

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y
AGROINDUSTRIA**

**DISEÑO DEL PROCESO PARA PRODUCCIÓN DE ACETATO DE
SODIO A PARTIR DE ÁCIDO ACÉTICO E HIDRÓXIDO DE SODIO
EXISTENTES EN LAS BODEGAS DEL CONSEJO NACIONAL DE
CONTROL DE SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y
PSICOTRÓPICAS (CONSEP)**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO
QUÍMICO**

BYRON SANTIAGO ILVAY MURILLO

santiago4_5_6@hotmail.com

DIRECTORA: ING. LUCÍA MARGARITA MONTENEGRO AGUAS

lucia.montengro@epn.edu.ec

Quito, febrero 2016

© Escuela Politécnica Nacional (2015)
Reservados todos los derechos de reproducción.

DECLARACIÓN

Yo, Byron Santiago Ilvay Murillo, declaro que el trabajo aquí descrito es de mí autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

Byron Santiago Ilvay Murillo

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Byron Santiago Ilvay Murillo, bajo mi supervisión.

Ing. Lucía Montenegro A.

DIRECTORA DEL PROYECTO

ÍNDICE DE CONTENIDOS

	PÁGINA
1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	1
1.1 Sustancias estupefacientes y psicotrópicas	1
1.1.1 Antecedentes	1
1.1.2 Sustancias estupefacientes y psicotrópicas	2
1.1.3 Precursores químicos de las sustancias estupefacientes y psicotrópicas	3
1.1.4 Ley de sustancias estupefacientes y psicotrópicas en el Ecuador	4
1.1.5 Precursores químicos incautados en el Ecuador	5
1.2 Diseño de reactores químicos	7
1.2.1 Reacción química de neutralización	7
1.2.2 Reactores químicos	9
1.2.3 Tipos de reactores químicos	9
1.2.4 Diseño de un reactor batch	13
1.2.4.1 Balance de materia en un reactor batch de mezcla perfecta	15
1.2.4.2 Balance de energía en un reactor batch de mezcla perfecta	19
1.3 Diseño de cristalizadores	21
1.3.1 Cristalización	21
1.3.2 Nucleación primaria homogénea, heterogénea y nucleación secundaria	22
1.3.3 Técnicas de cristalización	25
1.4 Control e instrumentación de procesos químicos	26
1.4.1 Generalidades	26
1.4.2 Sistema de control y tipos de sistemas de control	28
1.4.3 Instrumentación industrial: clases de instrumentos	30
1.4.4 Válvulas de control	31
2. PARTE EXPERIMENTAL	34
2.1 Caracterización por métodos físicos y químicos del ácido acético y del hidróxido de sodio existentes en el CONSEP a emplearse como materia prima	34
2.1.1 Muestreo de ácido acético e hidróxido de sodio en las bodegas del CONSEP	34
2.1.2 Determinación de la concentración del ácido acético y del hidróxido de sodio en solución	35
2.1.3 Determinación de la densidad del ácido acético e hidróxido de sodio en solución	38

2.1.4	Determinación de la viscosidad dinámica del ácido acético y del hidróxido de sodio en solución	40
2.1.5	Determinación de presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el ácido acético y en el hidróxido de sodio en solución	41
2.2	Diseño del proceso de obtención de acetato de sodio	42
2.2.1	Determinación del tiempo de residencia en el reactor de neutralización	43
2.2.2	Determinación del calor de neutralización	45
2.2.3	Determinación de la eficiencia de la reacción	46
2.2.4	Determinación del tiempo de residencia en el cristalizador y la cantidad de agua evaporada en la cristalización de acetato de sodio	48
2.3	Dimensionamiento de los equipos para la producción de acetato de sodio	49
2.3.1	Dimesionamiento del reactor de neutralización	49
2.3.2	Dimesionamiento del tanque agitado para dilución del hidróxido de sodio	53
2.3.3	Disemsonamiento del cristalizador	54
2.4	Caracterización del acetato de sodio obtenido experimentalmente	56
2.4.1	Determinación de la humedad del acetato de sodio	56
2.4.2	Identificación del acetato de sodio obtenido experimentalmente por espectrofotometría de infrarrojos	57
2.4.3	Determinación del pH de una solución del 1% de acetato de sodio anhidro	58
2.5	Evaluación del costo económico del proceso	58
3.	RESULTADOS Y DISCUSION	60
3.1	Caracterización por métodos físicos y químicos el ácido acético y el hidróxido de sodio existentes en el CONSEP a emplearse como materia prima	60
3.1.1	Muestreo de ácido acético e hidroxido de sodio en las bodegas del CONSEP	60
3.1.2	Caracterización del ácido acético	61
3.1.2.1	Determinación de la concentración de ácido acético	61
3.1.2.2	Determinación de la densidad de ácido acético	63
3.1.2.3	Determinación de viscosidad cinemática de ácido acético	65
3.1.2.4	Determinación de la presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el ácido acético	66
3.1.3	Caracterización del hidróxido de sodio	67
3.1.3.1	Determinación de la pureza de hidróxido de sodio	67
3.1.3.2	Determinación de la densidad de hidróxido de sodio en solución	69

3.1.3.3	Determinación de viscosidad cinemática de hidróxido de sodio en solución	71
3.1.3.4	Determinación de la presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el hidróxido de sodio en solución	72
3.2	Diseño del proceso de obtención de acetato de sodio	73
3.2.1	Tiempo de residencia en el reactor de neutralización	73
3.2.2	Determinación del calor de neutralización	77
3.2.3	Determinación de la eficiencia de la reacción	81
3.2.4	Determinación del tiempo de residencia en el cristalizador y la cantidad de agua evaporada en la cristalización de acetato de sodio	87
3.2.5	Proceso de obtención de acetato de sodio	90
3.3	Dimensionamiento de los equipos para la producción de acetato de sodio	93
3.3.1	Balance de masa del proceso de producción de acetato de sodio	93
3.3.2	Dimensionamiento del reactor y del sistema de enfriamiento en el reactor de neutralización	98
3.3.3	Dimensionamiento del tanque agitado para la dilución del hidróxido de sodio	106
3.3.4	Dimensionamiento del cristalizador	107
3.3.5	Equipos auxiliares	113
3.3.6	Control e instrumentación de proceso de producción de acetato de sodio	116
3.4	Caracterización del acetato de sodio obtenido experimentalmente	121
3.4.1	Determinación de la humedad del acetato de sodio	121
3.4.2	Identificación del acetato de sodio obtenido experimentalmente por espectrofotometría de infrarrojos	123
3.4.3	Determinación del pH de una solución del 1% de acetato de sodio anhidro	126
3.5	Evaluación del costo económico del proyecto	127
4.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	136
4.1	Conclusiones	136
4.2	Recomendaciones	139
5.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	140
6.	ANEXOS	149

INDICE DE TABLAS

		PÁGINAS
Tabla 1. 1	Cantidades de reactivos incautados las bodegas del CONSEP	6
Tabla 2. 1	Cantidad de Ácido Acético e Hidróxido de Sodio incautado y almacenado en en el CONCEP	34
Tabla 2. 2	Concentraciones de ácido acético e hidróxido de sodio empleadas en los ensayos	43
Tabla 3. 1	Volumen de titulante gastado, normalidad 1, normalidad 2 y desviación estándar en la titulación volumétrica del ácido acético	62
Tabla 3. 2	Resultados de densidad del ácido acético 16.28 N a 20 °C	64
Tabla 3. 3	Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la concentración de ácido acético	65
Tabla 3. 4	Resultados de viscosidad dinámica de ácido acético 70% w/w a 20°C	65
Tabla 3. 5	Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la viscosidad dinámica de ácido acético	66
Tabla 3. 6	Presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el ácido acético Muestreado	66
Tabla 3. 7	Volumen de titulante gastado, normalidad, y desviación estándar en la titulación volumétrica de hidróxido de sodio	68
Tabla 3. 8	Resultados de densidad hidróxido de sodio 40% w/w a 20 °C	69
Tabla 3. 9	Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la densidad de hidróxido de sodio al 40% w/w	70
Tabla 3. 10	Resultados de viscosidad dinámica de ácido acético 70% w/w a 20°C	71
Tabla 3. 11	Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la viscosidad dinámica de ácido acético	72
Tabla 3. 12	Presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el hidróxido de sodio Muestreado	72
Tabla 3. 13	Tiempo de residencia en la reacción entre el ácido acético y hidróxido de sodio a diferentes concentraciones	74
Tabla 3. 14	pH del producto de la reacción de neutralización entre el ácido acético y el hidróxido de sodio a diferentes concentraciones	75
Tabla 3. 15	Equivalente calórico del calorímetro utilizado	77
Tabla 3. 16	Resultados de calor de neutralización en las pruebas realizadas Empleando ácido acético e hidróxido de sodio a diferentes concentraciones	78
Tabla 3. 17	Resultados de la comprobación de la validez del método utilizado para la determinación de hidróxido de sodio no reaccionado	81
Tabla 3. 18	Hidróxido de sodio no reaccionado	83
Tabla 3. 19	Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-1:HS-1	84
Tabla 3. 20	Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-4:HS-4	85
Tabla 3. 21	Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de	

	concentración es AA-4:HS-2	85
Tabla 3. 22	Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-2:HS-3	86
Tabla 3. 23	Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-3:HS-3	86
Tabla 3. 24	Variación de los sólidos totales disueltos (TDS) en función de tiempo a 90°C en tres pruebas diferentes	87
Tabla 3. 25	Parámetros a evaluarse en la selección de la concentración de ácido acético e hidróxido de sodio en el reactor	91
Tabla 3. 26	Parámetros de operación del proceso	93
Tabla 3. 27	Balance de masa en la dilución del hidróxido de sodio y en la reacción de neutralización	96
Tabla 3. 28	Balance de masa en la cristalización de la solución de acetato de sodio	97
Tabla 3. 29	Balance de masa del proceso de producción de acetato de sodio	98
Tabla 3. 30	Volumen de ácido acético e hidróxido de sodio requeridos	99
Tabla 3. 31	Parámetros de acero inoxidable SS-316	101
Tabla 3. 32	Capacidad, dimensiones y material de construcción sugerido del reactor batch	101
Tabla 3. 33	límites máximos permisibles para descargar industriales hacia el recurso agua	103
Tabla 3. 34	Parámetros de operación, dimensiones y material de construcción sugerido del serpentín de enfriamiento	106
Tabla 3. 35	Capacidad, dimensiones del tanque agitado y material de construcción sugerido	107
Tabla 3. 36	Capacidad, dimensiones y material de construcción sugerido del cristizador	109
Tabla 3. 37	Propiedades del vapor de agua saturado a 160 °C	110
Tabla 3. 38	Parámetros de operación, dimensiones y material de construcción sugerido del serpentín de calentamiento en el catalizador	113
Tabla 3. 39	Equipo auxiliar requerido para el proceso	114
Tabla 3. 40	Variables controladas y manipuladas en el proceso de producción De acetato de sodio	116
Tabla 3. 41	Parámetros a ser medidos durante el proceso de producción de Acetato de sodio	116
Tabla 3. 42	Elementos de control para el serpentín de enfriamiento y calentamiento	117
Tabla 3. 43	Especificaciones técnicas de los elementos de control	118
Tabla 3. 44	Instrumentos requeridos para la medición nivel, pH y TDS en el proceso de producción de acetato de sodio	119
Tabla 3. 45	Resultados de las pruebas para la determinación de la humedad Utilizando la muestra 1	121
Tabla 3. 46	Resultados de las pruebas para la determinación de la humedad Utilizando la muestra 2	122
Tabla 3. 47	Resultados de las pruebas para la determinación de la humedad Utilizando la muestra 3	122

Tabla 3. 48	Humedad del acetato de sodio obtenido experimentalmente Mediante el proceso diseñado	123
Tabla 3. 49	Comparación entre el pH de la solución al 1% de acetato de sodio Obtenido experimentalmente y acetato de sodio comercial	126
Tabla 3. 50	Costo de maquinarias y equipo de producción	129
Tabla 3. 51	Costo de otros activos	129
Tabla 3. 52	Costo total de inversión fija	130
Tabla 3. 53	Costo para materiales directos empleados en el proceso	130
Tabla 3. 54	Costo de mano de obra directa	131
Tabla 3. 55	Costo de materiales indirectos y depreciación anual	131
Tabla 3. 56	Consumo energético de los equipos de producción	132
Tabla 3. 57	Carga fabril por suministros, reparaciones y mantenimiento	133
Tabla 3. 58	Costos por seguros e imprevistos de la carga fabril	133
Tabla 3. 59	Costos de producción	134
Tabla 3. 60	Costo unitario de producción	134

INDICE DE FIGURAS

		PÁGINA
Figura 1.1	Velocidad de reacción e inverso en función de la conversión es un reactor isotérmico y en un reactor adiabático	14
Figura 1.2	Descripción cualitativa de un proceso alimentario y su sistema de de (Arántegui,2010)	28
Figura 1.3	Diagrama de bloques de un sistema de control de lazo abierto (Uriate y Alárcon, 2010)	29
Figura 1.4	Diagrama de bloques de un sistema de control de lazo cerrado (Uriate y Alárcon, 2010)	30
Figura 3.1	Curva de titulación de ácido acético empleando NaOH 1N	63
Figura 3.2	Curva de titulación de hidróxido de sodio empleando ácido clorhídrico 1N	69
Figura 3.3	Variación de TDS promedio con el tiempo a 90 °C	89
Figura 3.4	Esquema de la dilución y reacción de neutralización	96
Figura 3.5	Esquema del cristalizador para la producción de acetato de sodio	97
Figura 3.6	Esquema de la tapa del reactor de neutralización (Código ASME, Sección VIII División I)	100
Figura 3.7	Esquema y medidas del reactor de neutralización	100
Figura 3.8	Semejanza de triángulos para el cálculo del diámetro de serpentín de forma cilíndrica	112
Figura 3.9	Diagrama PFD del proceso de producción de acetato de sodio.	115
Figura 3.10	Diagrama P&ID del proceso de producción de acetato de sodio.	120
Figura 3.11	Espectro infrarrojo del acetato de sodio obtenido experimentalmente	124
Figura 3.12	Comparación del espectro infrarrojo del acetato de sodio comercial y al acetato de sodio obtenido experimentalmente	125

INDICE DE ANEXOS

		PÁGINA
Anexo I	Datos para las curvas de titulación	150
Anexo II	Tabla 9 del Anexo I libro VI del Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente (TULSMA)	153
Anexo III	Tabla de resistencia de la corrosión de acero inoxidable	156
Anexo IV	Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 49:2012	159
Anexo V	Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 810:2013	161
Anexo VI	Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 2 159:99	169
Anexo VII	Características del reactor de neutralización Foshan Jct Machinery	172
Anexo VIII	Características del tanque para dilución/almacenamiento Henan Wanda Chemical Equipment	173
Anexo IX	Características del cristizador Hangzhou Haishun Pharmaceutical Machinery	174
Anexo X	Características del caldero Zhangjiagang Prefly Thermal Technology	175
Anexo XI	Características de las bombas Zhejiang Better	177
Anexo XII	Características del homogenizador Wenzhou Flowtam	178
Anexo XIII	Características del agitador Shangai Qilee Environmental	179
Anexo IV	Características del serpentín Baoji Sanxian Nonferrous Metal Manufacturing	180

RESUMEN

En este proyecto se desarrolló un proceso para la producción de acetato de sodio a partir de ácido acético e hidróxido de sodio incautados y almacenados en por el CONSEP. Debido a que los precursores químicos almacenados en las bodegas del CONSEP provienen de incautaciones, su concentración o pureza era desconocida, por lo cual fue necesario realizar una caracterización de ambos precursores químicos involucrados en el proyecto. Esto con la finalidad de emplearlos como reactivos en una reacción de neutralización para obtener acetato de sodio.

Debido a que la reacción química de neutralización entre el ácido acético y el hidróxido de sodio es exotérmica, se estableció como medida de seguridad una temperatura de operación 40°C (Rawling y Ekertd, 2002, p. 135) y se realizaron 16 ensayos en los cuales se varió la concentración de ácido entre 10 y 16.28 N y la concentración de hidróxido de sodio entre 10 y 17 N.

Se evaluaron tres parámetros al momento de seleccionar la combinación de concentraciones: tiempo de residencia, calor de neutralización y eficiencia de la reacción química. Se escogió la combinación de concentraciones denominada AA-4:HS-2. Para esta combinación de concentraciones se tuvo un tiempo de residencia de 12 min, un calor de neutralización de 147.67 kJ y una eficiencia de la reacción del 85.21 %. La cristalización se llevó a cabo a una temperatura de 90°C ; el tiempo requerido para saturar la solución de acetato de sodio fue de 33 min y el tiempo requerido para llegar a una sobresaturación del 10 % fue de 41 min. El tiempo de residencia en el cristalizador se estableció en 48 min ya que de esta manera el tiempo total para cada carga sería de 1 h.

Los cristales de obtenidos mediante el proceso diseñado fueron analizados por espectrofotometría de infrarrojos con la finalidad de comprobar que efectivamente se obtuvo acetato de sodio, y se realizó una comprobación adicional comparando el valor del pH de una solución al 1,0% de acetato de sodio comercial y el acetato de sodio obtenido experimentalmente. Se determinó además la humedad del producto utilizando el método descrito en la norma técnica ecuatoriana INEN 49.

Los cristales obtenidos como producto tuvieron una humedad del 6,2 % y se comprobó que efectivamente se trata de acetato de sodio, ya que se comparó el espectro infrarrojo de la muestra experimental con el espectro de una muestra de acetato de sodio anhidro comercial Baker de pureza ~99,7%. Se obtuvieron resultados positivos también en los ensayos comparativos de pH entre soluciones al 1% del acetato de sodio obtenido experimentalmente y el mismo acetato de sodio comercial usado en la espectrofotometría de infrarrojos.

Se dimensionó un reactor de neutralización con sistema de refrigeración, un tanque agitado para la dilución del hidróxido de sodio y un cristalizador con sistema de calefacción para producir 100 kg de acetato de sodio/h. De igual manera se determinó el equipo auxiliar de producción (caldero, bombas, agitadores) y la instrumentación necesaria para que el proceso diseñado opere de manera segura y eficiente.

Se realizó una estimación económica del proceso diseñado, según la cual se requiere una inversión inicial de 22683,96 USD y con base en la cantidad de acetato de sodio que se puede producir con los precursores químicos embodegados se estimó un costo unitario de producción de 1,02 USD/kg de acetato de sodio producido. El costo del producto obtenido en este proyecto es 0,12 USD mayor que el costo del acetato de sodio que se oferta en el mercado. Por lo tanto el desarrollo de este proyecto no solo garantiza una opción segura y eficiente para el tratamiento de estos dos precursores químicos, sino también rentable desde el punto de vista económico.

El acetato de sodio es un compuesto químico de gran versatilidad a nivel industrial ya que, puede ser usado en el tratamiento de aguas residuales, en la preparación de soluciones buffer en industrias alimenticias y farmacéuticas e incluso como saborizante y conservante de alimentos.

INTRODUCCIÓN

La acumulación de precursores químicos en las bodegas del CONSEJO NACIONAL DE CONTROL DE SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS (CONSEP) día a día se incrementa, constituyendo un problema para dicha dependencia del estado ecuatoriano y también para toda la comunidad, ya que constituye una grave peligro para la sociedad y el medio ambiente la acumulación en condiciones inadecuadas de este tipo de sustancias.

Por esta razón y mediante un convenio general de cooperación interinstitucional entre el CONSEP y la Escuela Politécnica Nacional se desarrolló este proyecto, el cual está enfocado hacia la obtención de un producto industrial de gran versatilidad. El ácido acético y el hidróxido de sodio se usan en diversas industrias nacionales y forman parte del listado que maneja CONSEP, ya que son considerados precursores químicos debido a que, se emplean en el proceso de fabricación o refinación de sustancias estupefacientes o psicotrópicas, mismas que son consideradas por el estado ecuatoriano como dañinas para la salud y para la sociedad misma, no solo por su consumo sino también como se explica en SENDA (2008) porque en torno a estas giran delitos como el narcotráfico, el sicariato e incluso la trata de personas.

Según la Organización de Naciones Unidas el tratamiento más recomendable para los precursores químicos, entre los cuales se ha incluido el ácido acético y el hidróxido de sodio, es la neutralización (ONU, 2005, pp. 27-31). El manual sugiere la neutralización de los ácidos y las bases hasta una concentración baja para su posterior eliminación en el sistema de alcantarillado. Es en este punto en donde este proyecto plantea una alternativa diferente: la obtención de un producto que tiene diversos usos industriales (acetato de sodio).

Sin importar el proceso empleado para la eliminación de estos dos precursores químicos se producirá un impacto ambiental, aún si se lo hiciere de acuerdo a normativas vigentes. Además la eliminación adecuada de estos reactivos involucraría un costo económico, el mismo que podría ser destinado a la implementación y puesta en marcha de este proyecto.

El valor agregado de este proyecto radica en la obtención de un producto de gran versatilidad a escala industrial al tiempo que se da tratamiento a dichos precursores químicos. Minimizando de esta manera el impacto ambiental causado por el desecho del ácido acético y el hidróxido de sodio y obteniendo un producto inocuo hacia el ambiente y que puede ser aprovechado como insumo industrial. El acetato de sodio puede ser utilizado como en la industria alimenticia como preservante y sabor artificial, en la industria farmacéutica en soluciones amortiguadoras, en la industria petrolera en la formulación de fluidos de perforación y también en el tratamiento de agua residuales como fuente de carbono.

1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS

1.1.1 ANTECEDENTES

El consumo de sustancias psicoactivas se remonta a miles de años en la historia. Diversas comunidades indígenas en alejadas zonas de los continentes utilizaban este tipo de sustancias en rituales, en la mitigación del hambre y sed o como estimulante previo a un combate. La síntesis de principios activos y el desarrollo del comercio contribuyeron a la rápida y vertiginosa difusión de las sustancias psicoactivas. “La costumbre de drogarse no es nueva, ya que a lo largo de la historia el hombre siempre a utilizado sustancias que alteran el funcionamiento normal del sistema nervioso central” (Correa, 2007, p. 1).

Según Lulman et al. (2008) hasta finales del siglo XVIII y principios del siglo XIX las enfermedades eran tratadas con productos de la naturaleza animada e inanimada, principalmente hojas o raíces secas, pero también hojas, raíces y flores frescas. Éstas poseían un efecto altamente curativo (terapéutico), pero también podían tornarse tóxicas si su uso era excesivo o inapropiado.

La importancia de conocer el origen de las sustancias estupefacientes y psicotrópicas radica en la transición del consumo de plantas y hongos medicinales o estimulantes hacia sustancias dañinas para el ser humano y su entorno familiar y social, tan dañino es su efecto que incluso se ha asociado su uso con la propagación de enfermedades infecciosas (NIDA, 2008, pp. 7, 8, 26)

De acuerdo a Levy (2000) la farmacología es una ciencia dedicada a la investigación y a la búsqueda del bienestar humano, ya que a través de los innumerables logros de esta ciencia se han logrado vencer grandes males que afectan al ser humano y el camino que se tiene por recorrer en esta ciencia es infinito. Pero de la misma manera y así como estos avances han contribuido al bienestar humano, también sentaron la base para el desarrollo de sustancias dañinas y nocivas para la salud. El desarrollo de la farmacología y la transición del

consumo de plantas medicinales hacia el consumo de sustancias nocivas para la salud tienen como base los siguientes hechos:

1803: el farmacéutico alemán William Sertuner es el primer científico que consigue aislar un principio activo. Sertuner consiguió aislar la morfina de la planta de opio.

1828: el químico alemán Friedrich Wohler logra la síntesis de la primera sustancia orgánica (urea) a partir de sustancias inorgánicas.

Las sustancias estupefacientes y psicotrópicas ilegales, por su naturaleza adictiva, tiene efectos destructivos para la salud de las personas que los consumen y efectos aún más destructivos para la sociedad, ya que acarrear consigo problemas de salud, en el entorno social de las personas y a través de ellas se fomentan delitos sistemáticos y compulsivos con fines económicos y psicofarmacológicos. El sector más vulnerable de la sociedad en lo que respecta a consumo de estas sustancias ilegales son los jóvenes. Según el Observatorio Nacional de Drogas del Ecuador, el 20 % de los jóvenes entre 12 y 17 años que han usado o adquirido algún tipo de sustancia estupefaciente o psicotrópica la consiguieron al interior de su centro de estudio o en sus alrededores (CONSEP, 2012, pp. 11-14).

Por lo tanto los avances que se han conseguido en la farmacología han sido positivos en términos generales pero muchos de estos avances también han constituido la base para la formulación de drogas que se consumen de manera ilegal en la actualidad.

1.1.2 SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS

Según CAVEFAR (2010) un psicotrópico es una sustancia que puede ser de origen natural o sintético con la capacidad de estimular y causar afecciones psíquicas debido a su acción sobre el sistema nervioso central (SNC) una sustancia psicotrópica no estupefaciente puede producir un efecto tranquilizante, estimulante o relajante e incluso en algunos casos puede causar un leve cambio en el temperamento de las personas. Un estupefaciente en cambio es también una sustancia psicotrópica pero con un poder más alto sobre la conducta de la persona que lo consume, sustancias que generalmente derivan en abuso y dependencia de la misma.

Según Calvo et al. (2011) el índice terapéutico de las sustancias estupefacientes y psicotrópicas es muy estrecho y si se las emplea para un tratamiento médico las dosis administradas deben ser muy exactas, ya que estas sustancias tienen efectos diversos de acuerdo a la dosis que se administra, por ejemplo algunas sustancias estupefacientes en pequeñas dosis producen una sensación de excitación e hiperactividad mientras que si la dosis administrada es alta producen decaimiento e incluso cuadros depresivos en las personas.

El control a los precursores químicos de sustancias ilegales es vital en la lucha contra el narcotráfico, el consumo de drogas y todos los problemas que giran en torno a la elaboración y comercialización de estas sustancias.

1.1.3 PRECURSORES QUÍMICOS DE LAS SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS

Según Ramírez (2007) los precursores químicos son productos de naturaleza química necesarios para la producción de drogas de uso ilícito, mismas que se integran al producto final, ya sea parte de su estructura molecular o que actúen como productos intermedios en la obtención del producto final.

Existen otro tipo de productos químicos utilizados en la elaboración de sustancias estupefacientes y psicotrópicas los cuales son frecuentemente utilizados en los procesos de extracción, fabricación, producción, síntesis y purificación de drogas de uso ilícito pero que normalmente no se integran a la molécula de producto final y la mayoría de veces se pueden remplazar por otros productos de naturaleza similar con resultados parecidos (Ramírez, 2007, p. 5).

A diferencia del cannabis (marihuana), que se consume sin ningún tipo de refinación, todas las drogas ya sean, orgánicas o sintéticas requieren sustancias químicas para ser procesadas o refinadas. Pero según Vertic (2006) se debe tener en cuenta que los precursores químicos no solo tienen esta finalidad, sino que su uso es diverso. Por ejemplo, la acetona que es una sustancia química de gran importancia en la refinación de la cocaína también es usada para la remoción del

esmalte de uñas, o el permanganato de potasio que de igual manera se emplea en la refinación de la cocaína también puede ser utilizado en la depuración de agua potable.

En el Ecuador la entidad estatal encargada del control de todo lo relacionado a sustancias estupefacientes y psicotrópicas, incluyendo los precursores químicos es el Consejo Nacional de Control de Sustancias Estupefacientes y Psicotrópicas (CONSEP).

Como se explica en PRADICAN (2013) no se puede generalizar, o decir que los precursores químicos tienen como única finalidad la producción o refinación de sustancias estupefacientes y psicotrópicas, y peor aún bajo ninguna circunstancia se podría prohibir la comercialización de estas sustancias. Es posible, y de hecho se lo hace en casi todos los países del mundo, el control de la producción, importación, tenencia y comercialización de las mismas.

1.1.4 LEY DE SUSTANCIAS ESTUPEFICIENTES Y PSICOTRÓPICAS EN EL ECUADOR

En el Ecuador desde el año 2004 está vigente la Ley de Sustancias Estupefacientes y Psicotrópicas, la que abarca todo lo relativo a:

- Cultivo de plantas de las cuales se pueda extraer principios activos utilizables en la producción de sustancias estupefacientes y psicotrópicas.
- Producción, elaboración y extracción de insumos componentes o preparados de sustancias sujetas a fiscalización.
- Tenencia o adquisición de sustancias sujetas a fiscalización, oferta o distribución de sustancias sujetas a fiscalización, entre otros aspectos relacionados a todo tipo sustancias sujetas a fiscalización y control (CONSEP, 2014, p. 10).

Según CONSEP (2014) la ley tiene como objetivo principal el combate y la erradicación de la venta, producción, consumo y tráfico ilícito de sustancias

estupefacientes y psicotrópicas con la finalidad de proteger a la sociedad ecuatoriana de los peligros que giran en torno a estas actividades.

Según la LEY DE SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS con la finalidad de que se dé cumplimiento de la esta ley y sea aplicada de la mejor forma se creó en el país, y con sede en la ciudad de Quito, el CONSEP, siendo esta una entidad jurídica de derecho público. (CONSEP, 2014, p. 3)

Entre las principales funciones y atribuciones que tiene el CONSEP se pueden destacar:

- Velar por el cumplimiento de la Ley de Sustancias Estupefacientes y Psicotrópicas.
- Formulación de un plan nacional que contenga programas y estrategias para la prevención del uso indebido de sustancias sujetas a control y fiscalización.
- Evaluar el cumplimiento de convenios internacionales e informar a los organismos correspondientes.
- Autorizar la enajenación de sustancias sujetas a fiscalización de las que disponga el CONSEP a personas o instituciones previamente calificadas.
- Expedir el reglamento para la venta u otras formas de enajenación de los bienes muebles e inmuebles y de los insumos, precursores químicos u otros productos químicos específicos, a que se refiere esta ley.
- Controlar y fiscalizar la importación, producción, tenencia y comercialización de precursores químicos.

Es en el último punto en el cual se ha enmarcado este proyecto, ya que es necesario darles a los precursores incautados una disposición final segura y viable. De esta forma no se almacenan innecesariamente y se previenen accidentes o afectaciones al ambiente.

1.1.5 PRECURSORES QUÍMICOS INCAUTADOS EN EL ECUADOR

El CONSEP una vez que ha realizado el control y fiscalización a las diversas industrias que en el país se encargan de la importación, producción,

comercialización de los precursores químicos, o que a su vez emplean uno o varios de los precursores químicos en sus procesos industriales, procede a la incautación de los mismos cuando las empresas no poseen los permisos respectivos de tenencia o importación.

Las cantidades de precursores químicos almacenados en las bodegas del CONSEP crecen día a día convirtiendo esto en un problema de alta complejidad para esta dependencia estatal, debido al espacio reducido dispuesto para almacenar las incautaciones y a los riesgos que conlleva almacenar grandes cantidades de precursores químicos, entre los cuales se encuentran ácidos y bases de alta concentración. “Los peligros asociados a la seguridad de los agentes químicos se materializan en accidentes que pueden dar lugar a incendios, explosiones o reacciones químicas” (Aguilar et al., 2010, p. 39).

En la Tabla 1.1 se describen las cantidades de precursores químicos que incautados y almacenados en las bodegas del CONSEP en los dos últimos trimestres del año 2012 y el primer trimestre del años 2013.

