceso pues la experiencia indica que siempre es más conveniente el llevar a cabo todo tipo de pruebas aunque éstas sean consideradas algunas veces como exageradas y con pérdidas de tiempo, pues al final de cuentas el tiempo se recupera mientras que una desgracia personal no.

Continuando ahora con el arranque del proceso el cual por ser un paso clave no debe uno despegar la atención en ese momento así como observar fijamente cada uno de los factores que intervienen durante el mismo.

Se deberán hacer todas las anotaciones posibles y en una hoja de datos por separado ir anotando cada una de las apreciaciones en lapsos de tiempo que vayan de cinco a diez minutos. Después cuando ya se haya checado plenamente que el equipo funciona correctamente se pasará ahora la atención más directamente al proceso sobre todo en los pasos que son considerados como críticos para que así después de tener todas las anotaciones pertinentes puedan ser checadas con los siguientes dos ó tres procesos siguientes por lo menos.

Con los datos obtenidos en uno y otro proceso se-

hacen comparaciones con respecto al proceso de cada uno de ellos hasta que por último los datos del proceso en todos ellos sean semejantes y chequen tanto en datos observados experimentalmente como también en los datos a seguir según el proceso en sí.

Finalmente debo decir que en cada una de las conclusiones que fueron obtenidas con respecto a cada tema de la presente tesis son el resultado de discusiones obtenidas con otros Ingenieros quienes están también de la misma manera ligados con el presente tema y las cuales son el resultado de un trabajo llevado a cabo conjuntamente con éste servidor y cuyo trabajo pongo a su entera disposición, esperando así mismo que con el presente les pueda ser útil en lo que a arranques de planta se refieren.

CONCLUSIONES

Debido a los resultados obtenidos en el desarrollo del presente trabajo y así como también haciendo un resumen de los problemas que se presentaron en cada una de las etapas de la DIPIRONA SODICA las conclusiones que se han obtenido son las siguientes:

Primeramente es obvio que el aspecto de seguridad viene a ser la base principal en cualquier tipo de arranque por pequeño que éste sea, ya que antes que nada hay que cuidar las vidas humanas y así como también la economía de una Empresa. En caso contrario de no cuidar éste aspecto tan importante las compañías sufrirían pérdidas cuantiosas en todos los aspectos como son: pérdidas de vidas causadas por accidentes, pérdidas económicas por desperfectos del equipo inseguramente colocado y pérdidas de tiempo siendo éste un factor al igual de importante.

Nunca hay que precipitarse en un arranque, sino más bien hay que tomar las cosas con calma, pues sucede que en ocasiones por querer ahorrar tiempo se pierde aún más después de que se cometió el error. Esto lo digo porque durante el arranque de la fase de CRUDA II se trató de evitar el paso de efectuar la prueba previa en blanco tomando como base de que en la prueba de la fase de CRUDA I dicha prueba había sido satisfactoria. Más sucedió que para éste caso y

debido a problemas que se presentaron poco antes de la destilación fué necesario el bajar completamente la carga perdiéndose con ello un tiempo considerable.

Debería tomarse en cuenta y como precaución de — que por más que se conozca un proceso nunca hay que confiar se, pues sucede que cuando más confiado está uno es cuando suceden los accidentes. Considero que en lugar de hacer — hábito durante el desarrollo de un proceso, se debería en — todo caso de buscar la forma de ir mejorando el proceso tan to en los pasos químicos como en el funcionamiento del equipo.

Finalmente considero que siempre que se esté trabajando en una fábrica y dado a que en ella abundan los pe ligros, entonces hay que hacerlo en una forma segura traba jando con el equipo adecuado así como el estar che cando — constantemente de que el proceso se lleve siempre a las con diciones adecuadas y nunca faltar a las normas de seguridad ya que debido al incumplimiento de cualquiera de ellas pue de conducirnos a crear ó provocar un accidente el cual mu— chas de las veces puede resultar fatal para una ó ambas par tes.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Principles of Physical Chemistry
Samuel H. Maron and Carl F. Prutton
4th Edition

- 2.- Chemical Engineering Kinetics
J. M. Smith
2nd Edition

- 3.- Physical Chemistry
Gilbert W. Castellan
3rd Edition

- 4.- Transport Phenomena
R. Byron Bird, Warren E. Stewart and Edwin N. Lightfoot
Wiley International Edition

- 5.- Principios y Cálculos Básicos de la Ingeniería Química
David M. Himmelblau
Editorial Continental S. A.