Tabla 1.1 Cantidades de reactivos incautados las bodegas del CONSEP

No.	Nombre	Peso (kg)
1	Cloruro de amonio	76,8
2	Permanganato de potasio	114,7
3	Bisulfito de sodio	50,0
4	Bicarbonato de sodio	3 574,4
5	Cloruro de calcio	3 820,0
6	Mureato de potasio (cloruro de potasio)	140,6
7	Carbonato de sodio	642,0
8	Hidróxido de sodio	1 267,4
9	Hidróxido de potasio	804,3
10	Sin Nombre	21,0
11	Ácido clorhídrico	2 339,3
12	Ácido sulfúrico	548,8
13	Ácido acético	881,4

La falta de espacio y el riesgo latente de almacenar reactivos químicos de alta concentración son problemas que crecen día a día debido a la falta de procedimientos adecuados para darles a estos precursores químicos incautados una disposición final adecuada.

En este proyecto se pretende dar una disposición final adecuada al ácido acético y al hidróxido de sodio, dos de los precursores químicos de mayor incautación. De acuerdo a la guía de seguridad de la ONU (2005) el procedimiento adecuado para la eliminación de ácidos y bases es la neutralización, ya que permite obtener un nuevo producto o desechar de manera adecuada estos precursores químicos, a través de la formación de sustancias neutras que por lo general tienen un efecto inocuo hacia el medio ambiente, a diferencia de los ácidos y las bases (ONU, 2012, pp. 27,28). En este proyecto se pretende obtener un producto de alta demanda industrial, como lo es el acetato de sodio, el mismo que se usa en tratamiento de aguas contaminadas, buffer en la elaboración de fluidos de perforación petrolera e incluso como conservante en alimentos.

1.2 DISEÑO DE REACTORES QUIMICOS

1.2.1 REACCIÓN QUIMICA DE NEUTRALIZACIÓN

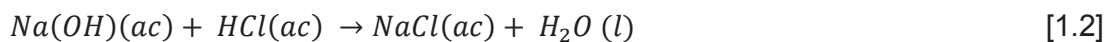
Según Luyven (2007) una reacción química constituye la base para entender lo que ocurre al interior de un reactor químico, ya que sin importar el tipo de reactor químico, al interior de este se produce una transformación de las sustancias que ingresan (reactivos) para generar sustancias químicas (productos). A esta transformación de reactivos en productos es lo que se conoce como reacción química, descrita básicamente en la Ecuación [1.1].

reactivos → *productos* [1.1]

Una reacción química de neutralización tiene lugar entre un ácido y una base dando lugar a la formación de un producto conocido como sal.

Según Jiménez y De Manuel (2002) un error común al tratar con reacciones químicas de neutralización es asumir todas estas reacciones químicas darán como resultado un producto neutro (pH ~7). El pH de la sal formada en la reacción de neutralización dependerá de la naturaleza de los reactivos, así como la concentración de los mismos y del uso de reguladores de pH. Así según Nakhleh y Krajcik (1994) las reacciones de neutralización que conducen a una sal neutra o de pH=7 son solamente un caso particular dentro de todas las reacciones de neutralización.

Las reacciones químicas de neutralización pueden ocurrir entre un ácido fuerte y una base fuerte (como se ha descrito en el caso anterior), un ácido fuerte y una base débil, un ácido débil y una base fuerte y finalmente entre un ácido débil y una base débil. La ecuación [1.2] es la reacción química de neutralización para la formación de sal común.



La reacción química de neutralización con la cual se trabaja en este proyecto da como resultado la formación de una sal orgánica, conocida como acetato de sodio (cuyo pH en solución al 1% se encuentra alrededor de 8 según la hoja de seguridad de esa sal), y se produce al reaccionar ácido acético con hidróxido de sodio.

Según Martín (2000) el hidróxido de sodio es considerado una base fuerte bajo cualquier circunstancia, pero el ácido acético es más complejo, debido a que es considerado un ácido débil en solución acuosa pero puede considerarse un ácido fuerte cuando se encuentra diluido en otro tipo de solvente, como por ejemplo en amoníaco líquido. La ecuación [1.3] es la ecuación química utilizada en este proyecto para la obtención de acetato de sodio.



1.2.2 REACTORES QUÍMICOS

Según Rawlings y Ekerdt (2002) el reactor químico constituye en casi toda planta industrial el corazón del proceso productivo. Sea cual sea el tipo de reactor químico que se encuentre involucrado en un proceso industrial, el reactor químico condiciona el rendimiento del proceso, la calidad de los productos y por ende la rentabilidad económica involucrada, y bajo estas circunstancias el reactor químico y su adecuado funcionamiento hacen girar en torno a él la producción de la planta.

De acuerdo con Fogler (2001) los reactores químicos son utilizados en industrias metalúrgicas, alimenticias, de refinación de petróleo y sus derivados, etc., lo que indica la importancia de los reactores químicos y su adecuado funcionamiento a nivel industrial y por ende lo que representan a nivel económico.

Y según García (2009) se debe buscar la confluencia de los siguientes objetivos con la finalidad de obtener alta eficiencia en un reactor:

- Reacción química en un solo paso
- 100% de eficiencia de la reacción química
- Seguridad desde el punto de vista laboral y medioambiental
- Uso de material primas renovables
- Reducción mínima o nula de residuos al final del proceso
- Consumo energético mínimo
- Uso de reactivos y catalizadores reutilizables
- Almacenamiento o purificación fácil de los productos obtenidos

De acuerdo con Lyben (2007) la imposibilidad de lograr una conversión del 100% en cualquier tipo de reactor, deriva en la búsqueda de maximizar el uso de las materias primas que intervienen en el proceso y minimizar la cantidad de subproductos.

1.2.3 TIPOS DE REACTORES QUIMICOS

Según Fogler (2001) a los reactores químicos se los puede clasificar en dos grupos: reactores químicos intermitentes (batch) y reactores de flujo continuo. Los reactores batch son empleados en menor escala que los de flujo continuo, usualmente en la prueba de nuevos procesos o cuando se fabrica productos de costo elevado y por lo tanto se dificulta mucho llevarlos a procesos continuos.

La principal ventaja en el uso de los reactores batch es la alta conversión que se logra en los mismos, debido a que basta con permitir que los reactivos permanezcan por tiempos prolongados al interior del reactor para conseguir una alta conversión. Además otra gran ventaja del uso de los reactores batch es el bajo costo que tiene la implementación de este tipo de reactores y que presentan la facilidad de ser escalados directamente de ensayos que se han realizado a escala de laboratorio. Y la principal desventaja de reactor batch es el alto costo de mano de obra, mano de obra requerida para su operación y mantenimiento. También se puede mencionar como desventaja de este tipo de reactores que la variabilidad de los productos que se obtienen es mucho más alta que la obtenida en un reactor que opera en flujo continuo (Cunill et al., 2010, p. 9).

Según Fogler (2001) los reactores de flujo continuo se clasifican en: reactor continuo de mezcla perfecta (CSTR), reactor tubular (PFR) y reactor de lecho empacado (PBR).

El reactor CSTR es quizás el reactor más común en la industria química. En la mayor parte de los casos, está equipado con algún sistema de agitación (centrifugación, oscilación o sacudidas), así como elementos para la transferencia de calor. Con excepción de los líquidos muy viscosos, el reactor tanque agitado produce un mezclado casi perfecto (retromezclado) (Perry, 2001, p. 4-27). En este tipo de reactores no existe una relación de dependencia con el tiempo de residencia o de la de posición en la temperatura, concentración o velocidad de reacción al interior del reactor, es decir que todas las variables son iguales en todos los puntos del interior del reactor (Fogler, 2001, p. 43), y si esto se cumple, es decir temperatura y concentración son las mismas en todos los puntos del reactor, entonces serán también las mismas en la o las corrientes de salida.

En reactores químicos en los cuales la mezcla no pueda ser considerada ideal o perfecta emplear este modelo puede llevar a resultados erróneos. En un reactor CSTR, que opera en estado estacionario, a partir de un balance de masa llega a la Ecuación de diseño, misma que se presenta en la Ecuación [1.4].

$$V = \frac{F_{j0} - F_j}{-r_j} \quad [1.4]$$

Donde:

- V: volumen del reactor
- F_{j0} : flujo de entrada del componente j
- F_j : flujo de salida del componente j
- r_j : velocidad a la cual desaparece el componente j

El reactor PFR es un reactor muy común a nivel industrial y es empleado en reacciones que se dan usualmente en fase gaseosa. Consta de un tubo cilíndrico y normalmente opera en estado estacionario, igual que el CSTR.

En el reactor tubular los materiales que reaccionan se consumen de manera continua a medida que fluyen a lo largo del reactor (Levenspiel, 1999, p. 101). Al modelar un reactor tubular se asume que la concentración varía continuamente en la dirección axial a lo largo del reactor. Por consiguiente la velocidad de reacción, que es una función de la concentración para todas las concentraciones, excepto las de orden cero, también variará axialmente (Fogler, 2001, p. 44). La Ecuación de diseño para un reactor PFR, que opera en estado estacionario, se describe en la Ecuación [1.5]

$$V = \int_{F_{A1}}^{F_{A0}} \frac{dF_A}{-r_A} \quad [1.5]$$

Donde:

- V: volumen del reactor tubular
- F_{A0} : velocidad de flujo molar de entrada.

F_{A1} : velocidad de flujo molar a la salida.

r_A : velocidad de desaparición de componente A.

El reactor PBR tiene una particularidad respecto a los reactores antes descritos, y es que en este tipo de reactores normalmente se llevan a cabo reacciones heterogéneas fluido-sólido. Esto se consigue dado que la reacción se la lleva a cabo sobre la superficie de un catalizador y por lo tanto la velocidad de reacción en este tipo de reactores está ligada directamente a la masa de catalizador sólido y no al volumen del reactor. Para un sistema heterogéneo fluido-sólido, la velocidad de reacción de una sustancia A se define mediante la Ecuación [1.6].

$$-r_A = \frac{\text{mol de A que reaccionó}}{s * g_{\text{catalizador}}} \quad [1.6]$$

Donde:

r_A : velocidad de reacción de la especie A

S: altura del catalizador

$g_{\text{catalizador}}$: masa de catalizador

Se usa la masa de catalizador sólido porque la cantidad de catalizador es importante en la velocidad de formación de producto. El volumen del reactor que contiene el catalizador tiene importancia secundaria (Fogler, 2001, p. 44).

La corriente del reactivo fluido se introduce en la base del reactor a una velocidad tal que los sólidos flotan en corriente del fluido sin salir del sistema (Perry, 2001, p. 4-28).

Según el análisis realizado por Fogler (2001) y Perry (2001) la Ecuación de diseño de un reactor PBR obtiene de manera análoga a la obtención de la Ecuación de diseño para un reactor PFR, realizando una simple sustitución del volumen del reactor por la del peso de catalizador, en este caso representado por la letra W. La ecuación de diseño para un reactor PBR se la representa en la ecuación [1.7].

$$W = \int_{F_A}^{F_{A0}} \frac{dF_A}{-r_A} \quad [1.7]$$

Donde:

- W: peso del catalizador sólido.
- F_{A0} : velocidad de flujo molar de entrada.
- F_{A1} : velocidad de flujo molar a la salida.
- r_A : velocidad de desaparición de componente A.

1.2.4 DISEÑO DE UN REACTOR BATCH

En este proyecto se va a diseñar un reactor batch, ya que se busca obtener la mayor conversión posible, y minimizar el costo de inversión. Usualmente los reactores de flujo continuo se usan cuando se requiere procesar cantidades grandes de materia, y la inversión económica de igual manera es superior.

Según Harriot (2003) cuando se va a realizar el diseño de un reactor intermitente o batch el primer punto a considerar es que no existe ni salida ni entrada de materia, sino que se carga el o los reactivos, transcurre el tiempo requerido para que ocurra la reacción química al interior del mismo y finalmente se descarga el producto (si fuere el caso también los subproductos o residuos).

De acuerdo con Rawling y Ekerdt (2002) al momento de realizar el diseño de un reactor batch de mezcla perfecta se debe tener en cuenta que no es lo mismo referirse al volumen que ocupa la masa al interior del reactor que al volumen del reactor en sí. Así la diferencia entre el volumen que ocupa la masa en el interior y el volumen del reactor radica en los factores de seguridad que deben ser tomados en cuenta al momento de realizar el dimensionamiento de un equipo industrial.

Cuando se va a diseñar un reactor químico, dentro de cual se produce una reacción exotérmica es importante determinar si el reactor debe operar adiabática o isotérmicamente. En la Figura 1.1 se muestra una comparación entre la variación de velocidad de reacción dentro de un reactor adiabático y dentro de reactor isotérmico cuando se ha partido de condiciones iniciales iguales y se ha llegado a la misma conversión. Esta figura permite visualizar que se ha alcanza una velocidad

de reacción mayor en el reactor adiabático que en el reactor isotérmico cuando la reacción química es exotérmica. Según Denbigh y Turner (2000) esto se debe a que en el reactor adiabático no se produce intercambio de calor con el medio, razón por la cual se produce un aumento en la temperatura en el interior del reactor y por ende aumenta la velocidad de reacción.

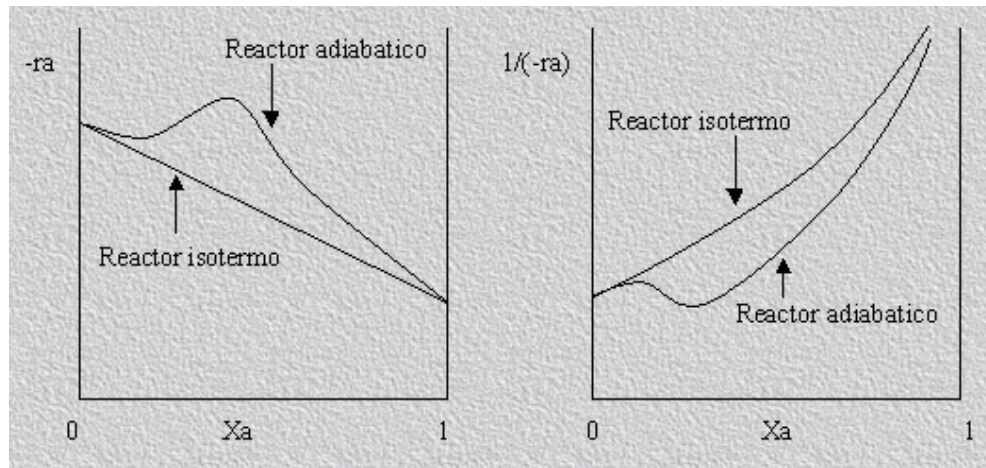


Figura 1.1 Velocidad de reacción e inverso en función de la conversión en un reactor isotérmico y en un reactor adiabático

(Universidad del País Vasco, 2013)

De acuerdo con Harriot (2003) si en el reactor batch que se va a diseñar se llevará a cabo una reacción química de neutralización, un criterio acertado para la elección del tipo de reactor a ser diseñado (isotérmico o adiabático) es la cantidad de calor que se libera debido a la reacción, calor que es conocido como el calor de neutralización, el cual está en proporción directa a la concentración a la que ingresan al reactor cada uno de los reactivos.

Según Cunill et al. (2010) cuando las reacciones químicas son exotérmicas, si el calor desprendido es muy alto, puede producirse una elevación súbita de la temperatura, y el control de la misma al interior del reactor es de vital importancia, ya que no solo involucra el funcionamiento seguro y eficiente del reactor, sino que esta elevación en la temperatura de operación del reactor puede dar lugar a la generación subproductos indeseados o la cristalización de los reactivos involucrados en el proceso.

De acuerdo a la Figura 1.1 lo más acertado sería escoger un reactor adiabático, debido a que la velocidad de reacción (r_a) es más alta que en un reactor isotérmico, pero dado que en este proyecto se trabaja con hidróxido de sodio, es importante considerar que si este ingresa al reactor batch en solución concentrada y si el calor de neutralización generado es alto se podría producir una elevación súbita en la temperatura del reactor lo cual derivaría en una inminente evaporación del agua en la cual se ha disuelto el hidróxido de sodio. Si esto llegase a ocurrir existe una alta probabilidad que se produzca la cristalización del hidróxido de sodio en el interior del reactor, lo cual disminuiría la eficiencia del proceso. Por lo tanto se ha escogido un reactor batch isotérmico, ya que es importante no solo considerar eficiencia sino también seguridad en la operación de reactor.

1.2.4.1 Balance de materia en un reactor batch de mezcla perfecta

Según Días (2006) el balance de materia para la especie j en un tiempo específico, t , está dado por la siguiente Ecuación [1.8]

$$\begin{bmatrix} \text{Velocidad de} \\ \text{acumulación} \\ \text{de } j \text{ dentro} \\ \text{del sistema} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \text{Velocidad de} \\ \text{flujo} \\ \text{de } j \text{ que} \\ \text{entra al} \\ \text{sistema} \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} \text{Velocidad de} \\ \text{flujo} \\ \text{de } j \text{ que s} \\ \text{ale del} \\ \text{sistema} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \text{Velocidad de} \\ \text{generación de} \\ j \text{ por reacción} \\ \text{química} \end{bmatrix} \quad [1.8]$$

Esta Ecuación representa el punto de partida del balance de materia para cualquier tipo de reactor que se desee modelar, y puede ser aplicado tanto a un balance de masa como a un balance de moles, siempre y cuando las unidades de cada uno de los términos de la Ecuación tengan las mismas unidades (Días, 2006, pp. 10, 11).

El modelo matemático que se presenta a continuación para un reactor batch agitado es el descrito en Fogler (2001).

$$F_{j0} - F_j + G_j = \frac{dN_j}{dt} \quad [1.9]$$

Donde:

- N: número de moles de la especie j en el sistema.
 t: tiempo.
 F_{j0} : flujo de entrada de la especie j al sistema.
 F_j : flujo de salida de la especie j del sistema.
 g_j : generación de la especie j dentro del sistema por reacción química.

Se considera que todas las variables del sistema (por ejemplo temperatura, actividad catalítica, concentración de la especie química) son uniformes en todo el volumen del sistema se tiene la Ecuación [1.10].

$$G_j = r_j * V_r \quad [1.10]$$

Donde:

- r_j : velocidad de formación de la especie j.

Cuando alguna de las variables del sistema varían con la posición dentro del sistema, se debe tomar una pequeña porción de volumen, conocido como ΔV , dentro del cual si se puede ser consideradas las variables como uniformes. Un caso de particular interés radica en el cual la velocidad de generación de la especie j varía con la posición, el cual puede se presenta en la Figura 1.2. El dividir el volumen total del sistema (V) en volúmenes parciales permite tomar a cada uno de estos volúmenes parciales (ΔV) como un sistema independiente, y a través de un sumatorio como se indica en la Ecuación [1.12] llegar nuevamente al volumen total.

Entonces la ecuación 1.7 puede ser expresada en términos de cada uno de los elementos ΔV y de la respectiva velocidad de generación y se obtiene la Ecuación [1.11]. La Figura 1.2 permite visualizar como un volumen se divide hipotéticamente en volúmenes más pequeños.

$$\Delta G_{j1} = r_{j1} * \Delta V_1 \quad [1.11]$$

Si se considera que el volumen total ha sido dividido en M subvolúmenes se obtiene la Ecuación [1.12].

$$G_j = \sum_{i=1}^M \Delta G_{ji} = \sum_{i=1}^M r_{ji} * \Delta V_i \quad [1.12]$$

Y al definir límites de integración se obtiene la Ecuación [1.13].

$$F_{jo} - F_j + \int r_j * dV = \frac{dN_j}{dt} \quad [1.13]$$

Donde:

r_j : velocidad de reacción

dV : elemento de control de volumen

Según Rawling y Ekertd (2002) lo que ocurre al interior de un reactor batch es que no existe flujo de entrada ni de salida es decir, se carga el o los reactivos y se produce la reacción química. Una vez concluida la reacción se descarga el reactor y se procede a cargarlo nuevamente o a realizar la limpieza del mismo según sea el caso. Lo importante de este concepto es que no existe ni entrada ni salida de materia mientras se está llevando a cabo la reacción química al interior del reactor, razón por la cual el termino de entrada y salida en la Ecuación [1.13] son cero y se obtiene a partir de ello la Ecuación [1.14] que es la Ecuación de diseño para un reactor batch.

$$F_{jo} = F_j = 0$$

$$\int r_j * dV = \frac{dN_j}{dt} \quad [1.14]$$

Al considerarse mezcla perfecta en el reactor, como se muestra en la Figura 1.3, es posible sacar el término de la velocidad de reacción de la integral, ya que se consideraría que no existe variación de la misma y se obtiene la Ecuación [1.15].

$$r_j * V = \frac{dN_j}{dt} \quad [1.15]$$

Una vez que se ha definido la Ecuación de diseño para el reactor batch, partiendo del balance de materia en el mismo, es necesario evaluar la Ecuación [1.15] con la finalidad de dimensionar el reactor según sea la necesidad o los requerimientos de producción, y es aquí en donde interviene el término de conversión.

En Rawling y Ekerdt (2002) se define la conversión, representada como X, al avance o progreso de la reacción química al interior del reactor. Este avance de la reacción está encaminado a la búsqueda de una transformación completa de reactivos en productos. En reacciones química irreversibles el máximo valor de la conversión es 1.0, mientras que en reacciones reversibles la conversión máxima es la conversión en el equilibrio, definida en estas reacciones como X_e . Para el caso de este proyecto la eficiencia será tomada como la cantidad de acetato de sodio que se ha producido a partir de una determinada cantidad de ácido acético o hidróxido de sodio, dependiendo de cuál de estos dos reactivos sea tomado como reactivo limitante

Según Harriot (2003) si consideramos que el término de la conversión representa el avance de la reacción química, esta puede ser definida en términos de cada una de las especies químicas reactantes, y que puede ser representada matemáticamente como una relación la cantidad de moles de la especie química que reaccionan y la cantidad de moles de la especie química que han ingresado al sistema, en este caso una especie química A, como se indica en la Ecuación [1.16]. Esto es posible debido a que en un reactor batch no existen corrientes de entrada ni salida.

$$X_A = \frac{\text{Moles de A que reaccionan}}{\text{Moles de A alimentadas}} \quad [1.16]$$

Entonces por un simple arreglo matemático se puede definir la Ecuación [1.17], la cual relaciona la conversión con la Ecuación de diseño del reactor batch.

$$\left[\begin{array}{l} \text{Moles de A que reaccionan} \\ \text{(consumidos)} \end{array} \right] = [N_{A0}] * [X] \quad [1.17]$$

Y como se muestra en la Ecuación [1.18] se expresan las moles de la especie A que quedan al interior del reactor cuando ha transcurrido un tiempo t desde que ha iniciado la reacción, en función de N_{A0} y X.

$$[N_A] = [N_{A0}] - [N_{A0} * X] \quad [1.18]$$

Por lo tanto después de alcanzar una determinada conversión en el reactor, el número de moles que no han reaccionado se expresa en la Ecuación [1.19].

$$N_A = N_{A0} - N_{A0} * X = N_{A0} * (1 - X) \quad [1.19]$$

Si la velocidad de reacción no varía espacialmente y se ha tomado como base de cálculo la especie A (reactivo limitante de la reacción) se obtiene la Ecuación [1.20].

$$\frac{dN_A}{dt} = r_A * V \quad [1.20]$$

La Ecuación [1.20] es conocida como la Ecuación diferencial de diseño de un reactor batch.

Si se tiene en cuenta que en el proyecto que se está desarrollando ya se ha establecido la cantidad de acetato de sodio que ha de ser producida y tanto el tiempo de residencia como la conversión serán determinados experimentalmente, no se hará uso de la Ecuación [1.19] sino que se utilizará la Ecuación [1.18] en el balance de masa para saber la cantidad de ácido acético y de hidróxido de sodio que ingresarán al reactor.

1.2.4.2 Balance de energía en un reactor batch de mezcla perfecta

Según Cunill et al. (2010) en el caso de un reactor químico la energía involucrada en el proceso (con reacción química exotérmica) se describe en la Ecuación [1.21] y la Ecuación [1.22].

$$\left[\begin{array}{c} \text{Energía que ingresa} \\ \text{al sistema} \end{array} \right] - \left[\begin{array}{c} \text{Energía que sale} \\ \text{del sistema} \end{array} \right] + \left[\begin{array}{c} \text{Energía liberada por la} \\ \text{reacción química} \end{array} \right] - \left[\begin{array}{c} \text{Energía extraída} \\ \text{del sistema} \end{array} \right] = \left[\begin{array}{c} \text{Energía acumulada} \\ \text{en el sistema} \end{array} \right] \quad [1.21]$$

$$F_j \rho C_{p_j} T_j - F_j \rho C_{p_j} T_j + \Delta H_{RX} F_j \rho - \dot{Q} = \frac{d[V_r \rho C_p T]}{dt} \quad [1.22]$$

Donde:

F_j : flujo volumétrico de la especie j.

C_{p_j} : capacidad calorífica a presión constante de la especie j.

T_j : temperatura de la especie j.

ΔH_{RX} : calor de reacción.

ρ : densidad.

Q : calor retirado del sistema.

A partir de estas dos Ecuaciones se desarrolló el balance de energía descrito en Luyben (2007) y Cunill et al. (2010) para un reactor batch de mezcla perfecta.

Los flujos de energía de entrada y salida son cero y por lo tanto la Ecuación [1.22] se reduce a la Ecuación [1.23].

$$\Delta H_{RX} F_j \rho - \dot{Q} = \frac{d[V_r \rho C_p T]}{dt} \quad [1.23]$$

Si se conoce el volumen del reactor, y se asume que ni la capacidad calorífica ni la densidad varían con el tiempo al interior del reactor, entonces la Ecuación [1.24] describe el balance de energía en un reactor batch.

$$\frac{\Delta H_{RX} F_j \rho - \dot{Q}}{V_r \rho C_p} = \frac{d[T]}{dt} \quad [1.24]$$

El término Q indica la cantidad de calor que requiere ser retirado del sistema, para lo cual ha de ser empleado un sistema de enfriamiento, mismo que puede ser una chaqueta exterior que cubre la superficie del reactor, o un serpentín de enfriamiento instalado en el interior del reactor. Un balance de energía en el sistema de enfriamiento, sea una chaqueta o un serpentín, permite relacionar el calor extraído del reactor y el ganado por el fluido refrigerante.

$$\frac{dT_f}{dt} = \frac{F_f}{V_f} * (T_p - T_f) + \dot{Q} \quad [1.25]$$

Donde:

T_f : temperatura del fluido refrigerante

F_f : flujo Volumétrico del fluido refrigerante.

V_f : volumen de circulación del fluido refrigerante.

T_p : temperatura de contacto entre el reactor y el fluido refrigerante.

Las Ecuaciones [1.24] y [1.25] nos permiten evaluar la cantidad de calor que debe ser retirado del sistema, una vez que se las ha relacionado con el balance de

materia e el reactor y de acuerdo a la temperatura que se ha fijado para la operación del reactor batch con agitación perfecta.

1.3 DISEÑO DE CRISTALIZADORES

1.3.1 CRISTALIZACIÓN

Un cristal puede ser definido como un sólido compuesto de átomos que se han ordenado en forma repetitiva. La distancia interatómica en un cristal, sin importar su composición química, es constante y propia de cada material. “Debido a que el patrón o arreglo de los átomos es repetido en todas direcciones, existen restricciones definidas en el tipo de simetría que el cristal posee” (Pazmiño et al, 2005. p. 3).

Según Huerta (2007) y Pazmiño et al. (2005) la importancia de esta operación unitaria radica en la diversidad de productos que se comercializan en forma de cristales, y la diversidad de industrias que los emplean en sus procesos. La cristalización es método factible para obtención de sustancias químicas puras (excepto que se produzca una cristalización mixta) y brinda las condiciones óptimas para su posterior envasado, almacenamiento y comercialización. La cristalización es un proceso versátil, en el cual se pueden controlar el rendimiento del proceso, la pureza de los cristales y el tamaño de los mismos.

Un cristal es un tipo de materia altamente organizada. Se caracteriza por el hecho de que sus partículas constituyentes, que pueden ser átomos, moléculas o iones, están dispuestas en formaciones ordenadas tridimensionalmente llamadas redes espaciales. Como consecuencia de esta disposición de las partículas, cuando los cristales se pueden formar sin la interferencia de otros cristales o cuerpos extraños, se presentan como poliedros con vértices agudos y caras planas.

Aunque los tamaños relativos de las caras y las distancias entre vértices de distintos cristales del mismo material pueden ser muy diferentes, los ángulos formados por caras correspondientes de todos los cristales del mismo material son iguales y característicos del material (McCabe et al., 2002, p. 974).

Según Mersmann, (2001) la cristalización puede evaluarse desde tres puntos de vista: rendimiento, requerimientos energéticos y pureza de los cristales. Esto involucra directamente el tamaño de cristal que se desea obtener, la distribución de tamaño de partícula, la formación de productos no deseados o subproductos y el grado de supersaturación al que sea posible llegar.

Según Perry (2001) el rendimiento esta en cambio relacionado directamente con la concentración inicial de la solución y la cantidad de cristales que se han formado luego del proceso de cristalización. Es equivalente a la evaluación de una reacción química, en la cual se evalúa la cantidad de producto formado a partir de una cantidad determinada de reactivos.

De acuerdo con Benavente (2000) la cristalización puede ser evaluada a partir de los requerimientos energéticos, ya que para se generen los cristales en la solución es necesario traspasar la barrera de la saturación (máxima cantidad soluto disuelto en el solvente). El traspasar esta barrera entonces y llegar a la sobresaturación requiere una cantidad determinada de energía, ya sea que la cristalización se haya producido por evaporación del solvente u otro método. Es por esta razón que no solo es de vital importancia la formulación de un balance de energía del proceso, sino que también es necesaria la formulación de un balance de materia, ya que si se ha producido la evaporación de cantidades considerables de solvente, estas deben ser evaluadas. La evaluación de los requerimientos energéticos es independiente del tamaño de los cristales, ya que las leyes de conservación de materia y energía se deben cumplir, ya sea que se haya formado un solo cristal muy grande o un conjunto de cristales pequeños.

1.3.2 NUCLEACIÓN PRIMARIA HOMOGENEA, HETEROGENEA Y NUCLEACIÓN SECUNDARIA

Para la formación de un cristal se requieren dos etapas: (1) el nacimiento de una nueva partícula y (2) su crecimiento hasta tamaño macroscópico. La primera etapa recibe el nombre de “nucleación”. En un cristizador la distribución del tamaño de cristales, conocida como DTC está determinada por la interacción de las

velocidades de nucleación y crecimiento, y el proceso global es cinéticamente complicado. El potencial impulsor para ambas velocidades es la sobresaturación y en una disolución no saturada o saturada no puede ocurrir ni nucleación ni crecimiento. Por supuesto que pueden formarse cristales muy pequeños por rascado del recipiente que contiene una disolución saturada y estos cristales actúan como núcleos para un posterior crecimiento si la disolución está sobresaturada (McCabe et al., 2002, p. 980).

Según Söhnel y Garside (2000) y Benavente (2000) la sobresaturación es una condición necesaria para la formación de los cristales pero no garantiza que la fase sólida se forme a pesar de ser estable. Es una condición no suficiente, debido a que para que se produzca la formación de los cristales, la solución además de estar saturada, debe ser capaz de nuclearse y crecer.

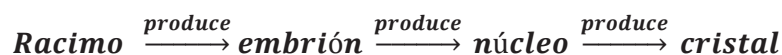
La nucleación primaria se refiere a la formación de cristales o pequeñas partículas en el interior de una fase homogénea que ha sido llevada a la sobresaturación. La nucleación se produce debido a una serie de rápidas fluctuaciones que se producen a nivel molecular en el interior de la fase homogénea. Cuando esta nucleación se ha producido sin intervención externa de ningún tipo, incluyendo las paredes del recipiente en el cual se lleva a cabo la cristalización, se la llama nucleación primaria homogénea.

En la nucleación primaria homogénea ocurre un movimiento al azar ya sea de átomos, moléculas o iones del soluto que se asocian unos con otros dando lugar a la formación de racimos, que son agrupaciones pequeñas de estos átomos, moléculas o iones que desaparecen casi instantáneamente.

Sin embargo cuando el número de partículas que se han asociado es lo suficientemente grande como para no desaparecer a la misma velocidad de los demás racimos recibe el nombre de semilla. La semilla que se forma usualmente retrocede a racimo o incluso a las partículas individuales que lo han formado, pero si la sobresaturación que se ha alcanzado es lo suficientemente grande entonces la semilla puede crecer hasta convertirse en lo que se conoce como núcleo y entra en equilibrio con la solución sobresaturada. Un núcleo es la menor agrupación de partículas que no se re-disuelven y que, por lo tanto crece para formar un cristal.

“El número de partículas que se requieren para formar un núcleo estable varía entre unas pocas y varios centenares. Para el agua líquida es del orden de 80” (McCabe et al., 2002, pp. 984-986).

Entonces la secuencia de etapa en la evolución de un cristal de acuerdo con McCabe (2002) es:



De acuerdo con Mullin (2001) la formación de los cristales puede verse afectada por la presencia de impurezas o ajenas a la solución misma, lo cual puede producir un efecto de catalización o de inhibición. No hay una regla general de aplicación y cada caso debe ser considerado independientemente.

Cuando la formación de los cristales se ha sido catalizada por algún factor externo o presencia de sustancias ajenas al solvente y al soluto, se la conoce en cambio como nucleación primaria heterogénea. El efecto catalítico de partículas sólidas sobre la velocidad de nucleación consiste en la reducción de la energía que se requiere para la nucleación. “Una teoría de este efecto considera que si el núcleo «moja» a la superficie del catalizador, el trabajo de formación de un núcleo se reduce por un factor que es función del ángulo de mojado formado entre el núcleo y el catalizador” (McCabe et al., 2002, p. 987).

La nucleación secundaria ocurre cuando la formación de los cristales se atribuye a la presencia de cristales macroscópicos “sembrados” en la solución. Se conocen dos tipos de nucleación secundaria, la primera debido al esfuerzo cortante del fluido y la segunda debido a la coalición entre cristales.

Según McCabe (2002) la nucleación secundaria se produce debido al esfuerzo cortante del fluido lo cual ocurre en ciertas.

Cuando una disolución sobresaturada se mueve sobre la superficie de un cristal en crecimiento con una velocidad importante, el esfuerzo cortante en la capa límite puede barrer hacia fuera las semillas o núcleos que, de no ser así, se incorporarían al cristal en crecimiento para aparecer como nuevos cristales. La energía con la que debe ser golpeado un cristal es asombrosamente baja, del orden de unos

pocos centenares de ergios y no se observan efectos visibles sobre la superficie cristalina. Este tipo de nucleación también es conocida como nucleación secundaria de contacto (McCabe et al., 2002, pp. 989, 990).

1.3.3 TÉCNICAS DE CRISTALIZACIÓN

Las técnicas utilizadas para la cristalización son varias y los criterios que se manejan al momento de diseñar o escalar un cristalizador son diversas, ya que como se ha explicado anteriormente la cristalización va a depender mucho del tipo de producto al cual se desea llegar, para el caso de este proyecto es acetato de sodio, la sustancia que ha de ser cristalizada, la eficiencia que se busca en la cristalización y finalmente el tipo de cristalización con la cual se trabajará. A continuación se hace referencia a las principales técnicas de cristalización descritas en McCabe (2002), Benavente (2005) y Huerta (2007):

- **Enfriamiento de la solución:** en el caso de muchas sales orgánicas e inorgánicas la solubilidad aumenta con la temperatura, razón por la cual una vez que se ha alcanzado la saturación es posible sobresaturarla por medio de una reducción de la temperatura, es decir un simple enfriamiento de la solución.
- **Evaporación del solvente:** cuando la solubilidad tiene poca relación con la variación de la temperatura es posible alcanzar la sobresaturación mediante un aumento de la temperatura de la solución con la finalidad de evaporar una parte de solvente. Un caso muy conocido en el cual la solubilidad es relativamente independiente de la temperatura es el de la sal común (NaCl).
- **Precipitación:** Si no es deseable ni enfriamiento ni evaporación, como cuando la solubilidad es muy elevada, la sobresaturación se puede generar mediante la adición de un tercer componente. El tercer componente puede actuar físicamente mediante la formación, con el disolvente original, de una mezcla de disolventes en la que la solubilidad del soluto se reduce bruscamente. Por otra parte, si se requiere una precipitación prácticamente completa, se puede crear un nuevo soluto químicamente añadiendo un

tercer componente que reacciona con el soluto original y forma una sustancia insoluble. Este proceso se llama precipitación. Los métodos utilizados en el análisis cuantitativo por vía húmeda son ejemplos típicos de precipitación. Mediante la adición de un tercer componente es posible crear rápidamente una sobresaturación muy grande (McCabe et al., 2002, p. 933).

Es muy común encontrar a nivel industrial una combinación de las dos primeras técnicas mencionadas anteriormente. En primer lugar se suele concentrar las soluciones diluidas mediante la evaporación del solvente (generalmente hasta la saturación) para luego bajar la temperatura de la solución saturada y de esta manera obtener los cristales. No se debe confundir técnicas de cristalización con mecanismos de cristalización.

1.4 CONTROL E INSTRUMENTACIÓN DE PROCESOS QUÍMICOS

1.4.1 GENERALIDADES

El termino proceso industrial o proceso químico se encuentra ligado directamente al cambio o refinación de materias primas y de esta manera conseguir un producto destinado a satisfacer una necesidad industrial o de la sociedad. Estas materias primas pueden cambiar su naturaleza química, su estado de agregación, pureza, tamaño, etc.

De acuerdo a Arántegui (2010) todo proceso industrial está constituido por personas (diseñadores, operadores, ingenieros de planta) y equipo de producción (reactores, destiladores, intercambiadores de calor). Un proceso industrial o químico debe cumplir las siguientes especificaciones en donde, cada una es igual de importante que las demás:

- Requerimientos de producción
- Restricciones del proceso

- Regulaciones medioambientales
- Seguridad
- Economía

El control manual que se manejaba en la industria hasta hace relativamente poco tiempo (aún lo mantienen buena parte de las pequeñas y medianas industrias nacionales) tenía serias limitaciones como por ejemplo, el limitado número de variables que podrían ser manipuladas por una sola persona.

Según Perry (2001) el desarrollo de técnicas de control y de instrumentos de medida de los procesos se dirige a reducir la interacción entre los operarios y los equipos para la optimización de los procesos. El control y la instrumentación de procesos se refieren a la manipulación, regulación y control de las variables inherentes del proceso para:

- Reducir la variabilidad del producto final
- Incrementar la eficiencia
- Reducir impacto ambiental
- Mantener el proceso dentro de los límites de seguridad establecidos

Por lo tanto la importancia del control y la instrumentación de los procesos radican en que constituyen un conjunto de técnicas y equipos que tiene la posibilidad de tomar decisiones necesarias y oportunas con la finalidad de que se cumplan los puntos antes mencionados.

El control de un proceso según Arántegui (2010) puede definirse en los siguientes pasos:

- Medición de una variable o condición del proceso
- Comparar el valor medido con una referencia (setpoint)
- Decidir si es necesario reducir la diferencia entre el valor medido y el referencial
- Aplicar una acción correctiva si fuere necesario
- Verificar que la acción aplicada a surtido el efecto esperado

En el caso de este proyecto se requiere controlar dos temperaturas para obtener el producto deseado: la temperatura de operación del reactor de neutralización y la temperatura de operación del cristalizador. En ambos casos se utilizará un sistema de control de lazo cerrado el cual se explica más adelante.

1.4.2 SISTEMA DE CONTROL Y TIPOS DE SISTEMAS DE CONTROL

Según Uriarte y Alarcón (2010) sistema de control constituye una parte del proceso que está conformada por un conjunto de componentes conectado unos con otros de manera que exista una autorregulación del proceso es decir, las mediciones, comparaciones, acciones correctivas y verificación se realizan sin la intervención de agentes externos al sistema. En la Figura 1.2 se muestra una descripción cualitativa de un proceso industrial y su sistema de control.

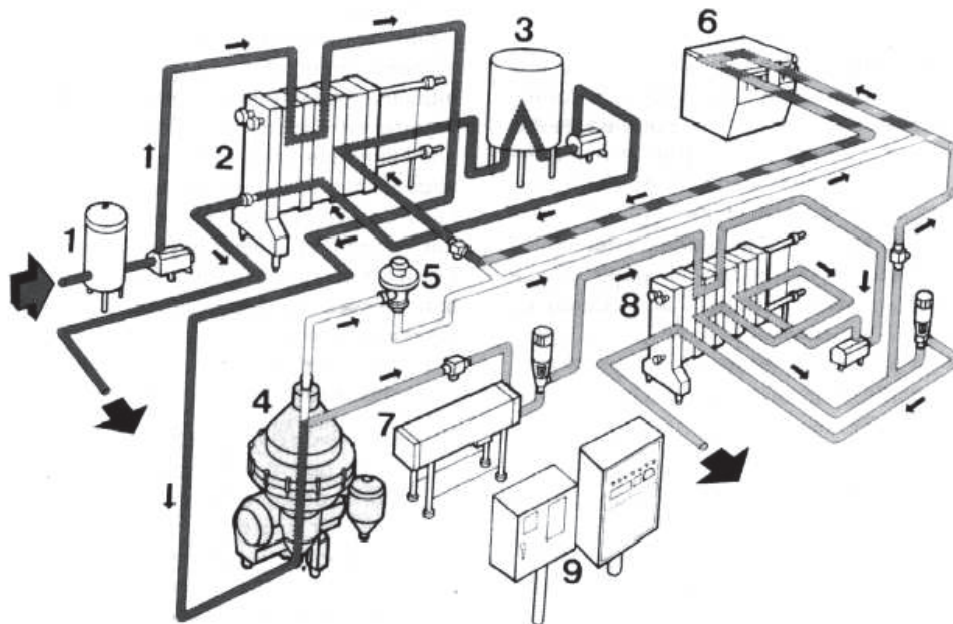


Figura 1.2 Descripción cualitativa de un proceso alimentario y su sistema de control

(Arántegui, 2010)

En la Figura 1.2 se puede observar un proceso industrial que involucra un panel de control (9), desde el cual se emiten las señales que controlan y permiten el correcto funcionamiento de las diferentes etapas o subprocesos, y hacia el cual llegan las señales que emiten, los diferentes elementos de control si se llegara a darse una desviación o perturbaciones de los parámetros ya establecidos.

De acuerdo con Luyben (2007) para poder controlar un proceso es necesario en primer lugar identificar las variables dentro del sistema de control que deben estar sujetas a medición y luego definir cuáles de ellas deben ser controladas. Esto puede referirse a mantener una variable en un valor establecido o dentro de un rango de valores. Y luego analizar y determinar las variables que han de ser manipuladas y dentro de que rango de valores se las puede manipular para mantener las variables controladas en el valor o rango establecido. Las variables que usualmente están sujetas a control son: temperatura, presión, volumen o pH. Y las variables que típicamente están sujetas a manipulación son los flujos de materia (entradas o salidas del sistema). Lógicamente la manipulación y control de variables dependen del tipo de proceso químico con el cual se esté trabajando.

Existe dos tipos de sistemas de control: de lazo abierto y de lazo cerrado.

De acuerdo con Uriarte y Alarcón (2010) un sistema de control de lazo abierto es aquel en el cual la acción correctiva emitida en el sistema no depende de la señal de salida. Los sistemas de lazo abierto presenta la ventaja de que son fáciles de diseñar pero de presentarse algún tipo de perturbación en el sistema no tienen capacidad de aplicar una acción correctiva. En la Figura 1.3 se muestra un diagrama de bloques que representa un sistema de control de lazo abierto.

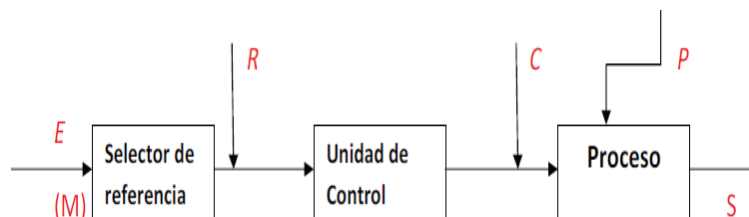


Figura 1.3 Diagrama de bloques de un sistema de control de lazo abierto
(Uriarte y Alarcón, 2010)

En el caso de lazo cerrado es diferente ya que, la acción correctiva se aplica de acuerdo a la señal de salida. Precisamente a esto se refiere el término “retroalimentación”, a la comparación entre la señal de entrada y de salida del sistema. El lazo de control cerrado presenta la ventaja de responder ante la presencia de perturbaciones para garantizar mejores resultados pero requiere más componentes y su diseño es más complejo que en el caso de lazo abierto (Uriarte

y Alarcón, 2010, pp. 5, 6). En la Figura 1.4 se muestra un diagrama de bloques que representa un sistema de control de lazo cerrado.

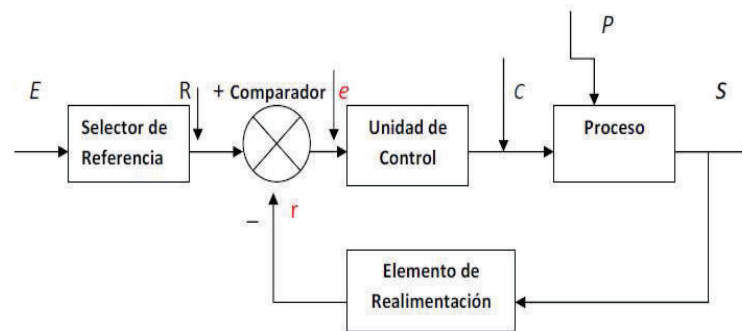


Figura 1.4 Diagrama de bloques de un sistema de control de lazo cerrado
(Uriarte y Alarcón, 2010)

1.4.3 INSTRUMENTACIÓN INDUSTRIAL: CLASES DE INSTRUMENTOS

Cuando se habla de instrumentación es común asociar este término a los sensores o controladores sin embargo, la instrumentación en sí consiste en una amplia variedad de equipos e instrumentos. Para el control de los procesos involucrados en este proyecto se ha tomado en cuenta los siguientes instrumentos, cuya descripción ha sido tomada de Arántegui (2010):

- **Indicadores/Medidores:** los indicadores son instrumentos de tipo analógico o digital que permiten la lectura de una variable o condición del proceso en una escala graduada de acuerdo a los requerimientos del proceso.
- **Sensores:** conocidos también como elementos primarios de un sistema de control ya que, están en contacto con la variable medida o controlada. Cuando se produce una perturbación o desviación de la variable controlada envía una señal.
- **Transmisores:** captan la señal enviada por el sensor de la medida de la variable de diseño y la envían a distancia en forma de tensión, señal eléctrica o señal neumática. Usualmente el sensor y el transmisor constituyen un solo instrumento.
- **Controladores:** compara la señal recibida desde el convertidor con una referencia previamente establecida (setpoint) y al detectarse una desviación

o perturbación respecto al setpoint emite una señal que permita la corrección de la desviación.

- Actuadores: son dispositivos de control también conocidos como elementos finales de control ya que, permiten concretar la acción correctiva proveniente del controlador.

1.4.4 VÁLVULAS DE CONTROL

La válvula de control es un elemento importante en cualquier sistema de control que permite la regulación de los flujos de entrada o salida de un sistema de control. Esta acción permite la modificación de la variable controlada cuando se ha producido una perturbación dentro del sistema.

El cuerpo de la válvula de control contiene en su interior el obturador y los asientos y está provista de una rosca o bridas para conectar la válvula a la tubería. El obturador es quien realiza la función de paso del fluido y puede actuar en la dirección de su propio eje o tener un movimiento rotativo. Está unido a un vástago que pasa a través de la tapa del cuerpo y es accionada por un servomotor (Guerrero, 2006, p. 13).

Las válvulas de control se las puede clasificar en tres grupos: de apertura y cierre, regulación de flujo y presión, de retención y de seguridad. A continuación se presenta una descripción de los tipos de válvulas más utilizadas a escala industrial, misma que ha sido tomada de Rodríguez (2011).

La selección de las válvulas que han de ser usadas para la puesta en marcha del proceso dependerá del subproceso involucrado, la disponibilidad en el mercado local y el respectivo costo relacionado.

Las válvulas de apertura y cierre permiten el paso total de flujo y de igual manera el corte total de la circulación del fluido. No son recomendables para la regulación de flujos. Las principales válvulas de apertura y cierre son:

- Compuerta: válvula bidireccional de vástago fijo o saliente. Si instalación es independiente de la dirección del flujo y la caída de presión en mínima. De fácil instalación y mantenimiento.

- Macho: válvula que permite el cierre o apertura total. Es de fácil adaptación y existen de dos, tres o cuatro vías, lo que las convierte en las válvulas más versátiles a escala industrial, ya que permite evitar o reducir conexiones innecesarias, aunque la caída de presión que produce es considerable.
- Mariposa: válvulas sencillas, ligeras y de bajo costo. Su operación se la realiza con una manija de fácil manipulación y produce una muy baja caída de presión. Su modelo de flujo recto evita que se acumulen sólidos en su interior.

Las válvulas de regulación de flujo y presión permiten la regulación del caudal del fluido mediante una pérdida de carga. Los principales modelos de este tipo de válvulas son:

- Globo: válvulas unidireccionales utilizadas en la regulación de flujos. La regulación del flujo se produce mediante la retención de una determinada cantidad de fluido en su interior, razón por la cual se produce una considerable caída de presión.
- Diafragma: válvula que permiten la regulación de flujo mediante un diafragma que usualmente es de un elastómero en su interior. Permiten realizar un cierre hermético y produce una baja caída de presión.
- Compresión: válvulas baratas y sencillas. Su funcionamiento es mediante la estrangulación del fluido y puede producir una variación de entre el 10% y el 95% del flujo.

Las válvulas de retención permiten el paso del fluido cuando el valor de la presión llega a un límite. Se accionan también cuando se produce un cambio súbito en el valor de presión y de esta manera se impide la inversión del flujo. Las más conocidas y utilizadas a escala industrial son:

- Check: válvula usada usualmente junto a una válvula de paso que puede ser de compuerta o macho. Se usan para proteger equipamiento industrial como bombas o equipos similares.
- Horizontales: válvulas utilizadas en redes de tuberías horizontales y de ahí proviene su nombre. Consiste en una placa tipo bisagra que se abre al

circular el fluido y se cierra en caso de producirse una inversión en el flujo. La caída de presión que genera es prácticamente nula.

- Mariposa (de retención): válvula que contiene un disco dividido en su interior el mismo que se cierra completamente al producirse la inversión del flujo. Son similares a las válvulas de mariposa de regulación de flujo y es común usarla en conjunto.

Las válvulas de seguridad permiten la evacuación de desvío de un fluido para prevenir algún daño en el elemento que se desea proteger. Generalmente se usan estas válvulas de seguridad cuando se trabaja con gases o vapores a altas temperaturas o presiones. Existe un tipo particular de válvulas de seguridad que se conoce como válvula de desahogo que se usa cuando se trabaja con líquidos.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 CARACTERIZACIÓN POR MÉTODOS FÍSICOS Y QUÍMICOS DEL ÁCIDO ACÉTICO Y DEL HIDRÓXIDO DE SODIO EXISTENTES EN EL CONSEP A EMPLEARSE COMO MATERIA PRIMA

La necesidad de caracterizar el ácido acético y el hidróxido de sodio, dos precursores químicos que se encuentran bajo el control y fiscalización del CONSEP radica en que estos dos precursores químicos son incautados y almacenados y se desconoce su concentración o pureza, debido a las diferentes concentraciones en que se utilizan en la industria y a la variación en la concentración o pureza debido a condiciones inapropiadas de almacenamiento.

2.1.1 MUESTREO DE ÁCIDO ACÉTICO E HIDROXIDO DE SODIO EN LAS BODEGAS DEL CONSEP

Para la toma de muestras en las bodegas del CONSEP en primer lugar se cuantificó las cantidades almacenadas de cada uno de los precursores químicos hasta la fecha en la cual se realizó el muestreo. Estas cantidades provienen de incautaciones realizadas en los dos últimos trimestres del año 2012 y el primer trimestre del año 2013 y se presentan en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Cantidad de ácido acético e hidróxido de sodio incautado y almacenado en el CONSEP

#	Substancia	Peso (kg)
1	Ácido acético	881,45
2	Hidróxido de sodio	1267,40

La cantidad a muestrear de los precursores químicos (ácido acético e hidróxido de sodio) se la estimó de acuerdo la Ecuación [2.1].

$$n = \frac{N\sigma^2Z^2}{(N-1)e^2 + \sigma^2Z^2} \quad [2.1]$$

Donde:

n: tamaño de muestra requerido

N: tamaño de la población

Z: nivel de confianza (nivel de confianza del 95,5 %, Z=2)

σ : desviación estándar ($\sigma=0,5$)

e: límite aceptable de error muestral ($e=0,05$)

Los datos requeridos para la ecuación han sido tomados de Bolaños (2012)

Se consideró pertinente realizar un muestreo aleatorio sistemático hasta que se completó la cantidad requerida de cada uno de los precursores químicos.

Para realizar el muestreo se procedió a enumerar los contenedores metálicos de almacenamiento del ácido acético y lo mismo con las bolsas de almacenamiento del hidróxido de sodio. Empleando una toma-muestra líquida se procedió a extraer de los contenedores metálicos el ácido acético y se depositó la muestra en los envases de vidrio.

En el muestreo de ácido acético se consideró que su densidad era similar a la densidad del agua (aproximadamente 1 g/cm^3) debido a que en el inventario de precursores químicos almacenados en las bodegas del CONSEP la cantidad de cada precursor químico se encuentra registrada en kg. En el caso del hidróxido de sodio, y al encontrarse este en estado sólido (pellets), se empleó la espátula metálica para extraer esta sustancia de las bolsas plásticas en las cuales se encuentra almacenado.

2.1.2 DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL ÁCIDO ACÉTICO Y DEL HIDRÓXIDO DE SODIO EN SOLUCIÓN

Los métodos analíticos empleados en la determinación de la concentración del ácido acético y del hidróxido de sodio fueron volumetría y potenciometría. Las titulaciones volumétricas permitieron conocer la concentración real de ambas sustancias químicas a través del uso de un indicador y del gasto volumétrico de una sustancia de concentración conocida y las titulaciones potenciométricas permitieron observar cómo se produjo la variación en el pH de la sustancia titulada (curvas de titulación) y comprobar los resultados obtenidos de las titulaciones volumétricas.

Para la titulación volumétrica y potenciométrica de ácido acético se empleó hidróxido de sodio comercial M&B de pureza aproximadamente del 99.5%.

A continuación se describe el método estándar (37C) de Skoog (2005) que se utilizó en la titulación volumétrica del ácido acético:

- Se determinó la cantidad necesaria de hidróxido de sodio comercial para preparar 100 ml de solución 1 N.
- Se tomó una muestra de 10 ml de ácido acético y se agregó 90 ml de agua destilada. Esta dilución se la realizó con la finalidad de reducir el gasto de titulante dada la alta concentración del ácido.
- La titulación se la llevó a cabo en un erlenmeyer, empleando una alícuota de 10 ml de la solución de ácido acético diluido y colocando 4 gotas de fenolftaleína a la muestra. La titulación inicio con la adición de 0.5 ml de titulante, luego esta adición se redujo a 0.1 ml de titulante y finalmente la titulación se la efectuó gota a gota (según describe el método) hasta que la muestra se tornó de una coloración ligeramente rosada.
- Se registró el volumen de titulante gastado para poder calcular la concentración del ácido acético mediante la Ecuación [2.2].

$$V_1 * C_1 = V_2 * C_2 \quad [2.2]$$

Donde:

V_1 : volumen de titulante gastado

C_1 : concentración de la sustancia titulante

V_2 : volumen de muestra

C_2 : concentración de la muestra

La Ecuación [2.2] se utilizó para determinar la concentración de ácido acético muestreado, dado que se realizó una dilución para evitar el gasto excesivo de titulante. Se realizaron 5 ensayos con cada una de las 5 muestras de ácido acético que fueron tomadas de las bodegas del CONSEP para comprobar que todas las muestras tomadas tengan la misma concentración.

En la titulación potenciométrica del ácido acético la solución titulante y la muestra a ser titulada fueron obtenidas de la misma forma que en las titulaciones volumétricas, y se utilizó el método estándar (37J) de Skoog (2005), mismo que se describe a continuación:

- Se colocaron 100 de la solución diluida de ácido acético en un vaso de precipitación sobre un agitador magnético, se introdujo en el vaso de precipitación el electrodo del pHmetro.
- Se inició la titulación potenciométrica con la adición de 0.5 ml de titulante hasta completar un gasto de 17 ml, luego 1 ml hasta completar un gasto de 35 ml, 2 ml hasta completar un gasto de 177 ml, 0.1 ml hasta completar un gasto de 180 ml y finalmente de 1 ml hasta completar 231 ml de hidróxido de sodio adicionado.
- Con los datos posteriormente se obtuvo la curva de titulación del ácido acético ya que para cada adición de volumen de titulante se registró el pH.

Para la titulación volumétrica y potenciométrica de hidróxido de sodio se empleó como titulante ácido hidroclicórico comercial M&B al 36 % en peso.

La preparación de la muestra de hidróxido de sodio se describe a continuación:

- Se pesaron en la balanza analítica 3.5 g de hidróxido de sodio muestreado.
- Se disolvieron los 3.5 g de hidróxido de sodio en 50 ml de agua destilada. Se utilizó una plancha de calentamiento para acelerar la disolución.
- Se aforó la solución obtenida a 100 ml.

Para el caso del hidróxido de sodio se utilizó el mismo método de titulación volumétrica que el utilizado para el ácido acético, pero al utilizar el mismo indicador la titulación se detuvo cuando el color de la muestra se tornó incoloro.

En este caso, y dado que la solución titulante fue el hidróxido de sodio de concentración desconocida, la pureza del hidróxido de sodio muestreado se la calculó a partir de la concentración (normalidad) calculada, transformándola a porcentaje en peso y realizando una comparación entre peso obtenido por titulación y el peso inicial a partir del cual se preparó la solución de concentración desconocida. Se realizaron 5 ensayos de 5 muestras diferentes de hidróxido de sodio muestreado de las bodegas del CONSEP para garantizar la veracidad de los resultados.

En la titulación potenciométrica del hidróxido de sodio la solución titulante y la muestra a ser titulada fueron obtenidas de la misma forma que en las titulaciones volumétricas, difiriendo solamente la cantidad de hidróxido de sodio empleados para la preparación de la muestra. Se utilizó el método estándar (37C) de Skoog (2005), ya descrito anteriormente en la titulación potenciométrica del ácido acético.

Con estos datos obtenidos, posteriormente se obtuvo la curva de titulación del hidróxido de sodio de concentración desconocida y se realizó una comparación con la curva de titulación obtenida en la bibliografía consultada.

2.1.3 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DEL ACIDO ACÉTICO E HIDRÓXIDO DE SODIO EN SOLUCIÓN

La determinación de la densidad del ácido acético y del hidróxido de sodio formó parte de la caracterización de estos dos precursores químicos. Debido a la procedencia de los reactivos almacenados en las bodegas del CONSEP, fue necesaria la medición de parámetros físicos como la densidad para comprobar y complementar las concentraciones obtenidas en las titulaciones volumétricas y potenciométricas. En la determinación de la densidad del ácido acético y del hidróxido de sodio se utilizó un picnómetro y el método descrito en el informe técnico ecuatoriano NTE INEN 2 150:99.

Se determinó la densidad de ácido acético 16.28 N y de una solución de hidróxido de sodio 40 % w/w, para luego realizar una comparación con datos bibliográficos. La concentración del ácido acético 16.28 N y la pureza del hidróxido de sodio requerida para preparar la solución al 40% w/w se determinaron en el numeral [2.1.2].

El método tomado de la norma técnica ecuatoriana NTE INEN 2 150:99 “Determinación de la densidad relativa” se describe a continuación:

- Se tomó una alícuota de 40 ml de muestra en un vaso de precipitación y se colocó dentro del baño termostático, mismo que fue programado a 20 °C para garantizar que la muestra permanezca a esa temperatura.
- Se lavó el picnómetro con agua destilada por tres ocasiones, se lo secó y se lo pesó en la balanza analítica.
- Se introdujo el termómetro digital en la muestra y cuando se observó que la temperatura se encontraba entre 19.5°C y 20.5°C, se colocó cuidadosamente la muestra en el picnómetro hasta llenarlo por completo.
- Se colocó la tapa del picnómetro y se pesó en la balanza analítica.

La densidad de la muestra se la determinó mediante la Ecuación [2.3].

$$\rho = \frac{M_T - M_P}{V_P} \quad [2.3]$$

Donde:

M_T : masa del picnómetro + masa de muestra

M_P : masa del picnómetro

V_P : volumen del picnómetro

Se realizó el mismo ensayo con cada una de las 5 muestras de ácido acético e hidróxido de sodio, se calculó la desviación estándar de los datos experimentales y se realizó la comparación entre el valor teórico y el valor obtenido experimentalmente.

2.1.4 DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD DINÁMICA DEL ÁCIDO ACÉTICO Y DEL HIDRÓXIDO DE SODIO EN SOLUCIÓN

La determinación de la viscosidad dinámica del ácido acético y del hidróxido de sodio formó parte de la caracterización de estos dos precursores químicos. La medición de esta propiedad física permitió comprobar la validez de los resultados de concentración obtenidos de las titulaciones volumétricas y potenciométricas, ya que los reactivos almacenados en el CONSEP provienen de incautaciones. En la determinación de la viscosidad dinámica de estos dos precursores químicos se utilizó un viscosímetro y el método descrito de la norma técnica ecuatoriana NTE INEN 810:2013

- Se determinó la viscosidad dinámica de una solución al 70% en peso de acetato de sodio y una solución al 50% en peso de hidróxido de sodio, para luego realizar una comparación con datos bibliográficos.
- El método tomado de la norma técnica ecuatoriana NTE INEN 810:2013 “Determinación de la viscosidad cinemática y dinámica en líquidos transparentes y opacos” se describe a continuación:
- Alcanzados los 200 s (como se explica en la norma el tiempo puede ser igual o mayor a 200 s) se estimó la constante del viscosímetro utilizando la Ecuación [2.4].

$$u = k * t \quad [2.4]$$

Donde:

u: viscosidad cinemática (cSt)

k: constante del viscosímetro

t: tiempo (s)

- Con el valor obtenido de la constante se seleccionó un viscosímetro cuya constante se aproxime al valor calculado.
- Se tomó 100 ml de muestra y se introdujo el capilar más delgado del viscosímetro en la muestra, posteriormente se colocó la entrada del

compresor en el otro capilar. Se limpió la superficie externa del viscosímetro y se lo llevo al baño termostático, previamente regulado a 20 °C durante aproximadamente 30 minutos.