- 6.- Process Heat Transfer
Donal Q. Kern
Mc. Graw - Hill Book Company, INC.

- 7.- Chemical Process Principles
OLAF. A. HOUGEN, KENNETH M. WATSON, and ROLAND A. RAGATZ
Vol. I y II SECOND EDITION
- 8.- Principles of Unit Operations
A. S. FOUST, L. A. WENZEL, C. W. CLUMP, L. HAUS, L. B.-
ANDERSEN Wiler International Edition
- 9.- Organic Chemistry
Robert Thornton Morrison and Robert Neilson Boyd
Allyn and Bacon, Inc. Second Edition
- 10.- OPERACIONES BASICAS DE INGENIERIA QUIMICA
Warren L. Mc. Cabe and Julian C. Smith
Editorial Reverte, S. A. VOLUMEN II
- 11.- ANALISIS CUANTITATIVO
Ray U. Brumblay
EDITORIAL CONTINENTAL, S.A. PRIMERA EDICION
- 12.- Métodos Instrumentales de Análisis
Hobart H. Willard, Lynne L. Merritt, Jr y John A. Dean
3a IMPRESION

- 13.- CHEMICAL ENGINEERING PLANT DESIGN
Frank C. Vilbrandt, Ph. D.
Mc. Graw-Hill Book Company, Inc.
Third Edition.

Literatura adicional sugerida:

a).- Materiales de construcción

Andrews A. I.: Enameled Chemical Equipment
Chem. Met. Eng. (1939) páginas 46, 406

Armstrong, W. F. Construction Materials in Mannheim
Ad Plant, Chem. Eng. (1949) páginas 54 y 8 a 96

Brady, G. S. Materials Handbook 6th ed.
Mc. Graw Hill Book Company Inc. New York, 1947

Chemical Engineering Materials of Construction,
Ind. Eng. Chem. (Ed. 1948) páginas 39, 40 y 76

Crane, C. A.: Arc. Welding Cuts Maintenance Cost,
Chem. Met. Eng. (1942) páginas 4, 49 y 94.

b).- Equipo en general:

Amero, R. C. Design and use of Adsorptive Drying Units,
Chem. Eng. Progress. (1947) páginas 43 y 349.

Brothman, A. G. N. Wollan, and M. Feldman:
Formula to solve mixing problems
Chem. Met. Eng. (1955) páginas 4, 11, 52 y 102.

Harcourt, G. N.: Designing efficient equipment,
Ind. Eng. Chem. (1951) páginas 33, 102, 306, 308 y 412.

Hesse, H. C. and J. H. Rushton,
Process Equipment design,
D. Van Nostrand Company, Inc. New York (1944)

Hudson, W. G.: Overcoming Some Difficulties in Material
Handling.
Chem. Met. Eng., (1943) páginas 12 a 114.

Kroll A. E.: Graphical Solution of Fluid Flow
Chem. Met. Eng. (1947) páginas 3 a 110.

c).- Instrumentos:

Cohen, T. A.: Electronic Devices for Process Control,
Chem. Met. Eng. (1942) páginas 3 a 100

Feller, W. W. F., "Instrument and Control Manual"
Mc Graw Hill Book Company, Inc. (1948)

Hanson, V. F.: Functions on an Instrument Development
Laboratory, Chem. Eng. Progress (1947) páginas 43 y
379.

Lee E. S. New Process Control Instruments for the Chemical Industry Chem. Eng Progress. (1948) páginas 4 a - 263.

Philbrich, G. A., and W. H. Kidd
Principles of Automatic Control
Chem. Eng. Progress (1948) páginas 44 y 675

Ziegler, J. G. and W. B. Nichols:
Factors affecting Industrial Process Control
Chem. Eng. Progress (1947) páginas 43 y 309

INDICE GENERAL

	Pág.
PROLOGO	1
INTRODUCCION	2
CAPITULO I.- Descripción general sobre diseño y construcción de plantas.	6
CAPITULO II.- Selección de equipo.	25
CAPITULO III.- Pruebas de arranque y proceso	60
CAPITULO IV.- Control de calidad	130
CAPITULO V. - Análisis de resultados	173
CONCLUSIONES	179
BIBLIOGRAFIA	181
BIBLIOGRAFIA ADICIONAL SUGERIDA	184