- Transcurridos 30 minutos se retiró el tapón y el papel parafilm en ese orden para evitar el derrame de la muestra de la muestra.
- Se cronometró el tiempo que demoro en pasar la muestra desde la primera marca del viscosímetro hacia la segunda e inmediatamente se registró ese valor.

La viscosidad cinemática se la calculó utilizando la Ecuación [2.4] y la Ecuación [2.5] se utilizó para calcular la viscosidad dinámica.

$$Vd = u * d \quad [2.5]$$

Donde:

Vd: viscosidad dinámica de la muestra

d: densidad de la muestra a la temperatura establecida.

Se realizó el mismo ensayo utilizando cada una de las 5 muestras de ácido acético e hidróxido de sodio tomadas del CONSEP, para garantizar que esta propiedad física sea la misma en cada una de ellas. Se calculó la desviación estándar de los datos experimentales y se realizó la comparación entre el valor teórico y el valor obtenido experimentalmente.

2.1.5 DETERMINACIÓN DE PRESENCIA DE HALÓGENOS, PERÓXIDOS Y CIANUROS EN EL ÁCIDO ACÉTICO Y EN EL HIDRÓXIDO DE SODIO EN SOLUCIÓN

Con la finalidad de determinar la presencia de contaminantes, que en lo posterior podrían influir de manera negativa en la reacción química, se emplearon los métodos descritos en la guía de seguridad de la ONU (Guía de seguridad para el manejo y eliminación de los químicos utilizados en la fabricación ilícita de drogas-

ONU, 2005, pp. 63-66). Cabe mencionar que los métodos descritos en esta guía son cualitativos y el límite de detección está sujeto a variaciones de aplicación.

El método utilizado en la determinación de la presencia de halógenos en el ácido acético y el hidróxido de sodio se describe a continuación:

- Se colocó un alambre de cobre (previamente lijado) sobre la llama hasta que este enrojeció.
- Se enfrió en agua destilada y se sumergió en la muestra.
- Se colocó nuevamente el alambre sobre la llama por un lapso aproximado de 2 minutos y se observó detenidamente el alambre con la finalidad de observar una posible coloración verde, misma que revelaría la presencia de halógenos (concentración superior a 2000 ppm).

A continuación se describe el método utilizado en la determinación de la presencia de peróxidos en el ácido acético y el hidróxido de sodio:

- Se colocó 0.5 ml de muestra en un vaso de precipitación juntamente con 10 ml de yoduro de potasio y 0.5 ml de ácido hidroclicórico (al cual previamente se le había añadido una gota de almidón) y se agitó la solución.
- Se observó detenidamente la muestra para determinar si existió algún cambio en la coloración de muestra, lo cual revelaría la presencia de peróxidos (concentración superior a 1500 ppm).

El método utilizado en la determinación de la presencia de cianuros en el ácido acético y el hidróxido de sodio se describe a continuación:

- Se colocó en un vaso de precipitación 2 ml de muestra con 1 ml de agua destilada.
- Se añadió a esta mezcla 1 ml de sulfato de hierro, 1 ml de hidróxido de sodio y 1 ml de cloruro de hierro y se agitó la mezcla.
- Se observó el cambio de coloración de la muestra a azul prusiano debido a la formación de ferrocianuro férrico, lo cual revelaría la presencia de cianuros (concentración superior a 1500 ppm).

2.2 DISEÑO DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE ACETATO DE SODIO

El diseño del proceso para la obtención de acetato de sodio consistió en la determinación de: la concentración del ácido acético e hidróxido de sodio al ingresar al reactor, el tiempo de residencia en el reactor de neutralización, el calor de neutralización generado debido a la reacción química, la eficiencia de la reacción, el tiempo de residencia en el cristalizador y la cantidad de agua evaporada en la cristalización.

2.2.1 DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE RESIDENCIA EN EL REACTOR DE NEUTRALIZACIÓN

Para la determinación del tiempo de residencia se empleó un balón de vidrio de un 1 litro de capacidad y un baño termostático regulado a 40 °C. La temperatura se estableció en 40 °C como una medida de seguridad, debido a que se trabaja con una reacción exotérmica. La concentración que se empleó en los ensayos varió entre 10.0 y 16.3 N para el caso del ácido acético y entre 10.0 y 17.0 N para el caso del hidróxido de sodio. La posibilidad de emplear el hidróxido de sodio sólido (pellets) y en solución saturada en la reacción de neutralización se descartó en ensayos previos debido a que se observó una reacción en extremo violenta e incontrolable y de igual manera en estos ensayos previos realizados se descartó concentraciones por debajo de 10.0 N para ambos reactivos, debido a que el gasto energético requerido para la evaporación del agua en la cristalización sería muy grande. La concentración y nomenclatura de cada reactivo se describen en la Tabla 2.2.

Tabla 2. 2. Concentraciones de ácido acético e hidróxido de sodio empleadas en los ensayos

CH ₃ COOH (N)	SIMBOLO	Na(OH) (N)	SIMBOLO
-----------------------------	---------	---------------	---------

10,0	AA-1	10,0	HS-1
12,0	AA-2	12,0	HS-2
15,0	AA-3	15,0	HS-3
16,3	AA-4	17,0	HS-4

El ensayo realizado se describe a continuación:

- Se colocó el balón de vidrio en el baño termostático y asumiendo que los volúmenes se pueden adicionar (no se dio una expansión o contracción perceptible en el ensayo) se colocó dentro del mismo 350 ml de ácido acético y la cantidad de hidróxido de sodio de acuerdo a la estequiometría de la reacción.
- El ensayo se lo mantuvo hasta que la temperatura del producto sea la misma que la del baño termostático. Las reacciones de neutralización se completan en tiempos usualmente cortos como se explicó en el numeral [1.2.1]. Se comprobó en los ensayos previos que de no utilizarse el baño termostático la reacción se completaría en un tiempo mucho menor, pero como se explicó anteriormente la temperatura establecida en 40°C es una medida de seguridad.
- Una vez alcanzado el equilibrio térmico se tomó una alícuota de producto y se midió el pH. Esto último con la finalidad de comprobar si efectivamente ocurrió la reacción de neutralización esperada.
- Adicionalmente se tomaron 300 ml de producto, se guardó en un frasco de vidrio oscuro y se etiquetó para la posterior determinación de la eficiencia de la reacción a la temperatura establecida.

Se repitió este ensayo empleando las diferentes concentraciones tanto de ácido acético como de hidróxido de sodio, dando un total de 16 ensayos realizados

2.2.2 DETERMINACIÓN DEL CALOR DE NEUTRALIZACIÓN

Se determinó el equivalente calórico del calorímetro de acuerdo a la metodología que se describe a continuación:

- Se colocó dentro de un baño termostático fijado a 30 °C un vaso de precipitación con 100 ml de agua destilada.
- En el calorímetro se colocó 100 ml de agua destilada a temperatura ambiente y se permitió a esta alcanzar el equilibrio térmico dentro del calorímetro.
- Se colocó el calorímetro sobre un agitador magnético, se añadieron los 100 ml de agua destilada a 30 °C y se agitó durante 5 segundos, registrando la máxima temperatura alcanzada al interior del calorímetro utilizando un termómetro digital.

Se realizaron 3 repeticiones de este ensayo y se utilizó la Ecuación [2.6] para calcular el equivalente calórico del calorímetro.

$$m_{H_2O} * C_{p_{H_2O}} * (40 - T_2) = Eq * (T_2 - T_1) + m_{H_2O} * C_{p_{H_2O}} * (T_2 - T_1) \quad [2.6]$$

Donde:

m_{H_2O} : masa de agua destilada en el calorímetro

$C_{p_{H_2O}}$: capacidad calorífica del agua

T_1 : temperatura inicial

T_2 : temperatura final

Eq : equivalente calórico del calorímetro

El calor de neutralización constituyó un criterio clave al momento de escoger la concentración a la cual ingresarán los reactivos al reactor de neutralización, y se lo calculó de acuerdo a la metodología que se describe a continuación:

- Se colocaron 100 ml de la muestra de ácido acético en el calorímetro, colocado sobre un agitador magnético.
- Una vez alcanzado el equilibrio térmico en el interior del calorímetro se registró la temperatura utilizando un termómetro digital, tomando esta como la temperatura inicial (T_1).
- Se añadió la cantidad estequiometría de hidróxido de sodio, teniendo en cuenta que la ecuación química es:



- Se agitó la mezcla durante 3 segundos y utilizando un termómetro digital se registró la máxima temperatura alcanzada en el interior del calorímetro, tomando esta como temperatura final (T_2).

El ensayo se lo repitió hasta que se completaron las 16 combinaciones con las concentraciones registradas en la Tabla 2.2.

El calor de neutralización se lo calculó mediante la Ecuación [2.8].

$$-\Delta H_{rx} = m_{rx} * Cp_{rx} * (T_2 - T_1) + Eq * (T_2 - T_1) \quad [2.8]$$

Donde:

ΔH_{rx} : calor de neutralización

m_{rx} : masa en el calorímetro

Cp_{rx} : capacidad calorífica de la masa en el calorímetro

T_2 : temperatura máxima alcanzada en el calorímetro

T_1 : temperatura inicial de la muestra

2.2.3 DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DE LA REACCIÓN

La determinación de la eficiencia de la reacción a 40 °C, se llevó a cabo mediante una comparación entre la cantidad teórica (por estequiometría) de acetato de sodio que debió obtenerse en la reacción y la cantidad experimentalmente que se obtuvo en la reacción. El método utilizado se describe a continuación:

- Se colocaron 100 ml de muestra de la solución de acetato de sodio obtenida en el numeral [2.2.1] en un erlenmeyer, mismo que se colocó sobre una plancha de calentamiento a 90 °C para evaporar el agua de la solución.
- El calentamiento se lo mantuvo hasta que se observó que el acetato de sodio cristalizó y la mayor parte del agua se había evaporado.

Se realizaron 3 repeticiones de los pasos anteriores con cada una de las 5 muestras seleccionadas, entre las 16 que se establecieron en el numeral [2.2.1], a

continuación se describe la metodología tomada de la Norma Técnica Ecuatoriana INEN 49 "Determinación de la humedad":

- Se colocaron las muestras de acetato de sodio cristalizadas en crisoles de porcelana pesados y numerados.
- Se introdujeron en una mufla eléctrica por un lapso de 7 horas a 200 °C.
- Se retiraron las muestras de la mufla y colocaron en un desecador de vidrio durante 1 hora.
- Se retiraron las muestras del desecador y se pesaron en una balanza analítica.

Teniendo en cuenta que no es posible obtener una eficiencia igual al 100%, se comprobó que el método utilizado para determinar la cantidad de NaOH no reaccionado en el producto final es válido. Comprobación que se describe a continuación:

- Se mezcló 1 g de hidróxido de sodio comercial marca M&B de pureza aproximadamente 99.5%, en 10 g de acetato de sodio anhidro comercial marca J.T. Baker de pureza aproximadamente 99.5%.
- Se disolvió la mezcla sólida en agua y se determinó por titulación volumétrica la cantidad de hidróxido de sodio presente en la solución (método descrito en el numeral [2.1.2]). Se utilizó para preparar la solución titulante ácido hidroclicórico marca M&B al 36 % en peso.
- Los datos obtenidos permitieron evaluar experimentalmente cuanto hidróxido de sodio está presente en la solución. Y sabiendo que cantidad exacta se utilizó de hidróxido de sodio, se procedió a realizar una comparación entre datos experimentales y reales. Se calculó el error entre ambos valores y se evaluó si el método es o no confiable.

Mediante el método validado se determinó la cantidad de hidróxido de sodio no reaccionado, para poder estimar la eficiencia de la reacción, mediante la comparación de los valores experimentales obtenidos con los valores teóricos de acetato de sodio que debieron haberse obtenido (por estequiometria).

2.2.4 DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE RESIDENCIA EN EL CRISTALIZADOR Y LA CANTIDAD DE AGUA EVAPORADA EN LA CRISTALIZACIÓN DE ACETATO DE SODIO

La cristalización del acetato se consideró primaria homogénea dado que se llevó a cabo sin la presencia de núcleos de cristalización. El tiempo de residencia se estimó utilizando una plancha de calentamiento, un conductivímetro, un recipiente metálico y un cronómetro.

Se seleccionó 90 °C como la temperatura de cristalización, ya que de ensayos previos realizados se pudo observar que a una mayor temperatura la cristalización del acetato de sodio se producía de manera abrupta y en agrupaciones cristalinas que acumulaban agua en su interior. El procedimiento realizado se describe a continuación:

- Se realizó el ensayo descrito en el numeral [2.2.1] para obtener la muestra a ser cristalizada
- Se pesó la muestra inicial para posteriormente determinar la cantidad de agua evaporada.
- Se fijó la temperatura a 90 °C aproximadamente y se colocó el recipiente metálico sobre la plancha.
- Una vez que alcanzado el equilibrio térmico se colocó la muestra en el recipiente metálico, tomando este como el tiempo inicial.
- Se introdujo el electrodo del conductivímetro y se registró el valor de solubilidad (sólidos totales disueltos) inicialmente cada 2 minutos y luego este tiempo se redujo a un minuto.
- Cada dato registrado se comparó con el valor teórico de saturación de acetato de sodio a 90 °C (Perry, 2001, p. 3-122) para poder determinar el tiempo necesario para llevar a la solución a la saturación.
- El ensayo se mantuvo hasta que el valor de sólidos totales disueltos superó en 10 % el valor de saturación bibliográfica, con lo cual se garantizó la formación de los cristales. Una vez superada la barrera de la saturación el tiempo cronometrado desde la saturación hasta la sobresaturación de la

solución fue relativamente corto respecto al tiempo que tomó llevar la solución a la saturación.

- Mediante una diferencia de pesos se pudo determinar la cantidad de agua que se requiere evaporar por unidad másica de cristales de acetato de sodio obtenidos.

Se realizaron 3 repeticiones de este ensayo y las muestras obtenidas se colocaron en frascos de vidrio adecuadamente cerrados para el posterior análisis de la humedad del acetato de sodio obtenido experimentalmente.

2.3 DIMENSIONAMIENTO DE LOS EQUIPOS PARA LA PRODUCCIÓN DE ACETATO DE SODIO

2.3.1 DIMENSIONAMIENTO DEL REACTOR DE NEUTRALIZACIÓN

La lista de criterios de dimensionamiento de reactores químicos relacionados a este proyecto, tomados de Peter y Timmerhaus (2003), Perry (2001) y Seider et al. (2004) se presenta a continuación:

- Evaluar la disponibilidad de materia prima y realizar una comparación de los precios de las mismas respecto al precio del producto que se espera obtener. En este caso se evaluará las cantidades de ácido acético e hidróxido de sodio existentes en el CONSEP y se realizará una caracterización de las mismas.
- Escoger el tipo de reactor y la operación del mismo de acuerdo a los requerimientos de producción y a la naturaleza de reactivos y productos. Se ha escogido un reactor batch por su bajo costo de operación, y debido a la que la producción prevista es de 100 kg/h.
- La forma más común de un reactor batch o CSTR es cilíndrica, y la relación altura diámetro que más se encuentra a escala industrial es 2:1 y por lo tanto es la que se ha escogido para este proyecto.

- Existen dos tipos de sistemas de enfriamiento o calentamiento usualmente instalados en los reactores: serpentines y chaqueta o camisa. Pero la selección de este sistema dependerá del balance energía realizada y el tipo de reacción química (endo o exotérmica).
- El material debe ser seleccionado de acuerdo a la corrosividad tanto de reactivos como de productos. Se debe evaluar el reactivo o producto más corrosivo ya que esto es determinante al momento de seleccionar el material. En este proyecto se ha utilizado tablas de resistencia a la corrosión de los materiales para escoger el más adecuado, debido a que se trabaja con soluciones concentradas de ácido acético e hidróxido de sodio.
- El reactor diseñado debe garantizar no solo eficiencia sino también seguridad por lo cual es necesario evaluar la necesidad de un sistema de control y la instrumentación requerida. De igual forma esto permitirá cumplir con normativas medioambientales vigentes, como por ejemplo temperatura de salida de gases o de descarga de efluentes líquidos. Un control de lazo cerrado permitirá mantener la operación del reactor a la temperatura establecida a través de la regulación del refrigerante, si llegase a producirse alguna perturbación.
- La disponibilidad económica es importante al momento de dimensionar un reactor ya que, materiales más resistentes a la corrosión son más costosos pero en muchos casos necesarios. Además los sistemas de control más complejos usualmente requieren equipamiento de más alta tecnología lo que representa mayor gasto al momento de implementarlo.

Para poder determinar el volumen del reactor fue necesario realizar un balance de masa del proceso de producción de acetato de sodio, tomando en cuenta que se trata de un proceso batch. El dimensionamiento del reactor se lo hizo con base en la producción de 100 kg de acetato de sodio y la eficiencia de la reacción determinada en el numeral [2.2.3].

En el balance de masa del proceso se calculó la cantidad de cada uno de los reactivos que debe ingresar al reactor para producir 100 kg de acetato de sodio.

Las cantidades ya determinadas de reactivos permitieron calcular volumen del reactor utilizando la Ecuación [2.9], en el cual se considera un factor de seguridad del 25 % (Mott, 2006, p. 397).

$$V_{reactor} = (V_{Bases} + V_{ácido}) + 0.25 * (V_{Bases} + V_{ácido}) \quad [2.9]$$

Donde:

$V_{reactor}$: volumen del reactor

V_{base} : volumen de hidróxido de sodio que ingresa al reactor

$V_{ácido}$: volumen de ácido acético que ingresa al reactor

Se seleccionó el material adecuado para el reactor de neutralización utilizando la Tabla de resistencia de materiales a la corrosión presentada en el Anexo III.

Con el volumen total ya establecido se seleccionó la forma de las tapas del reactor y mediante prueba y error se calculó las dimensiones del reactor, sabiendo que se debía cumplir una relación altura-diámetro de 2:1.

Con el material seleccionado y las dimensiones ya establecidas, se utilizó el código ASME, Sección VIII División I para el cálculo del espesor del cilindro y del volumen y el espesor las tapas del reactor. Y las ecuaciones que permitieron realizar este cálculo son la Ecuación [2.10], [2.11], [2.12] y [2.13], las dos primeras tomadas de Molina (2013) y las dos últimas tomadas de ASME (2012).

$$P = 1,1 * P_o \quad [2.10]$$

Donde:

P: presión de diseño

Po: presión de operación

$$V_{elíptico} = \frac{4}{3} * \pi * r_{mayor}^2 * r_{menor} \quad [2.11]$$

Donde:

$V_{elíptico}$: volumen de la elipse formada por las dos tapas del reactor

R_{mayor} : radio mayor de la elipse (radio del reactor)

R_{menor} : radio menor de la elipse

$$t_{cilindro} = \frac{P * R}{S * E - 0,6 * P} + C \quad [2.12]$$

Donde:

$t_{cilindro}$: espesor del cuerpo del reactor

P: presión de diseño

R: radio del cilindro

S: máximo valor de esfuerzo permisible

E: eficiencia de la junta

C: sobreespesor por corrosión

$$t_{tapas} = \frac{P * D}{2 * S * E - 0,2 * P} * C \quad [2.13]$$

Donde:

t_{tapas} : espesor de las tapas elípticas

P: presión de diseño

D: diámetro del reactor

S: máximo valor de esfuerzo permisible

E: eficiencia de la junta

C: sobreespesor por corrosión

El sistema de enfriamiento seleccionado para el reactor es un serpentín, ya a diferencia de una camisa o chaqueta, permitiría una mayor circulación de agua de enfriamiento en caso de producirse un aumento súbito en la temperatura del reactor. El balance de energía realizado en el reactor permitió calcular la cantidad de calor que se debe ser retirado del interior del mismo y el flujo de agua necesario para mantener la operación del reactor a 40 °C. Esto una vez conocidas la cantidad

de cada reactantes, la cantidad de producto obtenido en cada carga, el tiempo de residencia y el calor liberado en la reacción.

Una vez realizado el balance de energía en el reactor de neutralización y determinada la cantidad de calor que se requiere retirar del interior del mismo, se utilizó la Ecuación [2.14] (ley de enfriamiento de Newton) para la estimación del coeficiente global de transferencia de calor U y la Ecuación [2.15] para la estimación del flujo de agua a temperatura ambiente requerido para mantener el reactor a 40 °C durante el tiempo de residencia determinado.

$$Q = U * A_t * LMTD \quad [2.14]$$

Donde:

U : coeficiente global de transferencia de calor

A_t : área total de transferencia de calor

$LMTD$: diferencia de temperatura media logarítmica

$$Q = m_{H_2O} * C_{p_{H_2O}} * \Delta T \quad [2.15]$$

Donde:

M_{H_2O} : flujo de agua requerido para el enfriamiento

$C_{p_{H_2O}}$: capacidad calorífica del agua

ΔT : gradiente de temperatura

2.3.2 DIMENSIONAMIENTO DEL TANQUE AGITADO PARA DILUSIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO

En el balance de masa del proceso se determinó la cantidad de hidróxido de sodio a ser diluido para obtener la solución 12 N que debe ingresar al reactor. El tanque agitado tiene una forma cilíndrica y se empleó la Ecuación [2.16] para determinar las dimensiones en del tanque. El volumen del tanque se estimó utilizando, al igual que en el reactor, un factor de seguridad de 25% (Mott, 2006, p. 397).

$$V_{tanque} = \pi * \frac{d_{tanque}^2}{4} * h_{tanque} \quad [2.16]$$

Donde:

V_{tanque} : volumen del tanque agitado

D_{tanque} : diámetro del tanque agitado

h_{tanque} : altura del tanque agitado

2.3.3 DIMENSIONAMIENTO DEL CRISTALIZADOR

Al momento de realizar el diseño, escalado o selección de un cristalizador se deben tener en cuenta ciertos criterios que permitirán un posterior funcionamiento eficiente y seguro del cristalizador. A continuación se presentan algunos criterios tomados de Huerta (2007) y Perry (2001):

- Elegir un sistema de saturación y sobresaturación de acuerdo a la solubilidad y a su relación con la temperatura.
- Determinar si la operación será continua o por lotes de acuerdo a las condiciones de operaciones que se va a manejar y a la cantidad de producto que se desea obtener.
- Se debe establecer la toxicidad o peligrosidad del solvente. Si se trabaja con un solvente de alta toxicidad o peligrosidad es recomendable utilizar la técnica de enfriamiento ya que, de esta manera se puede manipular, desechar o recuperar el solvente de manera más segura y eficiente.
- En caso de emplearse núcleos de cristalización estos deben ser libres de impurezas ya que, la presencia de las mismas podría afectar la cristalización o reducir la eficiencia de esta.
- Es muy importante conocer si se desea producir un compuesto cristalino hidratado o anhidro.
- Se debe establecer si existen otros componentes en la solución que se va a cristalizar y si estos serán evaporados o formarán parte del producto final.
- El material debe ser seleccionado de acuerdo a la temperatura y a la corrosividad del solvente, de la solución y del producto final.

- Usualmente es necesario instalar un sistema de agitación para garantizar una densidad de magma uniforme, pero existen casos en los cuales la agitación podría reducir la eficiencia de la cristalización.
- El factor económico es muy importante debido a que los materiales que más resistencia presentan a la corrosión son más costosos. Además el factor económico también influye en la técnica de cristalización seleccionada ya que, no es lo mismo enfriar un sistema para cristalizar por enfriamiento que calentar el sistema para evaporar el solvente y cristalizar por evaporación.

El cristalizador se dimensionó con base en los 100 kg de acetato que se producen en el reactor de neutralización. De pruebas preliminares se descartó el uso de núcleos de cristalización en los ensayos descritos en el numeral [2.3.4], ya que la cristalización se produjo de manera espontánea. Se escogió un cristalizador de fondo cónico y como sistema de calentamiento un serpentín.

El dimensionamiento del cristalizador se basó en el balance de masa del proceso y en un balance de energía realizado en el cristalizador, para determinar la cantidad vapor necesaria para conseguir la formación de los cristales mediante la evaporación de agua. Esto fue posible dado que ya se conocía la cantidad de solución proveniente del reactor, el tiempo requerido para llevar a la solución de acetato de sodio a la saturación y a una posterior sobresaturación que garantizó la formación de los cristales. Para esta finalidad se empleó la Ecuación [2.17]. Se consideró un factor de seguridad del 20 % (Mott, 2006, p. 397).

$$V_{cristalizador} = V_{sol.CH_3COOH} + 0.2 * (V_{sol.CH_3COOH}) \quad [2.17]$$

Donde:

$V_{cristalizador}$: volumen del cristalizador

$V_{sol.CH_3COOH}$: volumen de solución de acetato de sodio proveniente del reactor

El balance de energía en el interior del cristalizador se lo realizó tomando en cuenta que la cristalización del acetato de sodio se da por evaporación del solvente, en este caso agua y una parte del ácido acético que no ha reaccionado en el reactor de neutralización, pero debido a que la relación de entre la cantidad de agua y de

ácido es 10:1 se consideró que todo el solvente a evaporarse es agua. La operación del cristalizador es batch por lo cual no existe entrada ni salida de energía y la acumulación de calor es igual al requerimiento energético para llevar a cabo la evaporación del solvente. El balance de energía está expresado en la Ecuación [2.18].

$$Q_{requerido} = m_{H_2O} * C_{p_{H_2O}} * \Delta T + m_{H_2O} * \gamma_{H_2O} \quad [2.18]$$

Donde:

- Q: calor necesario para evaporar la masa de agua
- m_{H_2O} : masa de agua a evaporar para la cristalización de acetato de sodio
- ΔT : gradiente de temperatura
- γ_{H_2O} : calor latente de evaporación del agua
- $C_{p_{H_2O}}$: capacidad calorífica de agua

2.4 CARACTERIZACIÓN DEL ACETATO DE SODIO OBTENIDO EXPERIMENTALMENTE

La caracterización del acetato de sodio se realizó con el objetivo de comprobar si efectivamente el producto que se obtuvo es acetato de sodio y la humedad del producto obtenido experimentalmente mediante el proceso diseñado. La caracterización incluyó un análisis de pH de una solución de concentración determinada, un análisis por espectrofotometría de infrarrojos y la determinación de la humedad del acetato de sodio. En este caso se utilizaron técnicas diferentes a las utilizadas en la caracterización de la materia prima, debido a que se necesitaba comprobar que el producto obtenido fue efectivamente acetato de sodio.

2.4.1 DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD DEL ACETATO DE SODIO

En el ensayo realizado para determinación de la humedad del acetato de sodio obtenido experimentalmente se utilizaron las muestras obtenidas en el numeral [2.2.4] y el método descrito en la Norma Técnica Ecuatoriana INEN 49 “Determinación de la humedad”, mismo que se encuentra especificado en el numeral [2.2.3].

Los datos obtenidos permitieron realizar un comparación entre el peso de la muestra inicial y el peso de la muestra al concluir el ensayo, lo cual permite evaluar la cantidad de agua que se ha evaporado, tomando este valor como la humedad presente en el acetato de sodio obtenido experimentalmente. Con cada una de las 3 muestras obtenidas en el numeral [2.2.4] se realizaron 5 pruebas y se calculó a desviación estándar de los datos obtenidos para garantizar la validez de los resultados.

2.4.2 IDENTIFICACIÓN DEL ACETATO DE SODIO OBTENIDO EXPERIMENTALMENTE POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJOS

La obtención del espectro infrarrojo del acetato de sodio se la realizó con la finalidad de comprobar que el producto obtenido mediante el proceso diseñado es efectivamente acetato de sodio, comprobación necesaria debido a que en el proceso pudo haberse también producido cristalización de hidróxido de sodio en lugar de cristalización de acetato de sodio.

Para esta finalidad se empleó un espectrofotómetro FT-IR marca PERKIN ELMER modelo Spectrum One, una muestra de acetato de sodio anhidro comercial Baker de pureza aproximadamente de 99.7% y una muestra de acetato de sodio obtenido experimentalmente mediante el proceso diseñado. Se obtuvo el espectro infrarrojo del acetato de sodio comercial y el acetato de sodio obtenido experimentalmente para poder realizar una comparación entre ellos.

Para los ensayos realizados, tanto la muestra de acetato de sodio experimental, como la de acetato de sodio comercial Baker de pureza aproximadamente de

99.7% se las llevó a una mufla eléctrica con la finalidad de eliminar la humedad presente.

2.4.3 DETERMINACIÓN DEL pH DE UNA SOLUCIÓN DEL 1% DE ACETATO DE SODIO ANHIDRO

Para estos ensayos se empleó una muestra de acetato de sodio anhidro comercial marca Baker (pureza ~99.7%) y un pHmetro.

- Se prepararon 100 ml de solución de acetato de sodio al 1 % w/w utilizando acetato de sodio comercial y una solución similar utilizando el acetato de sodio obtenido experimentalmente.
- Se midió el pH de cada una de la soluciones y se realizó registró los valores para realizar una comparación entre el pH de ambas soluciones utilizadas.

Se realizaron 5 repeticiones del ensayo y se calculó la desviación estándar de los valores obtenidos para garantizar la validez de los resultados obtenidos. De esta manera quedaría comprobado que el producto obtenido efectivamente es acetato de sodio.

2.5 EVALUACIÓN DEL COSTO ECONÓMICO DEL PROCESO

La evaluación económica del proceso para producción de acetato de sodio se la realizó una vez que se realizó el diseño del proceso y el dimensionamiento de los equipos necesarios. Los costos implicados en este proyecto incluyeron una inversión fija, el capital de operación y el costo unitario de producción. Se empleó como herramienta en la evaluación económica del proyecto una matriz de Microsoft MS Excel™.

Inversión fija: La estimación de la inversión fija para la puesta la puesta en marcha de este proyecto incluyó el costo de los equipos y la instalación de los mismos, instalación que se consideró es el 39 % del costo de los equipos. Se incluyó también

el costo del sistema de tuberías y la instrumentación necesaria para que el proceso opere de manera segura y eficiente, y se tomó este costo como el 31% del costo de los equipos. Además se consideró un 2.5 % del costo de los equipos para repuestos y demás imprevistos que pudieren surgir al momento de la instalación e inicio de operaciones. Los porcentajes y factores han sido tomados del Tomo VI de Perry (2001).

Capital de operación: El capital de operación incluye los materiales directos involucrados en el proceso, la mano de obra y la carga fabril.

El costo del ácido acético y del hidróxido de sodio no se tomó en cuenta dado que provienen de incautaciones, y por lo tanto, no tienen valor comercial. Entonces el único material directo involucrado en el proceso pasó a ser el agua destilada requerida para la dilución del hidróxido de sodio. En la mano de obra se consideró necesario solamente un operario debido a que las cantidades que se manejan de materia prima y producto son relativamente bajas.

Según Perry (2001) la carga fabril puede estimarse en base al costo de los recipientes necesarios para el almacenamiento del acetato de sodio (único material indirecto relacionado al proceso), la depreciación de los equipos (asumiendo una vida útil de 10 años), el mantenimiento de los equipos y los servicios industriales involucrados en la producción de acetato de sodio (agua, electricidad, vapor). Todo proceso industrial involucra un riesgo en su operación y por esta razón se consideró también el costo de un seguro sobre los equipos en la carga fabril. Con los valores de la carga fabril y sabiendo ya los costos directos e indirecto de producción se estimó el costo unitario de producción.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 CARACTERIZACIÓN POR MÉTODOS FÍSICOS Y QUÍMICOS DEL ÁCIDO ACÉTICO Y DEL HIDRÓXIDO DE SODIO EXISTENTES EN EL CONSEP A EMPLEARSE COMO MATERIA PRIMA

3.1.1 MUESTREO DE ÁCIDO ACÉTICO E HIDROXIDO DE SODIO EN LAS BODEGAS DEL CONSEP

La cantidad necesaria en el muestreo de ácido acético y de hidróxido de sodio, que posteriormente fueron empleadas en el diseño del proceso de obtención de acetato de sodio, se calculó utilizando la Ecuación [2.1].

En el caso del ácido acético se utilizó la cantidad de este precursor registrada en la Tabla 2.1 y los siguientes datos (Bolaños, 2012. pp. 3-5):

$N = 881,45$ kg de ácido acético en bodega

$Z^2 = 4$ (nivel de confianza del 95,5%)

$\sigma^2 = 0,005$

$e^2 = 0,025$

y la cantidad de ácido acético a muestrear resulta:

$$n = \frac{881,45 * 4 * 0,005}{(881,45 - 1) * 0,0025 + 4 * 0,005}$$

$$n = 7,93 \text{ kg}$$

En el caso del hidróxido de sodio se utilizó la cantidad de este precursor registrada en la Tabla 2.1 y los siguientes datos (Bolaños, 2012. pp. 3-5):

$N = 1267,40$ kg de hidróxido de sodio en bodega

$Z^2 = 4$ (nivel de confianza del 95,5%)

$\sigma^2 = 0,005$

$e^2 = 0,025$

Y la cantidad de hidróxido de sodio a muestrear resulta:

$$n = \frac{1267,40 * 4 * 0,005}{(1267,40 - 1) * 0,0025 + 4 * 0,005}$$

$$n = 7,95 \text{ kg}$$

Las cantidades se aproximaron a 8,00 kg de muestra en los dos casos dado que las cantidades que se calcularon se aproximan mucho a este valor, y de esta manera se facilitó el muestreo de las mismas.

Una vez que se muestreó los precursores químicos, se los almacenó de manera adecuada para evitar su contaminación con agentes externos.

3.1.2 CARACTERIZACIÓN DEL ÁCIDO ACÉTICO

La caracterización del ácido acético se la realizó con la finalidad de conocer la concentración real de este precursor químico almacenado en las bodegas del CONSEP. Además para verificar que la concentración determinada es la concentración real se realizó una determinación de la densidad y viscosidad del ácido acético para comparar con datos bibliográficos de estas propiedades físicas. Y adicionalmente se realizaron ensayos para descartar la presencia de contaminantes o impurezas.

3.1.2.1 Determinación de la concentración de ácido acético

Para la determinación de la concentración real del ácido acético se realizaron titulaciones volumétricas y potenciométricas. Se empleó como titulante hidróxido de

sodio de pureza conocida y se obtuvo que la concentración del ácido acético es 16,28 [N] como se puede observar en la Tabla 3.1.

Para llegar a esta normalidad se realizaron 5 ensayos de titulación volumétrica a cada una de las 5 muestras tomadas de las bodegas del CONSEP. Para cada muestra se calculó el promedio de ml de hidróxido de sodio gastados en la titulación y se calculó el promedio de estas medidas y la concentración final se la obtuvo mediante el cálculo del promedio de las 5 concentraciones obtenidas.

La desviación estándar calculada entre las 5 concentraciones promediadas como se puede observar en la Tabla 3.1 es 0,058 N lo cual indica que los resultados obtenidos en los ensayos se desvían poco del promedio, con lo cual se garantiza la validez de los resultados obtenidos en los ensayos, y por ende la validez de la concentración final determinada de este precursor químico.

Los resultados de las titulaciones volumétricas realizadas a las 5 muestras preparadas de ácido acético, la concentración promedio y la desviación estándar se presentan en la Tabla 3.1. Se presentan dos normalidades (N1 y N2) ya que para los ensayos se empleó 10 ml de ácido acético muestreado diluido en agua destilada. Los materiales utilizados permitieron una cuantificación mínima de 0,1 ml de titulante gastado, lo cual avala el método utilizado y los resultados obtenidos.

Tabla 3. 1. Volumen de titulante gastado, normalidad 1, normalidad 2 y desviación estándar en la titulación volumétrica del ácido acético

Ensayo	ml de NaOH gastado (promedio)	Normalidad 1 (N1)	Normalidad 2 (N2)
1	16,32	1,63	16,32
2	16,20	1,62	16,20
3	16,34	1,63	16,34
4	16,24	1,62	16,24
5	16,30	1,63	16,30
Promedio			16,28
Desviación Estándar			0,058

La titulación potenciométrica se realizó para poder observar cómo se produce la variación del pH en la titulación del ácido acético con hidróxido de sodio de concentración conocida (1N) y la variación del pH de la muestra se puede observar en la Figura 3.1. El punto de equivalencia se lo estimó en aproximadamente 180 ml de titulante adicionado y el valor de la concentración de ácido acético es 16,09 N (de la titulación volumétrica se obtuvo 16.28 N) y al ser una diferencia de apenas el 1% se ha tomado como válido el resultado de las titulaciones volumétricas. En la Figura 14.5 del Skoog (2005) se presenta una curva de titulación de ácido acético con hidróxido de sodio obtenida mediante potencimetría, y al realizar una comparación entre esta y la curva de titulación obtenida en este ensayo se puede observar la similitud entre ambas curvas. En el punto de equivalencia todo el ácido acético se ha convertido en acetato de sodio, y la disolución es similar a una disolución de la sal (acetato de sodio) en agua (Skoog, 2005, p. 385).

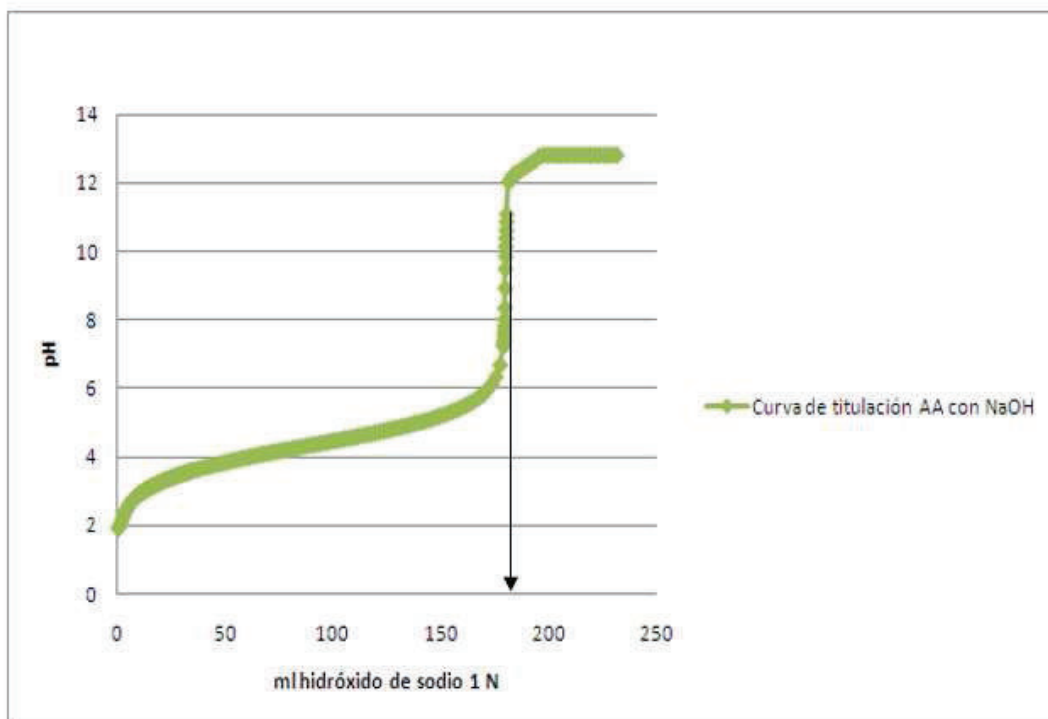


Figura 3. 1 Curva de titulación de ácido acético empleando NaOH 1N

3.1.2.2 Determinación de la densidad de ácido acético

De los ensayos que se realizaron en base a la Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 2 150:99 “Determinación de la humedad relativa” se obtuvo que la densidad del ácido acético muestreado a una temperatura de 20°C es 1,062 g/ml con una desviación estándar de 8,22E-4 g/ml entre los resultados de los ensayos realizados, lo cual significa poca dispersión de los resultados respecto a la media, comprobando de esta manera la validez de los mismos. Se realizaron 5 ensayos y los resultados se presentan en la Tabla 3.2.

Tabla 3. 2 Resultados de densidad de ácido acético 16.28 N a 20 °C

Ensayo	ρ (g/ml)	T°C
1	1,06312	20
2	1,06124	20
3	1,06293	20
Ensayo	ρ (g/ml)	T°C
4	1,06308	20
5	1,06316	20
Promedio	1,06270	
Des. Estándar	8,22E-4	

Bibliográficamente una densidad de 1,062 g/ml de ácido acético correspondería a una concentración de 94% en peso (Perry, 1997, p. 3-109), pero utilizando este valor de densidad y la normalidad determinada por volumetría se llegó a una concentración del 92% en peso para la muestra y, como se puede observar en la Tabla 3.3 existe un error del 2% entre el valor teórico y el valor experimental. Se debe tener en cuenta que los datos bibliográficos de densidad del ácido acético varían entre 0,9982 g/ml cuando se encuentra a una concentración menor al 1% y 1, 070 g/ml que es valor más alto registrado en la Tabla 3-107 de Perry (1997), es decir el intervalo de variación de la densidad del ácido acético es reducido. Como se explica en Expósito (2010) cuando se realiza una experimentación se tienen errores sistemáticos, de observación, de medida y errores aleatorios. Según Expósito (2010) un error de 2,0% es aceptable y el resultado obtenido puede ser tomado como válido.

Tabla 3. 3 Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la concentración de ácido acético

Sustancia	Ácido acético
Densidad (g/ml)	1.062
Concentración teórica (w/w)	94%
Concentración experimental (w/w)*	92%
Error	2%

*(Perry, 2001, p. 111)

3.1.2.3 Determinación de viscosidad cinemática de ácido acético

De los ensayos realizados utilizando las Normas Técnica Ecuatoriana NTE INEN 810:3013 “Determinación de la viscosidad cinemática y dinámica de líquidos transparentes y opacos” se determinó que la viscosidad dinámica del ácido acético muestreado es 2,73 cP para una muestra al 70% en peso. La desviación estándar de los resultados obtenidos es 0,0116 cP con lo cual se garantiza la validez de los resultados debido a la baja dispersión de los datos experimentales respecto a la media. Los resultados de los 5 ensayos realizados se presentan en la Tabla 3.4.

Tabla 3. 4 Resultados de viscosidad dinámica de ácido acético 70% w/w a 20°C

ENSAYO	Vd
1	2,712
2	2,735
3	2,735
4	2,727
5	2,743
Promedio	2,731
Des. Estándar	0,0116

Bibliográficamente la viscosidad dinámica de una solución al 70% en peso de ácido acético es 2.8 cP (a 20°C), misma que fue obtenida en la Figura 3-34 de Perry (2001) (nomograma de viscosidades de líquidos a 1 atm) y al realizar una

comparación entre viscosidad teórica y la viscosidad determinada experimentalmente da como resultado un error porcentual de 2.53 % como se puede observar en la Tabla 3.5. Al igual que en determinación de densidad de la muestra, el error puede estar asociado a errores de medida, sistemáticos, aleatorios y en este ensayo particularmente a errores de observación. Esto último debido a que el ensayo consiste en observar el paso de la muestra desde una marca del viscosímetro hacia otra y por lo tanto, más que en cualquier otro ensayo realizado, se ha atribuido el error del 2.53% a errores de observación.

Tabla 3. 5 Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la viscosidad dinámica de ácido acético

Sustancia	Ácido acético
Temperatura (°C)	20
Viscosidad dinámica teórica (cP)*	2.8
Viscosidad dinámica experimental (cP)	2.731
Error	2.53%

*(Perry, 2001, p. 3-296)

3.1.2.4 Determinación de la presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el ácido acético

La determinación de la presencia halógenos, peróxidos y cianuros en el ácido acético muestreado se realizó empleando los métodos descritos en guía de seguridad de la ONU y se obtuvieron resultados negativos a las presencia de estas tres sustancias químicas como se puede observar en la Tabla 3.6.

Tabla 3. 6 Presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el ácido acético muestreado

Sustancia	Presencia
Halógenos	NEGATIVO
Peróxidos	NEGATIVO
Cianuros	NEGATIVO

El resultado negativo permite descartar la presencia de estos contaminantes en la muestra de ácido acético y se asume por lo tanto que el único agente externo es agua, y representa el 6% w/w del ácido acético almacenado. Los métodos permiten determinar cantidades muy bajas de los contaminantes en cuestión (del orden de ppm como se indica en la metodología), y por esta razón y si fuere el caso, si existiese una concentración más baja de lo posible a determinar, no se presentarían mayores complicaciones en el proceso.

3.1.3 CARACTERIZACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO

La caracterización del hidróxido de sodio se la realizó con la finalidad de conocer la pureza real de este precursor químico almacenado en las bodegas del CONSEP (dado que se encuentra en estado sólido). Además para verificar que la pureza determinada es la pureza real se realizó una determinación de la densidad, viscosidad y una comparación con datos bibliográficos de estas propiedades físicas. Adicionalmente se realizaron ensayos descritos en ONU (2006) para descartar la presencia de contaminantes o impurezas como: halógenos, peróxidos y cianuros.

De esta manera además se puede tener la certeza de que no existe ningún contaminante que afecte o influya negativamente en la reacción química de neutralización y pudiese causar inconvenientes en el adecuado funcionamiento del proceso diseñado y de los equipos dimensionados.

3.1.3.1 Determinación de la pureza de hidróxido de sodio

Para la determinación de la pureza real del hidróxido de sodio se realizaron titulaciones volumétricas y potenciométricas. Se determinó que la pureza del hidróxido de sodio es 95,67% w/w, misma que se calculó utilizando el valor de normalidad promedio que se muestra en la Tabla 3.7 y la cantidad de hidróxido de sodio experimental y teórico utilizado en el ensayo. La desviación estándar calculada entre las 5 concentraciones promediadas es 0,013 N como se puede

observar en la Tabla 3.7, y al ser un valor bajo indica que los resultados obtenidos en los ensayos se desvían poco del promedio, lo cual garantiza la validez de los datos obtenidos en los ensayos y del resultado final.

Los datos obtenidos en las titulaciones volumétricas realizadas a las 5 muestras preparadas de hidróxido de sodio, la concentración promedio y la desviación estándar se presentan en la Tabla 3.7.

Tabla 3. 7 Volumen de titulante gastado, normalidad, y desviación estándar en la titulación volumétrica de hidróxido de sodio

Ensayo	ml de NaOH gastado (promedio)	Normalidad (N)
1	12,18	0,821
2	12,10	0,826
3	11,74	0,851
4	11,82	0,846
5	11,88	0,841
	Promedio	0,837
	Desviación Estándar	0,013

La titulación potenciométrica se realizó para poder observar cómo se produce la variación del pH durante la titulación del hidróxido de sodio con ácido clorhídrico de concentración conocida (1N) y la variación del pH de la muestra se puede observar en la Figura 3.2. El punto de equivalencia se lo estimó en aproximadamente 13 ml de titulante adicionado. En la Figura 14.4 de Skoog (2005) se puede observar una curva de titulación potenciométrica de hidróxido de sodio empleando como solución titulante ácido clorhídrico y pase a la diferencia de concentraciones, tanto de muestra como de titulante, existe una gran semejanza entre esta curva y la obtenida experimentalmente en este ensayo. Hasta antes del punto de equivalencia la disolución es muy alcalina, la concentración de iones hidróxido guarda relación numérica con la concentración analítica de la base. La disolución es neutra en el punto de equivalencia y se vuelve ácida en la región que está después de este punto; entonces la concentración de iones hidróxido es igual a la concentración analítica del exceso de ácido fuerte (Skoog, 2005, p. 381).

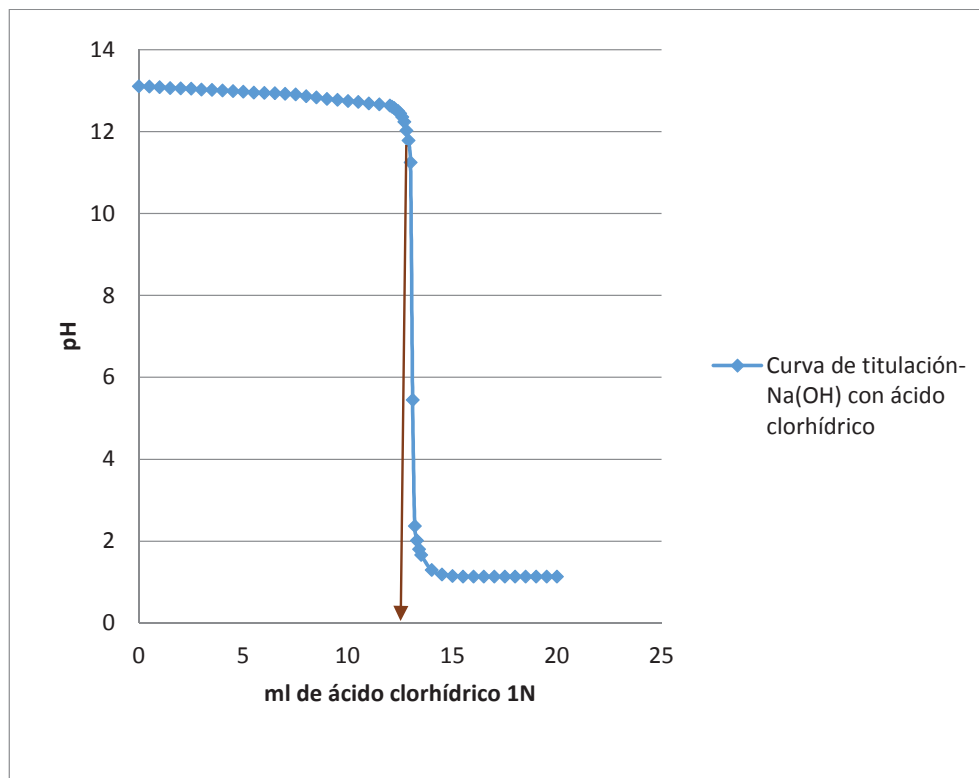


Figura 3. 2 Curva de titulación de hidróxido de sodio empleando ácido clorhídrico 1N

3.1.3.2 Determinación de la densidad de hidróxido de sodio en solución

De los ensayos que se realizaron utilizando las normas técnicas ecuatorianas NTE INEN 2 150:99 “Determinación de la densidad relativa” se obtuvo que la densidad de la muestra de hidróxido de sodio al 40 % en peso a una temperatura de 20°C es 1,46 g/ml como se puede observar en la Tabla 3.8. La desviación estándar entre los datos obtenidos experimentalmente es 2,36 E-3 como se muestra en la Tabla 3.8.

Tabla 3.8 Resultados de densidad hidróxido de sodio 40% w/w a 20 °C

Muestra	ρ	T°C (aprox.)
1	1,45	20
2	1,46	20

Tabla 3.8 Resultados de densidad hidróxido de sodio 40% w/w a 20 °C (continuación...)

Muestra	ρ	T°C (aprox.)
3	1,46	20
4	1,45	20
5	1,46	20
Promedio		1,46
Des. Estándar		2.63E-4

El valor bajo de desviación estándar garantiza la validez del ensayo y de los datos obtenidos. Los datos experimentales obtenidos se presentan en la Tabla 3.8.

Bibliográficamente a una solución de hidróxido de sodio al 40% en peso le corresponde una densidad de 1,431 g/ml (Perry, 2001, p. 3-105). El error entre la densidad teórica y la densidad experimental es 2,16% como se puede observar en la Tabla 3.9. El error que existe entre valor teórico y valor experimental puede estar asociado a errores sistemáticos, de observación, de medida o aleatorios, de los cuales no están exentos los ensayos realizados en laboratorio como se explica en Expósito (2010). Se ha tenido en cuenta además que el dato bibliográfico se ha obtenido a 1 atm, y en la ciudad de Quito la presión es aproximadamente 0,71 atm de presión, y esta es una razón más por la cual existe una diferencia entre valor teórico y valor experimental. En la Tabla 3.9 se muestra el valor teórico, el valor experimental y el error que existe entre estos dos valores.

Tabla 3.9 Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la densidad de hidróxido de sodio al 40% en peso

Sustancia	Hidróxido de sodio
Concentración (w/w)	40
Densidad teórica (g/ml)*	1,43
Densidad experimental (g/ml)	1,46
Error	2,19%

* (Perry, 2001, p. 3-105)

3.1.3.3 Determinación de viscosidad cinemática de hidróxido de sodio en solución

De los ensayos realizados utilizando las Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 810:2013 “Determinación de la viscosidad cinemática y dinámica de líquidos transparentes y opacos” se determinó que la viscosidad dinámica del hidróxido de sodio al 50 % w/w es 96,91 cP como se muestra en la Tabla 3.10. La desviación estándar entre los resultados obtenidos es 0,349cP, y pese a que no es tan baja como en el ensayo realizado con el ácido acético permite asumir que los datos experimentales son válidos, ya que se desvían poco de la media. Los resultados de los 5 ensayos realizados y la desviación estándar entre ellos se muestran a continuación en la Tabla 3.10.

Tabla 3. 10 Resultados de viscosidad dinámica de ácido acético 70% w/w a 20°C

ENSAYO	Vc
1	97,232
2	96,542
3	96,542
4	97,002
5	97,232
Promedio	96,910
Des. Estándar	0,349

Según Perry (2001) la viscosidad dinámica de una solución al 50% w/w de hidróxido de sodio es 96,910 cP (a 20°C), dato que se obtuvo de la Figura 3-43 (nomograma para viscosidades de líquidos a 1 atm). Al realizar una comparación entre la viscosidad teórica y la viscosidad experimental se tiene un error porcentual de 7,13 % como se puede observar en la Tabla 3.11. El error en este ensayo se asocia directamente con la observación, debido a que cada dato experimental se lo obtuvo mediante la observación del paso de la muestra desde una marca hacia otra en el viscosímetro. El mismo dato bibliográfico indica la alta viscosidad del hidróxido de sodio al 50 % w/w, lo cual dificultó establecer el momento exacto en que la muestra pasó de la primera a la segunda marca del viscosímetro, y esto se ha visto reflejado en un alto error porcentual. Se debe considerar también que el dato

bibliográfico obtenido de este nomograma está referido a 1 atm de presión, y el ensayo se realizó a 0,71 atm aproximadamente, que es la presión atmosférica en la ciudad de Quito, y es un factor que ha contribuido aún más a la diferencia entre el valor teórico y el valor experimental.

El ensayo y el resultado fueron tomados como válidos ya como se indica en Araujo (2010) el margen de error máximo aceptable usualmente se fija entre el 5% y 10%.

Tabla 3. 11 Comparación entre el valor teórico y el valor experimental de la viscosidad dinámica de ácido acético

Sustancia	Hidróxido de sodio
Temperatura (°C)	20,0
Viscosidad dinámica teórica (cP)*	90,0
Viscosidad dinámica experimental (cP)	96,9
Error	7.1%

*(Perry, 2001, p. 3-296)

3.1.3.4 Determinación de la presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el hidróxido de sodio en solución

La determinación de la presencia halógenos, peróxidos y cianuros en el hidróxido de sodio muestreado se realizó realizando diluciones del mismo y empleando los métodos descritos en guía de seguridad de la ONU y se obtuvieron resultados negativos a las presencia de estas tres sustancias químicas como se puede observar en la Tabla 3.12.

Tabla 3. 12 Presencia de halógenos, peróxidos y cianuros en el hidróxido de sodio muestreado

Sustancia	Presencia
Halógenos	NEGATIVO
Peróxidos	NEGATIVO
Cianuros	NEGATIVO

La presencia de estos tres contaminantes resultó negativa, y de las titulaciones se ha determinado que el hidróxido de sodio almacenado en las bodegas del CONSEP tiene una humedad de 4,33 % w/w. Resultaría imposible descartar la presencia de toda sustancias química ajena al hidróxido de sodio, ya que se deberían realizar un sinnúmero de pruebas y ensayos para conseguirlo. Entonces al quedar descartada la presencia de halógenos, peróxidos y cianuros o que, la concentración de estos va a ser muy baja, se ha asumido que el único agente externo es agua. De esta manera se puede tener certeza que o va a existir algún contaminante que perjudique el proceso o el producto obtenido. Ya que el acetato de sodio obtenido se proyecta principalmente a ser utilizado como fuente de carbono en el tratamiento de aguas residuales, para lo cual se usa actualmente alcohol metílico. Según Saldarriaga (2010) el acetato de sodio es más eficiente para este propósito que el metanol.

3.2 DISEÑO DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE ACETATO DE SODIO

3.2.1 TIEMPO DE RESIDENCIA EN EL REACTOR DE NEUTRALIZACIÓN

El tiempo de residencia en el reactor de neutralización se lo determinó utilizando un balón de vidrio de 1L y un baño termostático regulado a 40°C. Los resultados del tiempo de residencia obtenido en los 16 ensayos diferentes se muestran en la Tabla 3.13.

Para cada uno de los ensayos se utilizó una cantidad constante de 350 ml de ácido acético y la cantidad estequiométrica de hidróxido de sodio de acuerdo a la reacción química. En cada uno de los 16 ensayos se utilizó un exceso de ácido acético para evitar la cristalización del hidróxido de sodio debido al calor desprendido por la reacción.

Tabla 3. 13 Tiempo de residencia en la reacción entre el ácido acético y el hidróxido de sodio a diferentes concentraciones

Ácido acético: AA-1					
No	Volumen AA (ml)	Muestra HS	Volumen HS (ml)	Volumen total	Tiempo de residencia (minutos)
1	350	HS-1	350	700	10
2	350	HS-2	292	642	10
3	350	HS-3	233	583	12
4	350	HS-4	206	556	13
Ácido acético: AA-2					
No	Volumen AA (ml)	Hidróxido de sodio	Volumen HS (ml)	Volumen total	Tiempo de residencia (minutos)
5	350	HS-1	420	770	11
6	350	HS-2	350	700	11
7	350	HS-3	280	630	12
8	350	HS-4	247	597	13
Ácido acético: AA-3					
No	Volumen AA (ml)	Hidróxido de sodio	Volumen HS (ml)	Volumen total	Tiempo de residencia (minutos)
9	350	HS-1	525	875	11
10	350	HS-2	438	788	11
11	350	HS-3	350	700	12
12	350	HS-4	309	659	14
Ácido acético: AA-4					
No	Volumen AA (ml)	Hidróxido de sodio	Volumen HS (ml)	Volumen total	Tiempo de residencia (minutos)
13	350	HS-1	570	920	12
14	350	HS-2	475	825	12
15	350	HS-3	380	730	14
16	350	HS-4	335	685	15

El tiempo de residencia más bajo que se registro es 10 minutos y se lo obtuvo en el ensayo No. 1, en la reacción entre las muestras AA-1 y HS-1 como se puede observar en la Tabla 3.13, mientras que el tiempo más alto se lo registro en el ensayo No. 16, en la reacción entre las muestras AA-4 y HS-4 y es 15 minutos. Los valores de tiempo de residencia de las demás reacciones varían entre estos dos resultados y esto indica que para cualquier combinación de concentraciones los tiempos no distan unos de otros significativamente, convirtiendo a este criterio en insuficiente para escoger las concentraciones a las cuales ingresarán los reactivos al reactor batch.

La reacción de neutralización ocurre de manera espontánea, rápida y desprendiendo gran cantidad de energía debido al uso soluciones concentradas tanto de ácido como de base. Por esta razón se consideró importante, evaluar la cantidad de producto que se obtiene de la reacción. La diferencia de 5 minutos entre la reacción utilizando las concentraciones más bajas (AA-1 y HS-1) y la reacción utilizando las concentraciones más altas (AA-4 y HS-4) radica en el tiempo que requirió el producto para estabilizar su temperatura y llegar al equilibrio térmico con el baño termostático regulado a 40°C. Entonces la reacción que requirió menos tiempo para completarse requirió mayor tiempo para estabilizar la temperatura del producto y la reacción que requirió más tiempo para completarse requirió menor tiempo para estabilizar la temperatura del producto. Esto último pude ser entendido de mejor manera en la determinación del calor de neutralización desprendido durante la reacción.

En cada uno de los ensayos se tomó una alícuota de producto obtenido para realizar la medición del pH y comprobar que se llevó a cabo la reacción de neutralización. Los resultados de la medición del pH de las 16 muestras tomadas en los ensayos realizados se presentan en la Tabla 3.14.

Tabla 3. 14 pH del producto de la reacción de neutralización entre el ácido acético y el hidróxido de sodio a diferentes concentraciones

Ácido acético: AA-1		
No	Muestra HS	pH
1	HS-1	8,3

Tabla 3. 14 pH del producto de la reacción de neutralización entre el ácido acético y el hidróxido de sodio a diferentes concentraciones (continuación...)

2	HS-2	8,3
3	HS-3	8,3
4	HS-4	8,3
Ácido acético: AA-1		
No	Hidróxido de sodio	pH
5	HS-1	8,3
6	HS-2	8,3
7	HS-3	8,4
8	HS-4	8,4
Ácido acético: AA-1		
No	Hidróxido de sodio	pH
9	HS-1	8,3
10	HS-2	8,3
11	HS-3	8,3
12	HS-4	8,4
Ácido acético: AA-4		
No	Hidróxido de sodio	pH
13	HS-1	8,3
14	HS-2	8,3
15	HS-3	8,3
16	HS-4	8,4

Como se puede observar en la Tabla 3.14 efectivamente ocurrió la reacción de neutralización entre el ácido acético y el hidróxido de sodio ya que el pH del producto que se obtuvo, en este caso una solución de acetato de sodio, varía entre

8.2 y 8.4 y el rango establecido para las soluciones de acetato de sodio es 7.5-8.5 (datos obtenidos de pruebas preliminares realizadas utilizando acetato de sodio anhidro comercial marca J. T. Baker de pureza aproximadamente 99.7 % w/w).

Las soluciones de acetato de sodio tienden a la alcalinidad debido a que el acetato de sodio es la base conjugada de un ácido débil (ácido acético) por lo que reacciona con el agua aceptando protones y provocando un exceso de iones OH^- , aun cuando se hubiese usado el ácido como reactivo en exceso (Velázquez y Ordorica, 2009, p. 8).

3.2.2 DETERMINACIÓN DEL CALOR DE NEUTRALIZACIÓN

El calor de neutralización se lo estimó con la finalidad conocer el calor que se desprende de la reacción de neutralización, mismo que se empleó en el diseño del proceso y constituyó un criterio importante al momento de escoger las concentraciones de los reactivos que ingresan al reactor de neutralización.

Se determinó el equivalente calórico del calorímetro utilizado utilizando la Ecuación [2.6], ya que se desconocía ese valor. Se realizaron 3 pruebas y se determinó que el equivalente calórico promedio es 109,119 (kJ/kg) como se presenta en la Tabla 3.15, y la desviación estándar entre los datos obtenidos es 3,5E-3 (kJ/kg), lo cual indica una mínima dispersión de los mismos. Este dato es importante ya que se lo utilizó en la determinación del calor de neutralización en la reacción entre el ácido acético y el hidróxido de sodio. Los valores obtenidos de las tres pruebas realizadas y el valor promedio del equivalente calórico se presentan en la Tabla 3.15.

Tabla 3. 15 Equivalente calórico del calorímetro utilizado

Cantidad de agua: 30 ml				
No.	T1 (°C)	T2 (°C)	Tref (°C)	Eq (kJ/kg)
1	20,4	23,7	30	114,00
2	20,3	23,7	30	106,95
3	20,6	23,9	30	106,40
Promedio				109,12
Des. Estándar				3,5E-3

El equivalente calórico se calculó para poder utilizar la Ecuación [2.7], correspondiente al calor de neutralización. Se determinó este calor para las 16 combinaciones de concentraciones de ácido acético y de hidróxido de sodio utilizadas en la determinación del tiempo de residencia en el reactor. Se realizó 2 pruebas de cada combinación y se calculó un calor de neutralización promedio. Los resultados obtenidos de las pruebas, el calor de neutralización de cada una de las combinaciones y el calor de neutralización promedio de cada prueba se presentan en la Tabla 3.16. El calor de neutralización no solo se calculó como criterio para escoger las concentraciones de los reactivos, sino que es necesario para la realización del balance de energía en el reactor de neutralización, ya que es necesario conocer la cantidad de calor a ser retirada del reactor para que este opere a la temperatura establecida.

Tabla 3.16 Resultados de calor de neutralización en las pruebas realizadas empleando ácido acético e hidróxido de sodio a diferentes concentraciones

Ácido acético: AA-1					
No.	Muestra HS	T1(°C)	T2(°C)	-ΔHrx (J/kg)	-ΔHrx (promedio) (J/kg)
1.1	HS-1	40	66,1	94034,67	93854,52
1.2	HS-1	40	66,0	93674,38	
2.1	HS-2	40	74,2	112949,69	113114,82
2.2	HS-2	40	74,3	113279,95	
3.1	HS-3	40	85,5	125224,43	125637,26
3.2	HS-3	40	85,8	126050,09	
No.	Muestra HS	T1(°C)	T2(°C)	-ΔHrx (J/Kg)	-ΔHrx (promedio)
4.1	HS-4	40	93,2	139526,08	139132,68
4.2	HS-4	40	92,9	138739,28	
Ácido acético: AA-2					
No.	Muestra HS	T1(°C)	T2(°C)	ΔHrx	ΔHrx (promedio)
5.1	HS-1	40	67,5	118847,14	118631,06
5.2	HS-1	40	67,4	118414,97	
6.1	HS-2	40	77,0	160427,77	160861,36
6.2	HS-2	40	77,2	161294,95	

Tabla 3.16 Resultados de calor de neutralización en las pruebas realizadas empleando ácido acético e hidróxido de sodio a diferentes concentraciones (continuación...)

7.1	HS-3	40	87,8	208083,26	206777,30
7.2	HS-3	40	87,2	205471,34	
8.1	HS-4	40	93,4	232971,52	232753,38
8.2	HS-4	40	93,3	232535,24	
Ácido acético: AA-3					
No.	Muestra HS	T1(°C)	T2(°C)	ΔH_{rx}	ΔH_{rx} (promedio)
9.1	HS-1	40	69,3	110818,71	111196,93
9.2	HS-1	40	69,5	111575,15	
10.1	HS-2	40	78,5	132067,13	131381,07
10.2	HS-2	40	78,1	130695,00	
11.1	HS-3	40	89,7	153169,72	152707,44
11.2	HS-3	40	89,4	152245,15	
12.1	HS-4	40	96,5	164952,37	164660,42
12.2	HS-4	40	96,3	164368,47	
Ácido acético: AA-4					
No.	Muestra HS	T1(°C)	T2(°C)	ΔH_{rx}	ΔH_{rx} (promedio)
13.1	HS-1	40	72,1	127225,09	122667,18
13.2	HS-1	40	69,8	118109,27	
14.1	HS-2	40	81,2	147499,99	147678,99
14.2	HS-2	40	81,3	147857,99	
15.1	HS-3	40	93,5	171218,69	170578,62
15.2	HS-3	40	93,1	169938,55	
16.1	HS-4	40	103,1	190769,97	191828,12
16.2	HS-4	40	103,8	192886,28	

Como se puede observar en la Tabla 3.16 la temperatura más alta se la registró cuando se empleó las concentraciones más altas de ambos reactivos (combinación AA-4 y HS-4), lo cual es lógico ya que se trata de una reacción exotérmica y así lo indica el signo negativo del calor de neutralización ΔH_{rx} . Y de igual manera temperatura más baja es la registrada en la combinación de concentraciones más bajas (combinación AA-1 y HS-1). Como se explicó entonces en el numeral [3.2.1] el tiempo de residencia en el reactor no solo dependió del tiempo requerido para

que la reacción de neutralización se complete sino también del tiempo necesario para que el producto obtenido de la neutralización alcance el equilibrio térmico con el medio.

Como se explica entonces en Rajadell y Movilla (2005) cuando se trabaja con reacciones de neutralización el calor generado es directamente proporcional a la estequiometría de la reacción y a las concentraciones de los reactivos utilizados.

Es importante mencionar que si bien convendría emplear las concentraciones más bajas debido a que sería menor la cantidad de energía que tendría que retirarse del sistema para mantener la operación del reactor a 40°C, esto repercutiría directamente en la cristalización del producto, debido a que el producto obtenido sería una solución de acetato de sodio menos concentrada, y por lo tanto la energía necesaria para llevar a cabo la cristalización sería mayor, teniendo en cuenta que el calor generado en la combinación AA-4:HS-4 (concentraciones más altas) es aproximadamente el doble del calor generado en la combinación AA-1:HS-1 (concentraciones más bajas). La diferencia que existe entre los datos experimentales obtenidos, supondría un gasto o un ahorro económico y de recursos al momento de diseñar el proceso y dimensionar los equipos.

3.2.3 DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DE LA REACCIÓN

Se realizó la comprobación de la validez del método utilizado para la determinación de la cantidad de hidróxido de sodio no reaccionado, y que se asume cristalizó conjuntamente con el acetato de sodio obtenido experimentalmente. Esto debido a que en la práctica es imposible lograr una eficiencia del 100%. Como se puede observar en la Tabla 3.17 en ninguno de los 5 ensayos se obtuvo un error mayor a 1,16% y por lo tanto se tomó el método como válido. Se utilizó como titulante una solución 1,00 N de ácido clorhídrico obtenido a partir de ácido hidroc্লórico comercial M&B al 36% en peso.

Tabla 3.17 Resultados de la comprobación de la validez del método utilizado para la determinación de hidróxido de sodio no reaccionado

PRUEBA # 1		
Acetato de sodio	9,08	g
Hidróxido de sodio	1,02	g
Volumen de la muestra	25,00	ml
Concentración de hidróxido de sodio	1,00	N
Concentración del titulante	1,00	N
Volumen gastado	25,80	ml
Volumen teórico	25,00	ml
Hidróxido de sodio determinado	1,03	g
Error	1,16	%
PRUEBA # 2		
Acetato de sodio	9,06	g
Hidróxido de sodio	1,03	g
Volumen de la muestra	25,00	ml
Concentración de hidróxido de sodio	1,00	N
Concentración del titulante	1,00	N
Volumen gastado	26,1	ml
Volumen teórico	25,00	ml
Hidróxido de sodio determinado	1,04	g
Error	1,05	%
PRUEBA # 3		
Acetato de sodio	9,06	g
Hidróxido de sodio	1,02	g
Volumen de la muestra	25,00	ml
Concentración de hidróxido de sodio	1,00	N
Concentración del titulante	1,00	N
Volumen gastado	26,00	ml
Volumen teórico	25,00	ml
Hidróxido de sodio determinado	1,04	g
Error	1,05	%
PRUEBA # 4		
Acetato de sodio	9,06	g

Tabla 3.17 Resultados de la comprobación de la validez del método utilizado para la determinación de hidróxido de sodio no reaccionado (continuación...)

Hidróxido de sodio	1,02	g
Volumen de la muestra	25,00	ml
Concentración de hidróxido de sodio	1,00	N
Concentración del titulante	1,00	N
Volumen gastado	25,90	ml
Volumen teórico	25,00	ml
Hidróxido de sodio determinado	1,03	g
Error	0,77	%
PRUEBA # 5		
Acetato de sodio	9,07	g
Hidróxido de sodio	1,01	g
Volumen de la muestra	25,00	ml
Concentración de hidróxido de sodio	1,00	N
Concentración del titulante	1,00	N
Volumen gastado	25,60	ml
Volumen teórico	25,00	ml
Hidróxido de sodio determinado	1,02	g
Error	0,87	%

La eficiencia de la reacción de neutralización fue determinada utilizando las siguientes combinación de concentración de ácido acético y de hidróxido de sodio: AA-1:HS-1, AA-4:HS-4, AA-4:HS-2, AA-2:HS-3 y AA-3:HS-3. Las dos primeras corresponden a las combinaciones de concentración más bajas y más altas respectivamente, mientras que las otras tres representan combinaciones intermedias. La eficiencia de la reacción se obtuvo de ensayos realizados utilizando el ensayo descrito en la norma técnica ecuatoriana INEN 49. La eficiencia de la reacción fue el criterio final utilizado para determinar la concentración a la cual ingresarán los reactivos al reactor de neutralización, siendo los otros dos el tiempo de residencia y el calor de neutralización (y que fueron utilizados para escoger las 5 combinaciones de concentraciones para determinar la eficiencia de la reacción). En la Tabla 3.18 se presentan los resultados de los ensayos realizados para

determinar la cantidad de hidróxido de sodio no reaccionado, utilizando el método validado anteriormente. Esto permitió restar la cantidad de hidróxido de sodio del peso final de la muestra y de esta manera conocer la cantidad real de acetato de sodio que se ha obtenido.

Tabla 3.18 Hidróxido de sodio no reaccionado

Combinación: AA-1:HS-1				
Prueba	Muestra (g)	Volumen (ml)	Volumen Titulante (ml)	Hidroxido de sodio (g)
1	35,74	50	69,3	2,77
2	36,00	50	69,8	2,79
3	35,91	50	69,7	2,79
Combinación: AA-4:HS-4				
Prueba	Muestra (g)	Volumen (ml)	Volumen Titulante (ml)	Hidroxido de sodio (g)
1	64,27	50	124,6	4,99
2	63,92	50	124,0	4,96
3	64,45	50	125,0	5,00
Combinación: AA-4:HS-2				
Prueba	Muestra (g)	Volumen (ml)	Volumen Titulante (ml)	Hidroxido de sodio (g)
1	52,54	50	101,9	4,08
2	52,36	50	101,5	4,06
3	52,09	50	101,0	4,04
Combinación: AA-2:HS-3				
Prueba	Muestra (g)	Volumen (ml)	Volumen Titulante (ml)	Hidroxido de sodio (g)
1	48,63	50	94,3	3,77
2	48,27	50	93,6	3,74
3	48,18	50	93,4	3,74
Combinación: AA-3:HS-3				
Prueba	Muestra (g)	Volumen (ml)	Volumen Titulante (ml)	Hidroxido de sodio (g)
1	56,09	50	108,8	4,35

Tabla 3.18 Hidróxido de sodio no reaccionado (continuación...)

2	56,36	50	109,3	4,37
3	56,54	50	109,6	4,39

La determinación de la cantidad de moles teóricas que debieron formarse de acuerdo a la reacción (estequiometría) se la hizo tomando como base el hidróxido de sodio, dado que se lo empleó como reactivo limitante. De las pruebas realizadas utilizando la combinación AA-1:HS-1 se obtuvo que la eficiencia promedio de la reacción es 84,73%. Los resultados de las pruebas realizadas y la eficiencia de cada una de ellas se presentan en la Tabla 3.19. La eficiencia más baja se obtuvo de la combinación de las concentraciones más bajas.

Tabla 3.19 Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-1:HS-1

Combinación: AA-1:HS-1						
Prueba	Muestra (ml)	Muestra seca (g)	Acetato de sodio obtenido (g)	Acetato de sodio obtenido (mol)	Acetato de sodio (teórico)	Eficiencia (%)
1	100	35,74	32,96	0,402	0,50	80,40
2	100	36,00	33,21	0,405	0,50	81,00
3	100	35,91	33,13	0,404	0,50	80,80
Promedio						80,73

En el segundo caso, utilizando la combinación AA-4:HS-4 se obtuvo una eficiencia promedio de reacción de 86,9%. Los resultados de las pruebas realizadas y la eficiencia de cada una de ellas se presentan en la Tabla 3.20. En esta combinación se logró la mayor eficiencia debido a que son las concentraciones más altas que se utilizó.

Tabla 3.20 Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-4:HS-4

Combinación: AA-4:HS-4						
Prueba	Muestra (ml)	Muestra seca (g)	Acetato de sodio obtenido (g)	Acetato de sodio obtenido (mol)	Acetato de sodio (teórico)	Eficiencia (%)
1	100	64,27	59,29	0,723	0,83	86,94
2	100	63,92	58,96	0,719	0,83	86,45
3	100	64,45	59,45	0,725	0,83	87,18
					Promedio	86,86

La combinación AA-4:HS-2 tuvo una eficiencia promedio de reacción de 85,21%. Los resultados de las pruebas realizadas y la eficiencia de cada una de ellas se presentan en la Tabla 3.21. La segunda eficiencia más alta de las 5 combinaciones utilizadas en estos ensayos.

Tabla 3.21 Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-4:HS-2

Combinación: AA-4:HS-2						
Prueba	Muestra (ml)	Muestra seca (g)	Acetato de sodio obtenido (g)	Acetato de sodio obtenido (mol)	Acetato de sodio (teórico)	Eficiencia (%)
1	100	52,54	48,46	0,591	0,69	85,55
2	100	52,36	48,30	0,589	0,69	85,26
3	100	52,09	48,05	0,586	0,69	84,82
					Promedio	85,21

Utilizando la combinación AA-4:HS-2 se obtuvo que una eficiencia promedio de reacción de 81,60%. Los resultados de las pruebas realizadas y la eficiencia de cada una de ellas se presentan en la Tabla 3.22.

Tabla 3.22 Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-2:HS-3

Prueba	Muestra (ml)	Muestra seca (g)	Acetato de sodio obtenido (g)	Acetato de sodio obtenido (mol)	Acetato de sodio (teórico)	Eficiencia (%)
1	100	48,63	44,85	0,547	0,67	82,05
2	100	48,27	44,53	0,543	0,67	81,45
3	100	48,18	44,44	0,542	0,67	81,30
					Promedio	81,60

De las pruebas realizadas utilizando la combinación AA-3:HS-3 se obtuvo que la eficiencia promedio de la reacción es 84.49%. Los resultados de las pruebas realizadas y la eficiencia de cada una de ellas se presentan en la Tabla 3.23.

Tabla 3.23 Eficiencia porcentual de la reacción empleando la combinación de concentraciones AA-3:HS-3

Combinación: AA-3:HS-3						
Prueba	Muestra (ml)	Muestra (g)	Acetato de sodio obtenido (g)	Acetato de sodio obtenido (mol)	Acetato de sodio (teórico)	Eficiencia (%)
1	100	56,09	51,74	0,631	0,750	84,133
2	100	56,36	51,99	0,634	0,750	84,533
3	100	56,54	52,15	0,636	0,750	84,800
					Promedio	84,489

Como se puede observar en las Tablas 3.19-3.23 la eficiencia más baja es 80.733% y la más alta es 86,86% que correspondientes a la combinación de concentraciones más bajas y más altas respectivamente. Con estos datos de eficiencia se realizó una evaluación de los tres parámetros necesarios para determinar la concentración a la cual ingresarán los reactivos al reactor de neutralización, misma que se presenta en el numeral [3.2.5]

3.2.4 DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE RESIDENCIA EN EL CRISTALIZADOR Y LA CANTIDAD DE AGUA EVAPORADA EN LA CRISTALIZACIÓN DE ACETATO DE SODIO

El tiempo de residencia en el cristalizador se estimó teniendo en cuenta el tiempo necesario para llevar la solución obtenida de la reacción de neutralización a la sobresaturación, ya que la cristalización se la llevo a cabo mediante concentración de la solución por evaporación del agua.

Tabla 3.24 Variación de los sólidos totales disueltos (TDS) en función del tiempo a 90°C en tres pruebas diferentes

Sólidos Totales Disueltos (TDS) (g/l) a 90°C				
T (min)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
0,0	43,7	44,9	43,9	44,2
1,0	50,9	52,1	52,1	51,7
2,0	59,1	59,2	59,2	59,2
3,0	68,5	68,9	69,0	68,8
4,0	79,8	79,1	79,5	79,5
5,0	87,3	86,4	87,1	86,9
6,0	95,3	94,9	95,9	95,4
7,0	105,2	104,5	104,7	104,8
8,0	172,9	174,1	174,0	173,7
9,0	220,9	222,0	221,3	221,4
10,0	269,6	267,6	268,9	268,7
11,0	297,4	297,3	297,7	297,4
12,0	394,1	395,0	394,9	394,7
13,0	522,9	523,8	524,2	523,6
14,0	561,7	561,5	564,0	562,4
15,0	630,4	630,2	631,7	630,8
16,0	678,2	681,0	680,5	679,9
17,0	778,0	776,7	777,3	777,3
18,0	924,8	925,4	926,0	925,4
19,0	940,5	941,1	940,8	940,8
20,0	1149,3	1151,9	1151,6	1150,9

Tabla 3.24 Variación de los sólidos totales disueltos (TDS) en función del tiempo a 90°C en tres pruebas diferentes (continuación...)

21,0	1220,1	1222,6	1220,3	1221,0
22,0	1231,8	1231,3	1230,1	1231,1
23,0	1337,6	1335,0	1337,8	1336,8
24,0	1348,4	1347,8	1347,6	1347,9
25,0	1416,1	1418,5	1417,4	1417,3
26,0	1463,9	1465,2	1464,1	1464,4
27,0	1474,7	1474,9	1472,9	1474,2
28,0	1480,5	1482,7	1481,7	1481,6
29,0	1489,2	1490,4	1491,4	1490,4
30,0	1528,0	1527,1	1528,2	1527,8
31,0	1536,8	1534,8	1537,0	1536,2
32,0	1574,5	1572,6	1575,7	1574,3
33 (saturación)	1607,1	1610,2	1608,3	1608,6
34,0	1659,1	1660,0	1662,3	1660,5
35,0	1690,9	1692,7	1693,0	1692,2
36,0	1724,3	1722,5	1724,8	1723,9
37,0	1735,4	1734,2	1736,6	1735,4
38,0	1748,2	1749,9	1750,3	1749,5
39,0	1759,9	1758,6	1758,1	1758,9
40,0	1761,7	1763,4	1761,9	1762,3
41 (sobresat. 10%)	1788,5	1789,1	1791,6	1789,7
Cantidad de agua evaporada (kg)	0,543	0,510	0,533	0,528

En la Tabla 3.24 se puede observar cómo se produjo la variación de los sólidos totales disueltos (TDS por sus siglas en inglés) en los tres ensayos que se llevaron a cabo. La medición del TDS se la realizó con la finalidad de estimar el tiempo requerido para llevar a la solución a la sobre saturación, para lo cual era necesario vencer la barrera de la saturación. Dado que la cristalización se la realizó a 90°C, se utilizó el valor bibliográfico de solubilidad de acetato de sodio a esta temperatura tomado de Perry (2001), y experimentalmente se determinó un tiempo de

aproximadamente 33 min para llegar a ese valor, como se presenta en la Tabla 3.24.

Teniendo en cuenta que en ese tiempo se logró llevar la solución a la saturación, se estimó que el tiempo requerido para llevar a la solución a una sobresaturación aproximada del 10% sobre el valor teórico de saturación. Con esto se garantizó la formación de los cristales en un tiempo aproximado de 41 min como se observa en la misma Tabla. En la Figura 3.3 se puede observar la variación los sólidos totales promedio en función del tiempo y la tendencia creciente de la curva TDS vs. Tiempo. El ensayo se mantuvo varios minutos más sobre el tiempo de sobresaturación, aunque no se registró una variación considerable.

Y por lo tanto el tiempo de residencia escogido para el cristalizador es 48 min ya que de esta forma si se suman el tiempo de residencia en el reactor y en el cristalizador se tiene que cada carga se la puede realizar en una hora. En la parte inferior de la Tabla 3.24 se puede observar la cantidad de agua evaporada en cada uno de los ensayos y un promedio de los tres valores, dando como resultado 0,528 kg de agua evaporada.

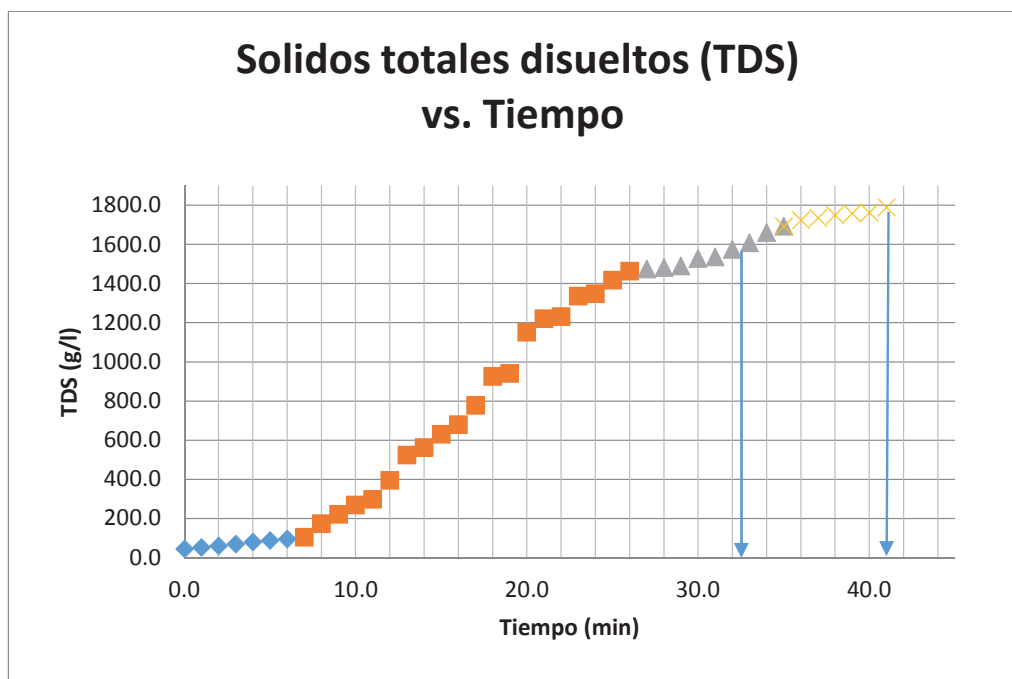


Figura 3. 3 Variación de TDS promedio con el tiempo a 90 °C

La curva de TDS vs. Tiempo tiene una pendiente positiva desde el tiempo 0 hasta que se ha completado el ensayo, pero no un valor de pendiente constante, ya que como indica esta figura al tiempo 6, 26 y 35 (min) se localizan puntos de inflexión en la curva. En el rango comprendido entre el tiempo 0 y 6 (min) la curva tiene un pendiente de 8,53 (puntos ubicados en color azul) lo que indica un crecimiento lento de los TDS. Esto debido a que en los primeros 6 (min) del ensayo la solución de acetato de sodio debía llegar a la temperatura establecida para el ensayo. En el rango comprendido entre 6 y 26 (min) la pendiente se incrementa 8 veces, y es 68.45 (puntos ubicados en color rojo) lo que indica que en este rango de tiempo se ha dado un crecimiento rápido de los cristales.

A partir del tiempo 26 (min) hasta el tiempo 35 (min) la pendiente de la curva decrece hasta 25.31 (puntos ubicados en color verde) lo que indica una desaceleración en la formación de los cristales, esto debido a que ya la solución sobrepasó el valor de saturación (ubicado con línea roja) a los 33 (min). Los últimos datos del ensayo tienen una pendiente de 16.26 (puntos ubicados en color morado) y son los datos recopilados ya en solución sobresaturada. Este valor de pendiente indica que ya la formación de TDS se ha frenado a la cuarta parte del rango ubicado entre el tiempo 6 y 26 (min) e indica también que hasta llegar al 10% de sobresaturación (ubicado con línea azul) la formación de cristales se ha vuelto lenta. El ensayo se mantuvo 7 (min) más a partir de que se alcanzó el 10% de sobresaturación para completar 1h de proceso entre el tiempo de operación del reactor y el cristalizador. Los datos no se registraron en la Tabla 3.24 ni tampoco en la Figura 3.3 debido a la poca variación entre sí.

3.2.5 PROCESO DE OBTENCIÓN DE ACETATO DE SODIO

La Tabla 3.25 presenta un resumen de los tres parámetros que fueron evaluados para la selección de las concentraciones de ácido acético e hidróxido de sodio que ingresaran al reactor y que son parte además del diseño del proceso de obtención de acetato de sodio.

Tabla 3.25 Parámetros a evaluarse en la selección de la concentración de ácido acético e hidróxido de sodio en el reactor

Combinación	Tiempo de residencia (s)	Calor de neutralización (kJ)	Eficiencia (%)
AA-1:HS-3	10	5204,52	80,73
AA-2:HS-3	12	9778,39	81,60
AA-3:HS-3	12	10033,68	84,49
AA-4:HS-2	12	9146,10	85,21
AA-4:HS-4	15	11584,71	86,86

Las combinación que se seleccionó para la reacción de neutralización en el reactor es AA-4:HS-2 debido a que presenta un tiempo de residencia igual a otras dos combinaciones, 2 minutos más que el tiempo más bajo y 3 minutos menos que el tiempo más alto, presenta un calor de neutralización menor que tres de las 5 combinaciones, solamente es mayor que el calor de neutralización de la combinación de concentraciones más bajas y es la segunda reacción en cuanto a eficiencia.

Utilizando esta combinación se puede realizar una estimación de la constante de reacción, utilizando el siguiente criterio descrito en Izquierdo (2004), para el avance de una reacción química:

$$r_{Rx} = - \frac{\Delta C_{\text{reactivo limitante}}}{\Delta t} \quad [3.1]$$

Donde:

R_{Rx} : avance de la reacción química

$\Delta C_{\text{reactivo limitante}}$: variación de concentración del reactivo limitante

Δt : variación de tiempo

Este criterio aplica solamente para solamente para reacciones isotérmica. Según Izquierdo (2004) cuando la temperatura se mantiene constante, el avance de la reacción pasa a ser función únicamente de la concentración de los reactantes

(particularmente del reactivo limitante) o de los productos formados y de la variación del volumen. En este caso si el volumen se mantiene constante se tiene que

$$r_{Rx} = \frac{(0.123 \text{ mol} - 6.90 \text{ mol})}{(12 \text{ min} - 0 \text{ min})} * \frac{1 \text{ min}}{60 \text{ s}} = 9.41 E - 03 \frac{\text{mol}}{\text{s}}$$

Y la constante de reacción según el mismo autor puede ser estimada mediante la siguiente ecuación:

$$\ln \frac{C_{\text{reactivo limitante}}}{C_{0\text{reactivo limitante}}} = -k_{Rx} * t \quad [3.2]$$

Donde:

$C_{\text{reactivo limitante}}$: concentración del reactivo limitante al tiempo t

$C_{0\text{reactivo limitante}}$: concentración inicial del reactivo limitante

k_{Rx} : constante de reacción

t: tiempo

y entonces se tiene que:

$$-k_{Rx} = \frac{\ln \frac{C_{\text{reactivo limitante}}}{C_{0\text{reactivo limitante}}}}{t} = 5.59 E - 03 \text{ s}^{-1}$$

El producto obtenido es una sal soluble en agua, por lo cual es pertinente estimar la constante de solubilidad, para conocer qué tan soluble en agua es el acetato de sodio. Para esto se ha utilizado la Ecuación [3.3] tomada de Orozco (2005).

$$k_s = s^2 \quad [3.3]$$

Donde:

K_s : constante de solubilidad

S: solubilidad de acetato de sodio en agua

Entonces se tiene que:

$$k_s = 3.04 E 04 \frac{\text{mol}^2}{\text{L}^2}$$

El valor alto de la constante de solubilidad indica que el acetato de sodio es muy soluble en agua, y esto garantiza que no precipitará mientras se produce la reacción de neutralización en el reactor. En la Tabla 3.26 se presentan los parámetros de operación del proceso diseñado para la producción de acetato de sodio utilizados en los balances de masa y energía.

Tabla 3.26 Parámetros de operación del proceso

Combinación: AA-4:HS-2	
Concentración de ácido acético (N)	16,28
Concentración de hidróxido de sodio (N)	12,00
Tiempo de residencia en el reactor (min)	12,00
Calor de neutralización (kJ)	147,68
Eficiencia de la reacción (%)	85,21
Tiempo de residencia en el cristalizador (min)	48,00
Tiempo total/carga (h)	1,00
Orden de la reacción (respecto al producto)	1
Constante de reacción (s^{-1})	5.59 E -03
Constante de solubilidad (mol^2/l^2)	3.04 E 04

3.3 DIMENSIONAMIENTO DE LOS EQUIPOS PARA LA PRODUCCIÓN DE ACETATO DE SODIO

El dimensionamiento de los equipos se realizó una vez establecido el proceso de obtención de acetato de sodio. Se dimensionó para producir 100 kg de acetato de sodio/ carga: un tanque agitado para la dilución del hidróxido de sodio, un reactor de neutralización con sistema de enfriamiento y un cristalizador con sistema de calefacción.

3.3.1 BALANCE DE MASA DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ACETATO DE SODIO

La determinación de las concentraciones de ambos reactivos y la eficiencia de la reacción permitieron conocer la cantidad de cada reactivo en el reactor de neutralización, así como la composición en la corriente de salida del mismo. El

balance de masa en el reactor de neutralización se lo realizó con base en la producción de 100 kg de acetato de sodio/carga y la ecuación que rige la reacción de neutralización, y se tiene que:

$100 \text{ kg NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \text{ }^* = 1.431 \text{ kmol NaOH requeridos en el reactor}$

$$1.431 \text{ kmol NaOH} * \frac{1000 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ kmol NaOH}} * \frac{1 \text{ eq NaOH}}{1 \text{ mol NaOH}} * \frac{1 \text{ l sol. NaOH}}{12 \text{ eq NaOH}}$$

$$= 119.26 \text{ l de solución NaOH 12 N requeridos}$$

$$119.26 \text{ l sol. NaOH} * \frac{12 \text{ eq NaOH}}{1 \text{ l sol. NaOH}} * \frac{1 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ eq NaOH}} * \frac{1 \text{ mol C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1 \text{ mol NaOH}} * \frac{1 \text{ eq C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1 \text{ mol C}_2\text{H}_4\text{O}_2}$$

$$* \frac{1 \text{ l sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{16.28 \text{ eq C}_2\text{H}_4\text{O}_2} = 87.90 \text{ l de solución C}_2\text{H}_4\text{O}_2 \text{ requeridos}$$

Si la eficiencia de la reacción es del 85.21% se debe determinar la cantidad de ácido y de hidróxido que no reaccionarán, y se tiene que:

$$119.26 \text{ l sol. NaOH} * \frac{12 \text{ eq NaOH}}{1 \text{ l sol. NaOH}} * \frac{1 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ eq NaOH}} * \frac{0.147 \text{ mol NaOH sin rx}}{1 \text{ mol NaOH}}$$

$$* \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol NaOH}} * \frac{1 \text{ kg NaOH}}{1000 \text{ g NaOH}} = 8.41 \text{ kg de NaOH que no reaccionan}$$

$$87.90 \text{ l de sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2 * \frac{16.28 \text{ eq C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1 \text{ l sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2} * \frac{1 \text{ mol C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1 \text{ eq C}_2\text{H}_4\text{O}_2} * \frac{0.147 \text{ mol C}_2\text{H}_4\text{O}_2 \text{ sin rx}}{1 \text{ mol C}_2\text{H}_4\text{O}_2}$$

$$* \frac{60 \text{ g C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1 \text{ mol C}_2\text{H}_4\text{O}_2} * \frac{1 \text{ kg C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1000 \text{ g C}_2\text{H}_4\text{O}_2}$$

$$= 12.62 \text{ kg de C}_2\text{H}_4\text{O}_2 \text{ que no reaccionan}$$

Una vez conocida la cantidad de hidróxido de sodio que se necesita para producir 100 kg de acetato de sodio/ carga en el reactor de neutralización se realizó un balance de masa para conocer la cantidad de hidróxido de sodio que deberá ser diluido para obtener 119.26 l de hidróxido de sodio 12 N.

$$119.26 \text{ l sol. NaOH} * \frac{12 \text{ eq NaOH}}{1 \text{ l sol. NaOH}} * \frac{1 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ eq NaOH}} * \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol NaOH}} * \frac{1 \text{ kg NaOH}}{1000 \text{ g NaOH}}$$

$$= 57.24 \text{ kg de NaOH}$$

Si la pureza del hidróxido de sodio es del 95.67% se tiene que:

$$57.24 \text{ kg NaOH} * \frac{100 \text{ kg de NaOH almacenado}}{95.57 \text{ Kg de NaOH}}$$

$$= 59.89 \text{ kg de NaOH almacenado}$$

La cantidad de agua en la corriente de salida del reactor de neutralización proviene del agua en la cual se diluye el hidróxido de sodio almacenado, la cantidad de agua presente en el ácido acético almacenado y el agua que se forma en la reacción de neutralización.

La cantidad de agua requerida para la dilución del hidróxido de sodio es:

$$m_{H_2O} = 119.26 \text{ l sol. NaOH} * \frac{1.39 \text{ kg sol. NaOH}}{1 \text{ l sol. NaOH}} = 165.77 \text{ kg sol. NaOH}$$

$$165.77 \text{ kg sol. NaOH} - 59.89 \text{ kg NaOH almacenado} = 105.88 \text{ kg de agua}$$

La cantidad de agua presente en el ácido acético es:

$$m_{H_2O} = 87.90 \text{ l sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2 * \frac{1.062 \text{ sol. kg C}_2\text{H}_4\text{O}_2}{1 \text{ l sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2} = 93.34 \text{ kg sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2$$

$$93.34 \text{ kg de sol. C}_2\text{H}_4\text{O}_2 - 85.86 \text{ kg C}_2\text{H}_4\text{O}_2 = 7.47 \text{ kg de agua}$$

La cantidad de agua que se genera debido a la reacción de neutralización (considerando que el reactivo limitante es el hidróxido de sodio) es:

$$119.26 \text{ l sol. NaOH} * \frac{12 \text{ eq NaOH}}{1 \text{ l sol. NaOH}} * \frac{1 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ eq NaOH}} * \frac{0.852 \text{ mol H}_2\text{O}}{1 \text{ mol NaOH}}$$

$$= 1.219 \text{ kmol H}_2\text{O que se generan por reacción}$$

$$1.219 \text{ kmol H}_2\text{O} * \frac{18 \text{ kg H}_2\text{O}}{1 \text{ kmol H}_2\text{O}} = 21.95 \text{ kg H}_2\text{O que se generan por reacción}$$

Entonces la cantidad de agua en la corriente de salida del reactor es:

$$105.88 \text{ kg} + 7.47 \text{ kg} + 21.95 \text{ kg} = 135.3 \text{ kg H}_2\text{O}$$

En la Figura 3.4 se presenta un esquema la dilución del hidróxido de sodio y de lo que ocurre en la reacción de neutralización entre el ácido acético y el hidróxido de

sodio, el cual se empleó para la realización del balance de masa en esta parte del proceso de producción de acetato de sodio.

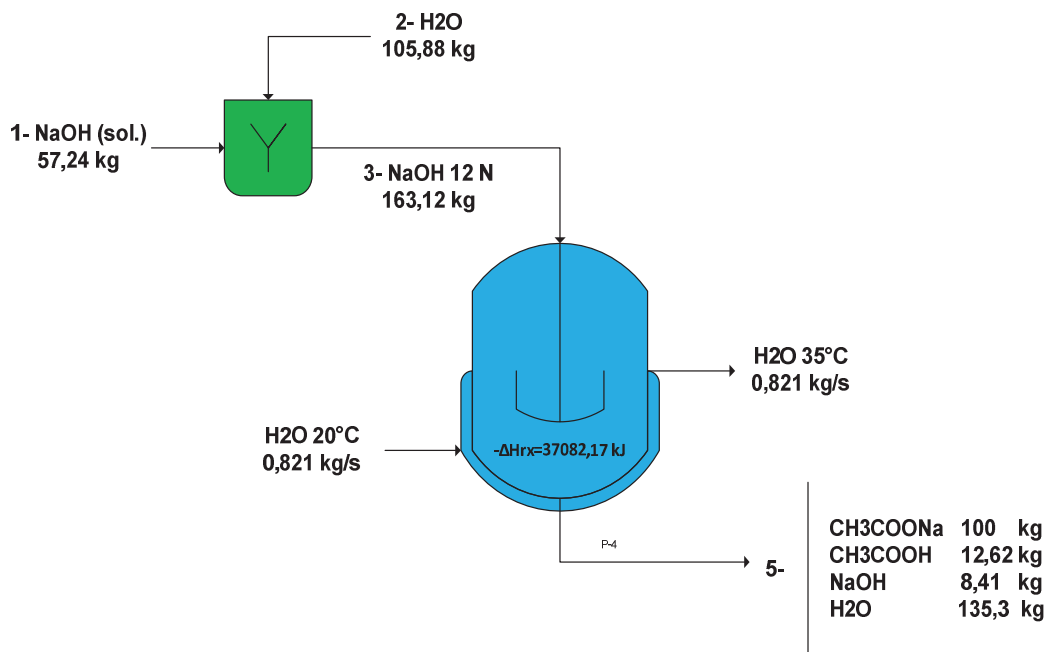


Figura 3.4 Esquema de la dilución y reacción de neutralización

En la Tabla 3.27 se presenta un resumen del balance de masa realizado en esta parte del proceso de acuerdo a las corrientes especificadas en la Figura 3.4 y la cantidad (kg) de cada sustancia química involucrada en el proceso de producción de acetato de sodio.

Tabla 3.27 Balance de masa en la dilución del hidróxido de sodio y en la reacción de neutralización

No. Corriente	NaOH (kg)	C ₂ H ₄ O ₂ (kg)	NaC ₂ H ₃ O ₂ (kg)	H ₂ O (kg)
1	57,24	-	-	-
2	-	-	-	105,88
3	57,24	-	-	105,88
4	-	85,86	-	7,47
5	8,41	12,62	100,00	135,3

El balance de masa en la cristalización del acetato de sodio realizó con base en la cantidad de acetato de sodio producido, la cantidad de agua que requiere evaporar para la obtención de los y la humedad final del producto (cuya determinación se presenta más adelante en la caracterización del producto). En la Figura 3.5 se presenta el esquema empleado en el balance de masa en el cristalizador para la producción de acetato de sodio.

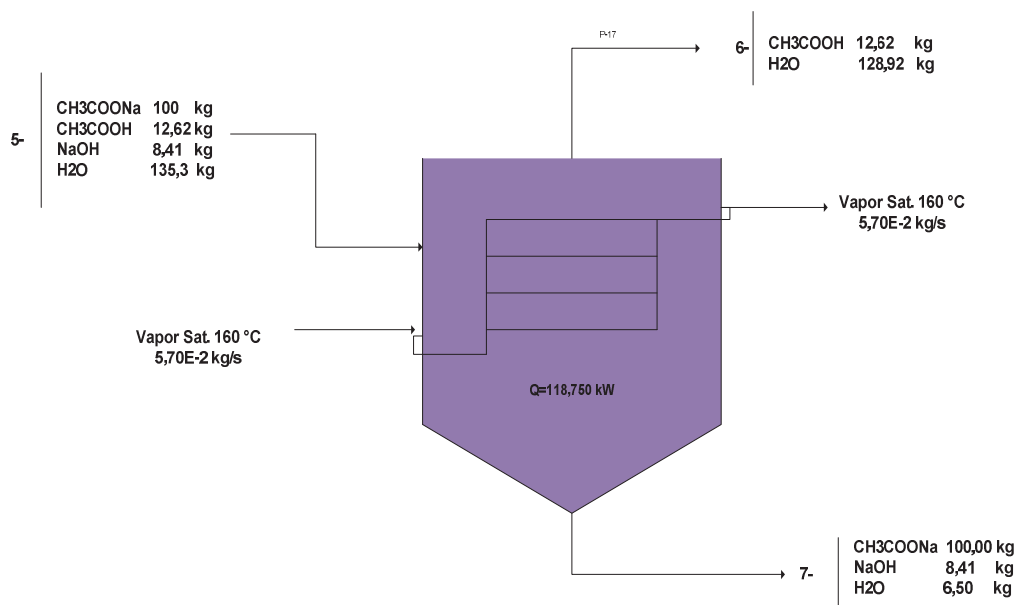


Figura 3. 5 Esquema del cristalizador para la producción de acetato de sodio

En el balance de masa se ha asumido que todo el hidróxido de sodio no reaccionado cristaliza conjuntamente con el acetato de sodio, mientras que el ácido no reaccionado se evapora conjuntamente con la mayor parte del agua. Por esta razón se asume que toda la humedad presente en el producto sólido final es agua.

Tabla 3.28 Balance de masa en la cristalización de la solución de acetato de sodio

No. Corriente	NaOH (kg)	C2H4O2 (kg)	NaC2H3O2 (kg)	H2O (kg)
5	8,41	12,62	100	135,30
6	-	12,62	-	128,92
7	8,41	-	100	6,50

Tabla 3.29 Balance de masa del proceso de producción de acetato de sodio

No. Corriente	NaOH (kg)	C2H4O2 (kg)	NaC2H3O2 (kg)	H2O (kg)	Total (kg)
1	57,24	-	-	-	57,24
2	-	-	-	105,88	105,88
3	57,24	-	-	105,88	163,12
4	-	85,86	-	7,47	93,33
5	8,41	12,62	100,00	135,3	256,33
6	-	12,62	-	128,92	141,54
7	8,41	-	100,00	6,50	114,91
Entrada	57,24	85,86	-	113,35	256,45
Salida	8,41	12,62	100,00	135,42	256,45
Diferencia	48,83	73,24	100,00	22,07	0,00

En la Tabla 3.28 se presenta un resumen del balance de masa realizado en esta parte del proceso, de acuerdo a las corrientes especificadas en la Figura 3.5 y a la cantidad (kg) de cada sustancia química involucrada en la cristalización de la solución de acetato de sodio. En la Tabla 3.29 se presenta el balance de masa de todo el proceso, y además se realiza una comprobación de que la cantidad de masa que ingresa al proceso es igual a la cantidad de masa que sale del mismo, con la cual se comprueba que el proceso cumple con la ley de la conservación de la materia.

3.3.2 DIMENSIONAMIENTO DEL REACTOR Y DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO EN REACTOR DE NEUTRALIZACIÓN

El reactor de neutralización se lo dimensionó con base en el balance de masa realizado en el numeral [3.3.2]. Teniendo en cuenta que en los ensayos realizados utilizando un volumen de 1 L no se percibió una expansión o contracción en el volumen, se consideró que se pueden adicionar los volúmenes de los reactivos para determinar el volumen del reactor. En la Tabla 3.30 se presenta el volumen de cada uno de los reactivos necesarios para la producción de 100 kg de acetato de sodio/carga.

Tabla 3.30 Volumen de ácido acético e hidróxido de sodio requeridos

Reactivo	Concentración (N)	Volumen (l)	Volumen (m ³)
Hidróxido de sodio	12,00	119,26	0,12
Ácido acético	16,28	87,90	0,088
Total		207,16	0,21

El volumen del reactor se lo calculó utilizando la Ecuación [2.9].

$$V_{reactor} = (0.21)m^3 + 0.25 * (0.21)m^3$$

$$V_{reactor} = 0.25m^3$$

El dimensionamiento del reactor, la selección de la forma de las tapas y el espesor de pared tanto de tapas como del cuerpo del reactor se lo realizó utilizando el Sección VIII División I del Código ASME (American Society of Mechanical Engineers). Se estableció las condiciones de operación, que como ya se dijo anteriormente la temperatura de operación será 40 °C, y la presión de operación se ha fijado en 2 atm presión recomendada en Molina (2013) cuando se trabaja con temperaturas por debajo de 100°C y no existe desprendimiento de gases o vapores. Para estimar la presión de diseño se ha utilizado la Ecuación [2.10].

$$P = 1,1 * 2 atm = 2.2 atm = 32,34 psi$$

En el Anexo III se presenta la Tabla A III.1 de resistencia de materiales a la corrosión utilizada en la selección del Acero Inoxidable SS-316 como material sugerido para la construcción del reactor de neutralización.

Se seleccionó para las tapas una forma elíptica, relación radio mayor-radio menor de 2:1, ya que es la forma y relación más usadas a escala industrial. En la Figura 3.6 de presenta un esquema de la tapa tomado del código ASME.

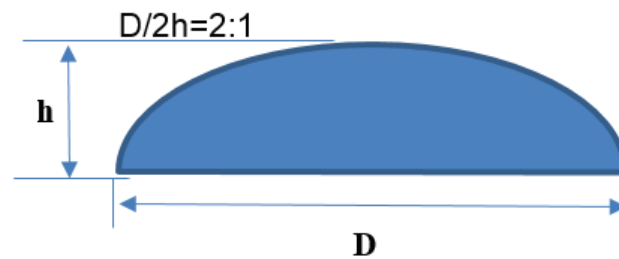


Figura 3. 6 Esquema de la tapa del reactor de neutralización

(Código ASME, Sección VIII División I)

El cuerpo del reactor es cilíndrico, con tapas de forma elíptica y el dimensionamiento se realizó por prueba y error, seleccionando el diámetro se realizó los cálculos necesarios hasta que la relación altura diámetro fue 2:1.

Se utilizó para el cálculo del volumen de las tapas la Ecuación [2.11], el volumen del cilindro se calculó mediante la diferencia de entre el volumen total del reactor y el volumen elíptico. Y el cálculo de la altura cilíndrica se lo realizó mediante la división del volumen del cilindro y el área circular. Con las medidas calculadas se comprobó la relación altura total-diámetro 2:1. Las dimensiones calculadas se presentan en la Figura 3.7.

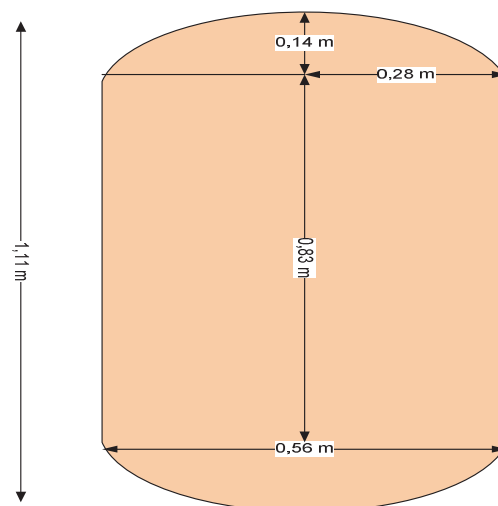


Figura 3. 7 Esquema y medidas del reactor de neutralización.

En la Tabla 3.31 se presentan los datos requeridos para utilizar la Ecuación [3.6] y [3.4].

Tabla 3.31 Parámetros del acero inoxidable SS-316

ACERO INOXIDABLE SS-316	
Máximo valor de esfuerzo permisible (psi)*	12300
Eficiencia de la junta*	0,7-1,0

*Código ASME, Sección VIII División I

El espesor del cuerpo del reactor se estimó mediante la Ecuación [2.12], y teniendo en cuenta que todas las unidades deben ser ingresadas en el sistema inglés, se tiene que el espesor del cuerpo del reactor es:

$$t_{cilindro} = 0,16 \text{ pulg} = 4,08E - 3 \text{ m}$$

Según Molina (2013) en materiales como aceros al carbón y aceros inoxidables el valor más común de C es 1/8 pulg, y es el valor que se ha utilizado en la Ecuación [3.3]

El espesor de las tapas se calculó utilizando la Ecuación [2.13]. Esta Ecuación se utiliza para calcular el espesor de tapas con forma elíptica cuando $P < 0,665 \cdot S \cdot E$, y al utilizar un sobreespesor por corrosión de 1/8 pulg como se indica en Molina (2013), se tiene que el espesor de las tapas del reactor es:

$$t_{tapas} = 0,143 \text{ pulg} = 3,63E - 3 \text{ m}$$

En la Tabla 3.32 se presenta un resumen de las dimensiones del reactor y la capacidad total para la producción de 100 kg de acetato de sodio/carga.

Tabla 3.32 Capacidad, dimensiones y material de construcción sugerido del reactor batch

Volumen (m ³)	0,248
Relación (altura-diámetro)	2:01
Altura total (m)	1,11
Diámetro (m)	0,56
Altura cilíndrica	0,83
Altura elíptica(de cada tapa)(m)	0,14

Tabla 3.32 Capacidad, dimensiones y material de construcción sugerido del reactor batch
(continuación...)

Espesor del cilindro (m)	4,08E-3
Espesor de las tapas (m)	3,63E-3
Material sugerido	Acero inoxidable SS-316

El dimensionamiento del sistema de enfriamiento se lo realizó con base en la cantidad de calor que debe ser retirado del reactor para que este opere a una temperatura máxima de 40 °C (operación isotérmica). El carácter exotérmico de la reacción genera una gran cantidad de calor (debido a la neutralización) que debe ser retirada del reactor, para lo cual se seleccionó un serpentín a través del cual circulará agua a temperatura ambiente.

El calor acumulado en un reactor isotérmico, como se indica en la Ecuación [3.8], es la suma de los calores involucrados en el proceso de neutralización.

$$Q_{Acumulado} = Q_{Ingresa} - Q_{Sale} + Q_{Genera} - Q_{Consume} \quad [3.8]$$

Dado que se trata de un reactor cuya operación es batch y no existe entrada ni salida de energía se tiene la Ecuación [3.9].

$$Q_{Acumulado} = Q_{Generado} \quad [3.9]$$

En la Tabla 3.26 se presenta el calor de neutralización generado utilizando 0.825 L de ácido y base, por lo tanto la cantidad de calor generado empleando 207,17 L de ácido y base es igual a:

$$Q_{Acumulado} = 37082.17 \text{ kJ}$$

La Ecuación [2.15] permite estimar la cantidad de agua que se requiere para retirar el calor generado por la reacción si se conoce la temperatura de salida del agua utilizada para mantener la operación del reactor a 40°C y tomando como temperatura de entrada del agua 20 °C (temperatura ambiente aproximada en Quito). El TULSMA (Texto Unificado de Legislación Secundaria Medioambiental del Ecuador) en el Anexo 1 del libro VI referente a la calidad ambiental y de descarga de efluentes al recurso agua, norma la temperatura máxima de descarga

de efluentes industriales hacia el sistema de alcantarillado, un cuerpo de agua dulce o un cuerpo de agua marina. En la Tabla 3.33 se presentan los valores utilizados para el dimensionamiento del sistema de enfriamiento (TULSMA, 2015, Tabla 9, 10 y 11).

Tabla 3.33 Límites máximos permisibles para descargar industriales hacia el recurso agua

Descarga hacia:	Expresado como	Límite máximo permisible
Alcantarillado*	°C	<40
Cuerpo de agua dulce*	°C	Ambiente ±3 °C
Cuerpo de agua marina*	°C	<35

*(TULSMA, 2015, libro VI, Tabla 9, 10 y 11)

Se seleccionó 35°C como temperatura de salida del agua de enfriamiento, ya que de esta manera no se estaría incumpliendo ninguna normativa vigente, sea que se descargue al sistema de alcantarillado local, a un cuerpo de agua marina. Se descarta la posibilidad de descargar hacia un cuerpo de agua dulce debido a la variabilidad que puede darse en la temperatura ambiente. Por lo tanto si la temperatura de salida del agua del serpentín es 35°C se tiene que:

$$37082.17 \text{ kJ} = m_{H_2O} * 4.18 \frac{\text{kJ}}{\text{kg} * ^\circ\text{C}} * (35 - 20)^\circ\text{C}$$

$$m_{H_2O} = 591.43 \text{ kg}$$

Si el tiempo de residencia determinado para el reactor de neutralización es de 12 minutos se tiene un flujo másico igual a:

$$\dot{m}_{H_2O} = \frac{591.43 \text{ kg}}{12 \text{ min}} * \frac{1 \text{ min}}{60 \text{ s}} = 0.821 \frac{\text{kg}}{\text{s}}$$

Y si se toma la densidad del agua como 1 g/ml, se tiene que el flujo de agua requerido para mantener la temperatura de operación del reactor a 40°C es:

$$Q_{H_2O} = 0.821 \frac{\text{l}}{\text{s}} = 8.21 \text{ E} - 04 \frac{\text{m}^3}{\text{s}}$$

La velocidad de circulación del agua recomendada en Peter y Timmerhaus (2003) cuando esta proviene de una línea de conducción o abastecimiento, se encuentra

en un rango de entre 1.2-2.4 m/s. Para el cálculo del diámetro del serpentín se ha escogido una velocidad de circulación del agua de 2 m/s. La relación entre el flujo, la velocidad y el área de circulación se presenta en la Ecuación [3.10].

$$Q_{H_2O} = A_{Circulación} * v_{Circulación} \quad [3.10]$$

Donde:

$A_{Circulación}$: Área de circulación del serpentín

$v_{Circulación}$: Velocidad de circulación

Y se tiene que:

$$\frac{Q_{H_2O}}{v_{Circulación}} = A_{Circulación}$$

$$A_{Circulación} = \frac{8.21E - 04 \frac{m^3}{s}}{2 \frac{m}{s}} = 4.1E - 4 m^2$$

Conocida el área de circulación se calculó el diámetro del serpentín, utilizando la Ecuación [3.11].

$$A_{Circulación} = \frac{\pi * d_{serpentín}^2}{4} \quad [3.11]$$

$$d_{serpentín} = 0.0228m = 2.28 \text{ cm}$$

Por lo tanto se aproximó el diámetro del serpentín a 2.54 cm, es decir una pulgada.

El cálculo de la longitud del serpentín, el área de total de transferencia de calor y el coeficiente global de transferencia de calor se realizó utilizando la Ecuación [2.10].

Si se conoce que la altura del reactor es 1.1 m y el diámetro del serpentín es 0.0254 m se tiene la cantidad de vueltas posibles del serpentín en el reactor:

$$N = \frac{1.1 \text{ m}}{0.0254 \text{ m}} = 43.3 \sim 43 \text{ vueltas}$$

Sería posible cubrir toda la superficie interna del reactor con un serpentín de 43 vueltas, lo cual en la práctica no es recomendable, y por lo tanto se consideró un espacio entre cada vuelta del serpentín de la misma medida del serpentín. Por lo

tanto el número de vueltas del serpentín en el interior del reactor es 22. Con el número de vueltas y el diámetro del reactor se calculó la longitud total del serpentín.

$$L_{Serpentín} = 22 * \frac{2 * \pi * 0.55 \text{ m}}{2} = 38 \text{ m}$$

Si la longitud del serpentín es 38 m y el diámetro del mismo es 0.0254 m entonces el área total de la transferencia entre el reactor y el serpentín se puede calcular mediante la Ecuación [3.12].

$$A_{total} = L_{Serpentín} * \frac{2 * \pi * d_{Serpentín}}{2} \quad [3.12]$$

Y se tiene que el área total de transferencia es:

$$A_{total} = 3.03 \text{ m}^2$$

Utilizando la Ecuación [2.14] se puede estimar la cantidad de calor a ser retirada del reactor por unidad de tiempo.

$$\dot{Q} = 0.821 \frac{\text{kg}}{\text{s}} * 4180 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * (35 - 20)^\circ\text{C}$$

$$\dot{Q} = 5147 \frac{\text{J}}{\text{s}} = 5147 \text{ W}$$

Y por lo tanto:

$$\dot{Q} = 5157 \text{ W} = U * A_{total} * LMTD$$

La temperatura media logarítmica (LMTD) se puede calcular debido a que se tiene la temperatura de ingreso y salida del agua de enfriamiento y la temperatura del reactor que se mantiene constante.

$$LMTD = 10.82^\circ\text{C}$$

Entonces el coeficiente global de transferencia de calor (U) es:

$$U = \frac{5147 \text{ W}}{3.03 \text{ m}^2 * 10.82^\circ\text{C}} = 157 \frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{K}}$$

En la Tabla 3.34 se presentan los parámetros de operación y las dimensiones del serpentín de enfriamiento en el interior del reactor de neutralización. Para la selección del material utilizó una Tabla de resistencia de los materiales a la corrosión misma que se presenta en el Anexo 3.

Tabla 3.34 Parámetros de operación, dimensiones y material de construcción sugerido del serpentín de enfriamiento

Temperatura de ingreso del agua (°C)	20
Temperatura de salida del agua (°C)	35
Diámetro (m)	0,0254
Longitud (m)	38
Velocidad de circulación (m/s)	2
Flujo de agua (m ³ /s)	8,21E-04
Área total (m ²)	3,03
Coefficiente global de transferencia de calor (W/m ² K)	157
Material sugerido	Acero inoxidable SS-316

3.3.3 DIMENSIONAMIENTO DEL TANQUE AGITADO PARA LA DILUCIÓN DEL HIDROXIDO DE SODIO

El dimensionamiento del tanque se realizó una vez conocida la cantidad de hidróxido de sodio al 95.21% que debe ser diluida para la obtención de una solución de hidróxido de sodio 12 N y el volumen de esta solución que debe ingresar al reactor para la producción de acetato de sodio. Al igual que en el reactor de neutralización se tomó un factor de seguridad de 25% (Mott, 2006, p. 397), y por lo tanto el volumen del tanque agitado es:

$$V_{tanque} = 0.119 \text{ m}^3 + 0.25 * 0.119 \text{ m}^3$$

$$V_{tanque} = 0.142 \text{ m}^3$$

En el caso del tanque agitado se tomó la misma relación entre el diámetro y la altura y las dimensiones del tanque se calcularon utilizando la Ecuación [2.16]. Las dimensiones del tanque agitado son:

$$0.142 \text{ m}^3 = \pi * \frac{d_{\text{tanque}}^2}{4} * h_{\text{tanque}}$$

$$d_{\text{tanque}} = 0.45 \text{ m}$$

$$h_{\text{tanque}} = 0.90 \text{ m}$$

En la Tabla 3.35 se presenta un resumen de las dimensiones del tanque y la capacidad total para la dilución de 59.89 kg de hidróxido de sodio 95.21% w/w a una solución de hidróxido de sodio 12 N. En el Anexo 3 se presenta la Tabla A III.1 de resistencia de los materiales a la corrosión utilizada para la selección de acero inoxidable SS-316.

Tabla 3.35 Capacidad, dimensiones del tanque agitado y material de construcción sugerido

Tanque agitado	
Volumen (m ³)	0,142
Relación (altura-diámetro)	2:1
Altura (m)	0,90
Diámetro (m)	0.45
Material sugerido	Acero inoxidable SS-316

3.3.4 DIMENSIONAMIENTO DEL CRISTALIZADOR

El dimensionamiento del cristalizador se lo realizó para la producción de 100 kg de acetato de sodio. Una vez realizado el balance de masa en esta parte del proceso se pudo conocer la masa que pasa desde el reactor hacia el cristalizador, y una vez estimada la cantidad de agua que debe ser evaporada y por unidad másica de cristales producidos se puede realizar el balance de energía y de esta manera dimensionar el serpentín en el cristalizador.

En el balance de masa realizado en proceso se determinó que desde el reactor hacia el cristalizador pasa una cantidad de masa igual a 246,45 kg, corriente conformada principalmente por agua y el acetato de sodio. Dado que la densidad de las soluciones de acetato de sodio varía según Perry (2001) entre 1 g/ml y 1.2 ml, se ha tomado la densidad de la solución que ingresa al cristalizador como si fuese la densidad del agua (1 g/ml), y de esta manera se tiene que el volumen que ingresa al cristalizador es:

$$V_{ingreso} = 246.45kg * \frac{m^3}{1000 kg} = 0,246 m^3$$

Tomando un factor de seguridad del 20 % (Mott, 2006, p. 397), se tiene que el volumen requerido para el cristalizador es:

$$V_{cristalizador} = 0,246 m^3 + 0.20 * (0.246)m^3$$

$$V_{cristalizador} = 0.295 m^3$$

Se seleccionó para la cristalización un cristalizador cilíndrico con fondo cónico. A escala industrial la relación entre la altura del cilindro y la altura del cono que conforman un cristalizador va desde 1:1 a 3:1 respectivamente. Se seleccionó una relación 2:1 ya que es la relación más utilizada a escala industrial. Y al igual que en reactor de neutralización y el tanque agitado se tomó una relación entre la altura total y el diámetro.

El volumen del cristalizador está conformado por la suma del volumen del cilindro y el volumen del cono, por lo cual se tiene que:

$$V_{cristalizador} = V_{cilindro} + V_{cono}$$

Y se ponen todas las relaciones en función del radio del cilindro y se reemplaza en la ecuación del volumen de cristalizador se tiene que:

$$h_{cilindro} = 0.83 m$$

$$h_{cono} = \frac{0.83m}{2} = 0.415 m$$

$$h_{\text{cristalizador}} = 0.83 \text{ m} + 0.415 \text{ m} = 1.245 \text{ m}$$

$$d_{\text{cristalizador}} = \frac{1.245 \text{ m}}{2} = 0.622 \text{ m}$$

En la Tabla 3.36 se presentan las dimensiones del cristalizador para la producción de acetato de sodio. Para la selección del material se ha utilizado la Tabla A III.1 de resistencia de los materiales a la corrosión que se presenta en el Anexo 3. Una vez que se han calculado las dimensiones y la capacidad del cristalizador se procedió a realizar un balance de energía, con la finalidad de determinar los parámetros de operación y las dimensiones del sistema de calentamiento seleccionado para la cristalización del acetato de sodio.

Tabla 3.36 Capacidad, dimensiones y material de construcción sugerido del cristalizador

Volumen (m ³)	0,295
Relación (altura-diámetro)	2:1
Altura (m)	1,245
Diámetro (m)	0,622
Relación (alt. cilíndrica-alt. cónica)	2:1
Altura cilíndrica (m)	0,83
Altura cónica (m)	0,415
Material sugerido	Acero inoxidable SS-304

La cantidad de solvente a evaporar por unidad másica (kg) de producto cristalizado (con una humedad del 6%) es 1.21 kg de solvente. Por lo tanto si la cantidad de producto final de acuerdo al balance de masa realizado es 114.91 kg (100 kg de acetato de sodio, 8.41 kg de hidróxido de sodio no reaccionado y 6.5 kg de agua) la cantidad de solvente a evaporar es:

$$114.91 \text{ kg Producto} * \frac{1.21 \text{ kg de solvente}}{\text{kg de Producto}} = 139.1 \text{ kg de solvente a evaporar}$$

Esta cifra se ha calculado empleando el valor experimental de la cantidad de solvente evaporado y se aproxima mucho al valor que se obtuvo mediante el balance de masa (141.54 kg de agua y ácido acético no reaccionado). Utilizando el valor experimental en la Ecuación [3.10] y, conociendo que el gradiente de

temperatura es 50°C (la temperatura de salida del reactor es 40°C y la temperatura de cristalización es 90°C) se tiene que:

$$Q_{requerido} = 139.1 \text{ kg} * 4180 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}} * 50^\circ\text{C} + 139.1 \text{ kg} * 2.25\text{E} 06 \frac{\text{J}}{\text{kg}}$$

$$Q_{requerido} = 3,42\text{E} 08 \text{ J}$$

Si el tiempo de operación del cristizador se lo estimó en 48 min (2880 s) se tiene, el flujo de calor requerido en la evaporación del solvente es:

$$\dot{Q}_{requerido} = \frac{3,42\text{E} 08 \text{ J}}{2880 \text{ s}} = 118750 \frac{\text{J}}{\text{s}} = 118,750 \text{ kW}$$

Por el serpentín de calentamiento circulará vapor de agua saturado a 160 °C y las propiedades del mismo se presentan en la Tabla 3.37.

Tabla 3.37 Propiedades del vapor de agua saturado a 160 °C

Temperatura (°C)*	160
Presión (atm)*	5,975
Calor latente (J/kg)*	2,08E+06
Densidad de vapor (kg/m)*	3,256
Entalpía del vapor saturado (J/kg)*	2,76E+06
Entalpía del líquido saturado (J/kg)*	6,80E+05

*(Perry, 2001, p. 3-281)

Con el flujo de calor ya calculado y las propiedades del vapor saturado descritas en la Tabla 3.37 se puede calcular el flujo másico de vapor requerido para la cristalización a partir de la Ecuación [3.14].

$$\dot{Q}_{requerido} = \dot{m}_{vapor} * \gamma_{vapor} \quad [3.14]$$

Donde:

\dot{m}_{vapor} : flujo másico de vapor requerido

γ_{vapor} : calor latente del vapor a la temperatura establecida

Y se tiene que:

$$\dot{m}_{Vapor} = 0.057 \frac{kg}{s}$$

Y si el flujo volumétrico de vapor requerido es:

$$F_{Vapor} = 0.057 \frac{kg}{s} * \frac{m^3}{3.256 kg} = 0.0175 \frac{m^3}{s}$$

La velocidad recomendada en Peter y Timmerhaus (1991) para la circulación de vapor de agua en tuberías y serpentines está en el rango de 8 a 20 m/s. Para el cálculo del diámetro del serpentín se ha considerado una velocidad de circulación de vapor de 15 m/s. El área de transferencia y el diámetro de la tubería se han calculado utilizando las Ecuaciones [3.2] y [3.3] respectivamente.

$$A_{Circulación} = \frac{0.0175 \frac{m^3}{s}}{15 \frac{m}{s}} = 1.166E - 03 m^2$$

$$d_{Serpentín} = 0.038 m = 3.8 cm \sim 1.5 pulgadas$$

El serpentín colocado en el interior del cristizador para la circulación del vapor tiene una forma homóloga a un cilindro. La altura del serpentín en forma de cilindro es 0.88 m, el diámetro 0.32 m y su cálculo se describe a continuación.

La altura del cilindro se ha considerado desde la mitad del fondo en forma de cono hasta la altura alcanzada por la solución de acetato de sodio en el cristizador. Y se tiene que la altura del serpentín es:

$$V_{ingreso} = V_{cono} + V_{cilindro}^*$$

Donde:

$V_{cilindro}^*$: volumen ocupado en el parte cilíndrica del cristizador

$$V_{cilindro}^* = 0.204 m^3$$

Y se tiene que:

$$0.204 m^3 = \frac{\pi * d_{cristalizador}^2}{4} * h_{cilindro}^*$$

Donde:

$h_{cilindro}^*$: altura del cilindro ocupada por la solución

$$h_{cilindro}^* = 0.671 \text{ m}$$

Y si la altura del serpentín en forma de cilindro es la suma de la altura ocupada en la forma cilíndrica del cristalizador y la mitad de la altura de la forma cónica del cristalizador se tiene que:

$$h_{serpentín} = 0.671 \text{ m} + \frac{0.415 \text{ m}}{2} = 0.88 \text{ m}$$

El diámetro del serpentín en forma de cilindro se la calculó por semejanza de triángulos como se indica en la Figura 3.8.

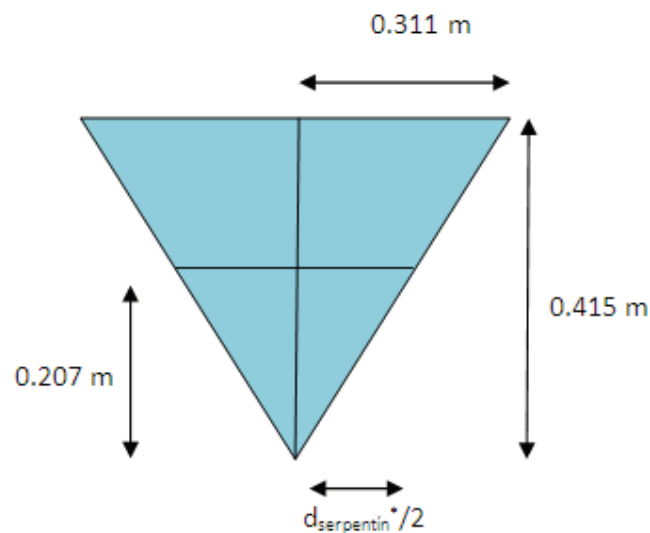


Figura 3. 8 Semejanza de triángulos para el cálculo del diámetro de serpentín de forma cilíndrica

Empelando la semejanza de triángulos descrita en la Figura 3.6 se tiene que el diámetro del serpentín de forma cilíndrica es:

$$\frac{0.311 \text{ m}}{d_{serpentín}^*/2} = \frac{0.415 \text{ m}}{0.207 \text{ m}}$$

$$d_{serpentín}^* = 0.16 \text{ m} * 2 = 0.32 \text{ m}$$

El número de vueltas que debe tener el serpentín se lo puedo calcular dado que, se tiene ya la altura y el diámetro del serpentín. En este caso se consideró un serpentín sin espaciamento entre vueltas.

$$N = \frac{0.88 \text{ m}}{0.0381 \text{ m}} = 23$$

La longitud del serpentín se la calculó utilizando el número de vueltas, el diámetro del serpentín en forma cilíndrica y teniendo en cuenta que el serpentín debe tener la salida de vapor ubicada a la misma altura que la entrada es decir, se debe sumar la altura del serpentín.

$$L_{\text{serpentín}} = 24 \text{ m}$$

Y utilizando la Ecuación [3.4] se calculó el área de transferencia entre el serpentín y la solución en el interior del cristizador como se muestra a continuación:

$$A_{\text{Total}} = 24.12 \text{ m}^2$$

El coeficiente global de transferencia de calor (U) está en el orden de los 3000 J/m²s°K cuando se emplean serpentines de circulación de vapor sumergidos en soluciones acuosas a ser concentradas. Para la selección del material se ha utilizado la Tabla A III.1 de resistencia de los materiales a la corrosión que se presenta en el Anexo 3.

Tabla 3.38 Parámetros de operación, dimensiones y material de construcción sugerido del serpentín de calentamiento en el cristizador

Diámetro (m)	0,038
Longitud (m)	24,12
Velocidad de circulación (m/s)	20
Flujo de vapor (m ³ /s)	0,0175
Área total (m ²)	24
Material sugerido	Acero inoxidable SS-304

3.3.5 EQUIPOS AUXILIARES

Como en todo proceso industrial se requiere no solo los equipos principales que ya se han dimensionado (tanque agitado, reactor y cristalizador) sino también equipos auxiliares. El equipo más importante que se ha considerado es el caldero debido a que, se requiere el vapor saturado para la cristalización del acetato de sodio. Se requiere también tres bombas: para el llenado del tanque agitado, para el llenado del reactor y para llevar la solución de acetato de sodio hacia el cristalizador. Además dos agitadores: para el tanque agitado y para el reactor de neutralización. Y finalmente se requiere un agitador-homogenizador en el cristalizador que permita no solo agitar, sino también homogenizar el producto final. En la Tabla 3.49 se presentan los equipos auxiliares requeridos para el proceso industrial diseñado.

Tabla 3.39 Equipo auxiliar requerido para el proceso

Equipo	Cantidad
Caldero Piro tubular	1
Bomba centrifuga	3
Agitador industrial	2
Agitador-Homogenizador	1

En la Figura 3.9 se puede observar el diagrama PDF del proceso de producción de acetato de sodio en el cual se incluye el equipo dimensionado y el equipo auxiliar seleccionado.

Las características del equipo auxiliar se presentan en los Anexos X, XI, XIII y XIV.

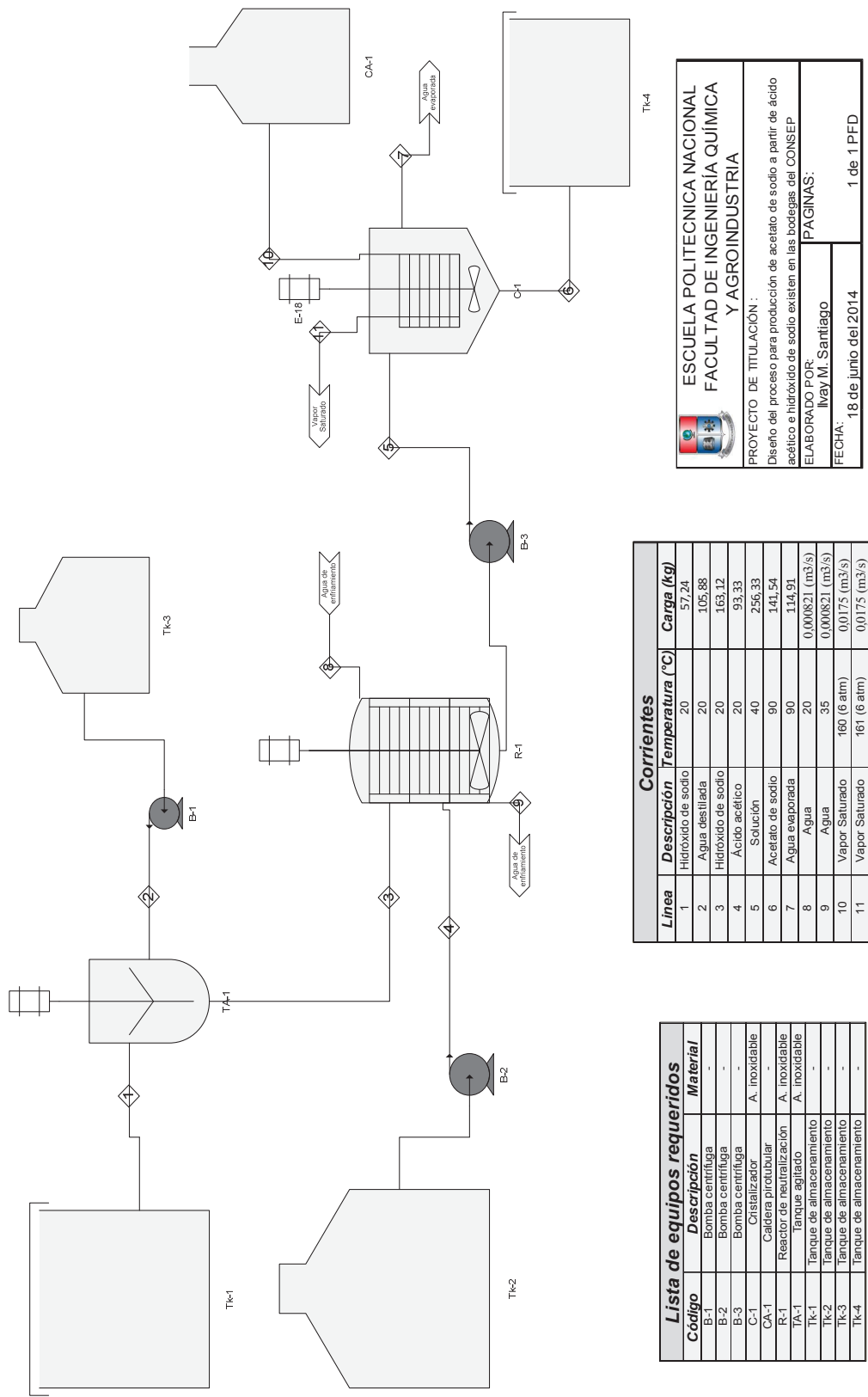


Figura 3. 9 Diagrama PFD del proceso de producción de acetato de sodio

3.3.6 CONTROL E INSTRUMENTACIÓN DE PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ACETATO DE SODIO

La necesidad de determinar la instrumentación y el control requerido para el proceso diseñado radica en el funcionamiento óptimo y seguro del proceso.

Se definieron las variables del proceso que requieren ser controladas para la operación del proceso según ha sido diseñado así como, las variables que requieren ser manipuladas (y que fueron manipuladas durante la experimentación). Además existen parámetros que no requieren control pero si una medición para garantizar que el proceso se está dando según se ha establecido.

En la Tabla 3.40 se presentan las variables controladas y la variable manipulada asociada a la misma.

Tabla 3.40 Variables controladas y manipuladas en el proceso de producción de acetato de sodio

Variable controlada	Variable manipulada
Temperatura de operación del reactor	Flujo de agua de enfriamiento
Temperatura de operación del cristalizador	Flujo de vapor saturado

En la Tabla 3.41 se presentan los parámetros sujetos a medición, pero no ha control durante el proceso de producción de acetato de sodio,

Tabla 3.41 Parámetros a ser medidos durante el proceso de producción de acetato de sodio

Parámetros a ser medidos
Nivel en el tanque agitado
Nivel en el reactor de neutralización
Nivel en el cristalizador
pH en el reactor de neutralización
TDS en el cristalizador

El control en el reactor de neutralización se lo realizará mediante un lazo de control cerrado, ya que la temperatura que registre el sensor en el reactor será comparada

con un setpoint (40°C) y de existir alguna desviación en la medida que registre el sensor, se generará una acción dirigida a corregir esta desviación a través el aumento o reducción del flujo de agua que circula por el serpentín de enfriamiento. Situación similar es la que ocurre con la temperatura de cristalización ya que, el setpoint es 90°C y si, el sensor registrase alguna desviación de este valor puede ser corregido mediante la regulación del flujo de vapor saturado que circula por el interior del serpentín de calentamiento. En la Tabla 3.42 se presentan los elementos de control seleccionados para cada uno de los equipos.

Tabla 3.42 Elementos de control para el serpentín de enfriamiento y calentamiento

Elemento de control / Equipo	Serpentín en el reactor de Neutralización	Serpentín en el cristalizador
Sensor	Termocupla	Termocupla
Controlador	Proporcional integral derivativo (PID)	Proporcional integral derivativo (PID)
Actuador	Electro-Hidráulico	Electro-Hidráulico
Corrector	Válvula de diafragma	Válvula de globo

Se ha seleccionado una termocupla como sensor de temperatura al interior del reactor y del cristalizador ya que es, el elemento de medición de temperatura más utilizado a escala industrial y presenta gran versatilidad, disponibilidad y rango de precios de acuerdo al fabricante y sensibilidad. El control proporcional integral derivativo se lo seleccionó debido a su funcionamiento simple dado que, lo que se está controlando son procesos relativamente sencillos. Si bien los actuadores electro-hidráulicos tienen un costo más elevado que los hidráulicos o neumáticos, se seleccionaron debido a que son los más eficientes, presentan una respuesta más rápida y además no necesitan una fuente de aire a diferencia de los actuadores neumáticos. Finalmente las válvulas se seleccionaron de acuerdo al tipo de fluido que viaja por el interior de cada uno de los serpentines. En el caso del vapor saturado la válvula más utilizada en la industria es la válvula de globo debido a su excelente regulación de flujo y buen aislamiento. La válvula de diafragma se seleccionó para el control de flujo del agua de enfriamiento en el serpentín del

reactor debido a que al transportarse agua en rango de temperatura ambiente no requiere mayor aislamiento ni regulación de flujo particularmente de cuidado, como en el caso del vapor saturado. En la Tabla 3.43 se presentan las principales especificaciones técnicas de cada uno de los elementos de control descritos en la Tabla 3.41.

Tabla 3.43 Especificaciones técnicas de los elementos de control

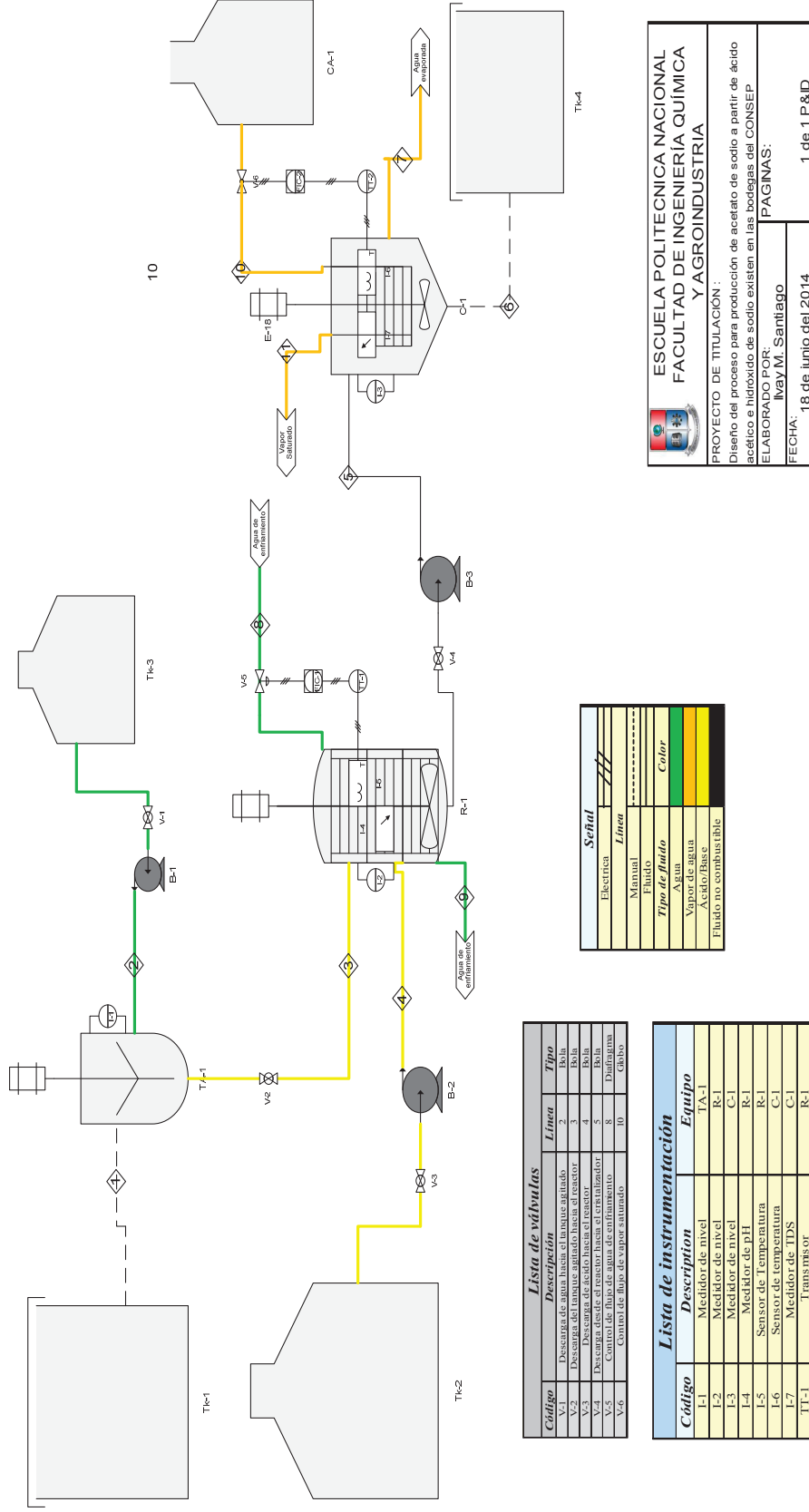
Elemento	Rango	Exactitud	Composición química	Marca
Termocupla	0°C-1250°C	±2.2 °C	Cromel(+)-Alumel(-)	Logicbus
Elemento	SetPoint	Tiempo de muestreo	Método de control	Marca
Controlador PID	Programable	100 ms (entrada analógica)	ON/OFF, PID avanzado	Omrom
Elemento	Empuje	Modulación	Suministro eléctrico	Marca
Actuador electro-hidráulico	Lineal	Configuración con doble efecto	Trifásico, monofásico o corriente continua de 24 V	Skilmatic
Elemento	Material	Disponibilidad de tamaños	Temperatura de operación	Marca
Válvula de diafragma	Acero inoxidable	DN 8- DN 150	Hasta 180 °C	Gemu
Elemento	Material	Disponibilidad de tamaños	Rango de operación	Marca
Válvula de globo	Acero inoxidable	1/2 “ – 48 “	100 °C-250 °C	Spirax Sarco

En la Tabla 3.44 se presentan los instrumentos seleccionados para la medición de los parámetros que requieren medición pero no control en el proceso de producción de acetato de sodio.

Tabla 3.44 Instrumentos requeridos para la medición nivel, pH y TDS en el proceso de producción de acetato de sodio

Parámetro	Instrumento	Tipo	Medición
Nivel en el tanque	Medidor de nivel	Capacitivo	Nivel de sólidos o líquidos
Nivel en el reactor	Medidor de nivel	Capacitivo	Nivel de sólidos o líquidos
Nivel en el cristalizador	Medidor de nivel	Capacitivo	Nivel de sólidos o líquidos
pH en el reactor	Phmetro	Inductivo	pH y regulación REDOX
TDS en el cristalizador	Conductivímetro	Inductivo	Conductividad, salinidad y TDS

En la Figura 3.10 se puede observar el diagrama P&ID del proceso de producción de acetato de sodio en el cual se ha incluido el equipo de producción principal, el equipo auxiliar requerido y la instrumentación que el proceso requiere para su operación eficiente y segura.



Lista de válvulas

Código	Descripción	Línea	Tipo
V-1	Descarga de vapor agitado	2	Bola
V-2	Descarga del líquido agitado hacia el reactor	3	Bola
V-3	Descarga de ácido hacia el reactor	4	Bola
V-4	Descarga desde el reactor hacia el cristalizador	5	Bola
V-5	Control de flujo de agua de enfriamiento	8	Difragma
V-6	Control de flujo de vapor agitado	10	Control

Lista de instrumentación

Código	Descripción	Equipo
I-1	Medidor de nivel	TA-1
I-2	Medidor de nivel	R-1
I-3	Medidor de nivel	C-1
I-4	Medidor de pH	R-1
I-5	Sensor de Temperatura	R-1
I-6	Sensor de temperatura	C-1
I-7	Medidor de TDS	C-1
TI-1	Transmisor	R-1
TI-2	Transmisor	C-1
FIC-1	Controlador de flujo	R-1
FIC-2	Controlador de flujo	TA-1

Señal
Eléctrica
Manual
Fluido
Tipo de fluido
Vapor de agua
Agua
Ácido/Base
Fluido no combustible
Color
Verde
Amarillo
Naranja
Rojo
Púrpura
Blanco
Grigio
Negro


	
ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA	
PROYECTO DE TITULACIÓN : Diseño del proceso para producción de acetato de sodio a partir de ácido acético e hidróxido de sodio existen en las bodegas del CONSEP.	
ELABORADO POR: Ivay M. Santiago	
PÁGINAS:	
FECHA: 18 de junio del 2014	1 de 1 P&ID

Figura 3. 10 Diagrama P&ID del proceso de producción de acetato de sodio

3.4 CARACTERIZACIÓN DEL ACETATO DE SODIO OBTENDIDO EXPERIMENTALMENTE

3.4.1 DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD DEL ACETATO DE SODIO

La humedad del acetato de sodio obtenido luego de la reacción de neutralización y la cristalización fue el primer paso en la caracterización del producto.

Utilizando la primera muestra se determinó una humedad promedio de 6.186 % y una desviación estándar de 0.04% entre los valores de humedad obtenidos, lo cual garantizó la poca dispersión entre datos experimentales. En la Tabla 3.45 se presentan los resultados obtenidos y la humedad calculada a partir de estos valores utilizando la muestra número 1.

Tabla 3.45 Resultados de las pruebas para la determinación de la humedad en la muestra 1

Muestra 1				
Prueba No.	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Diferencia (g)	Humedad (%)
1	20,06	18,81	1,25	6,23
2	20,04	18,80	1,23	6,14
3	20,04	18,80	1,24	6,18
4	20,03	18,78	1,24	6,23
5	20,05	18,81	1,23	6,15
Promedio				6,18
Des. Estándar				0,04

En el caso de la segunda muestra la humedad promedio es 6.20 % y una desviación estándar de 0.054% entre los valores de humedad obtenidos. La desviación es más alta que en caso anterior pero aun así permite asumir que los resultados de los ensayos son válidos. En la Tabla 3.46 se presentan los resultados obtenidos y la humedad calculada a partir de estos valores utilizando la muestra número 2.

Tabla 3.46 Resultados de las pruebas para la determinación de la humedad en la muestra 2

Muestra 2				
Prueba No.	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Diferencia (g)	Humedad (%)
1	20,03	18,79	1,23	6,19
2	20,04	18,80	1,24	6,21
3	20,03	18,80	1,22	6,12
4	20,05	18,80	1,25	6,26
5	20,04	18,80	1,24	6,23
Promedio				6,20
Des. Estándar				0,054

Cuando se utilizó la muestra número 3 se obtuvo una humedad promedio de 6.21 % y una desviación estándar de 0.039% entre los valores de humedad obtenidos. En este caso se tiene la dispersión más baja de datos experimentales respecto a la media. En la Tabla 3.47 se presentan los resultados obtenidos y la humedad calculada a partir de estos valores utilizando la muestra número 3.

Tabla 3.47 Resultados de las pruebas para la determinación de la humedad en la muestra

3

Muestra 3				
Prueba No.	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Diferencia (g)	Humedad (%)
1	20,05	18,81	1,25	6,25
2	20,03	18,79	1,24	6,12
3	20,05	18,81	1,24	6,18
4	20,06	18,80	1,25	6,27
5	20,05	18,80	1,24	6,10
Promedio				6,21
Des. Estándar				0,039

En la Tabla 3.48 se presenta la humedad promedio del acetato de sodio obtenido experimentalmente y la desviación estándar entre las tres humedades

determinadas empleando tres muestras diferentes. La desviación estándar es 0.013% y permite comprobar la similitud entre el resultado de los tres ensayos realizados. La humedad del producto final es 6.19% y para los cálculos realizados en el balance masa del proceso en el numeral [3.3.1] la humedad se aproximó al 6 % en peso.

Tabla 3.48 Humedad del acetato de sodio obtenido experimentalmente mediante el proceso diseñado

Muestra No.	Humedad (%)
1	6,18
2	6,20
3	6,21
Promedio	6,19
Des. Estándar	0,013

3.4.2 IDENTIFICACIÓN DEL ACETATO DE SODIO OBTENIDO EXPERIMENTALMENTE POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJOS

La obtención del espectro infrarrojo del acetato de sodio obtenido mediante el proceso diseñado fue de vital importancia a fin de comprobar que efectivamente el producto obtenido es acetato de sodio.

Se empleó para esta finalidad un patrón de acetato comercial para realizar una comparación entre ambos espectros. En la Figura 3.9 se presenta el espectro infrarrojo del acetato de sodio obtenido experimentalmente.

Date: 14/05/2014

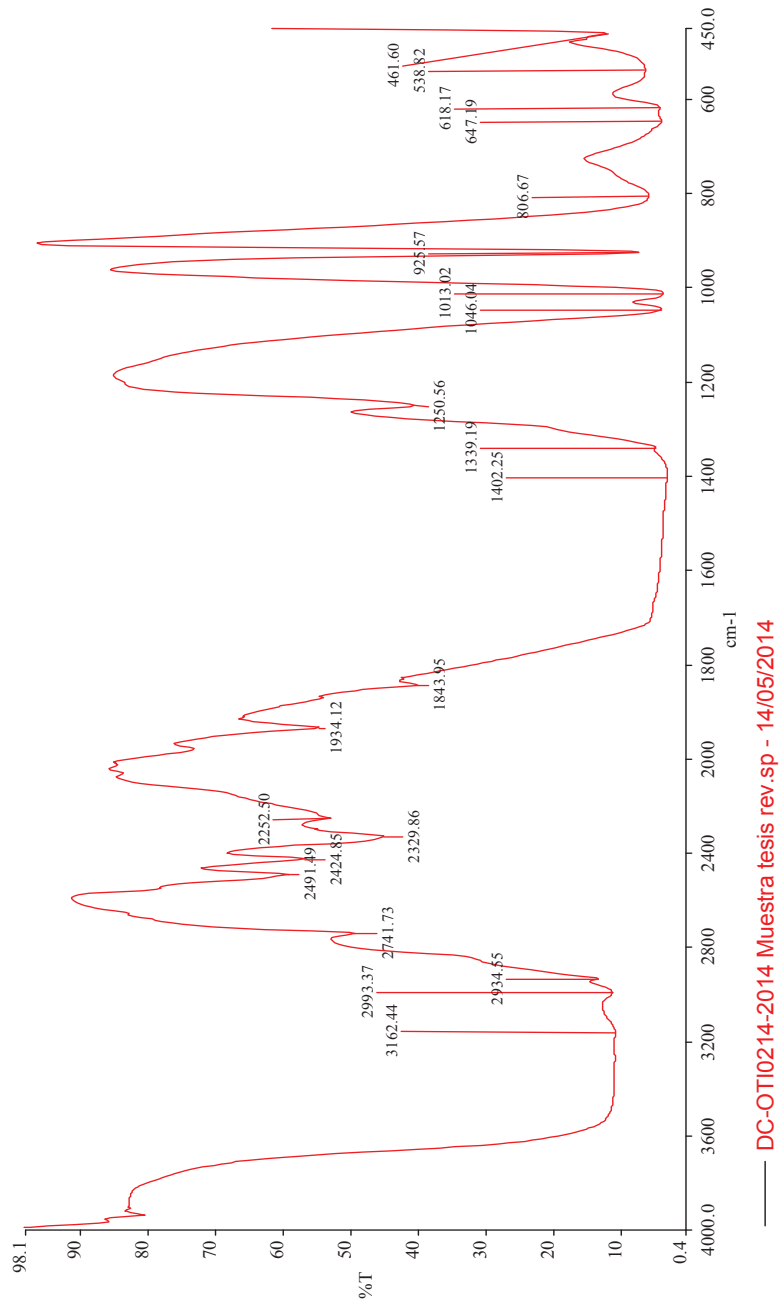


Figura 3. 11 Espectro infrarrojo del acetato de sodio obtenido experimentalmente

— DC-OT10214-2014 Muestra tesis rev.sp - 14/05/2014

Date: 14/05/2014

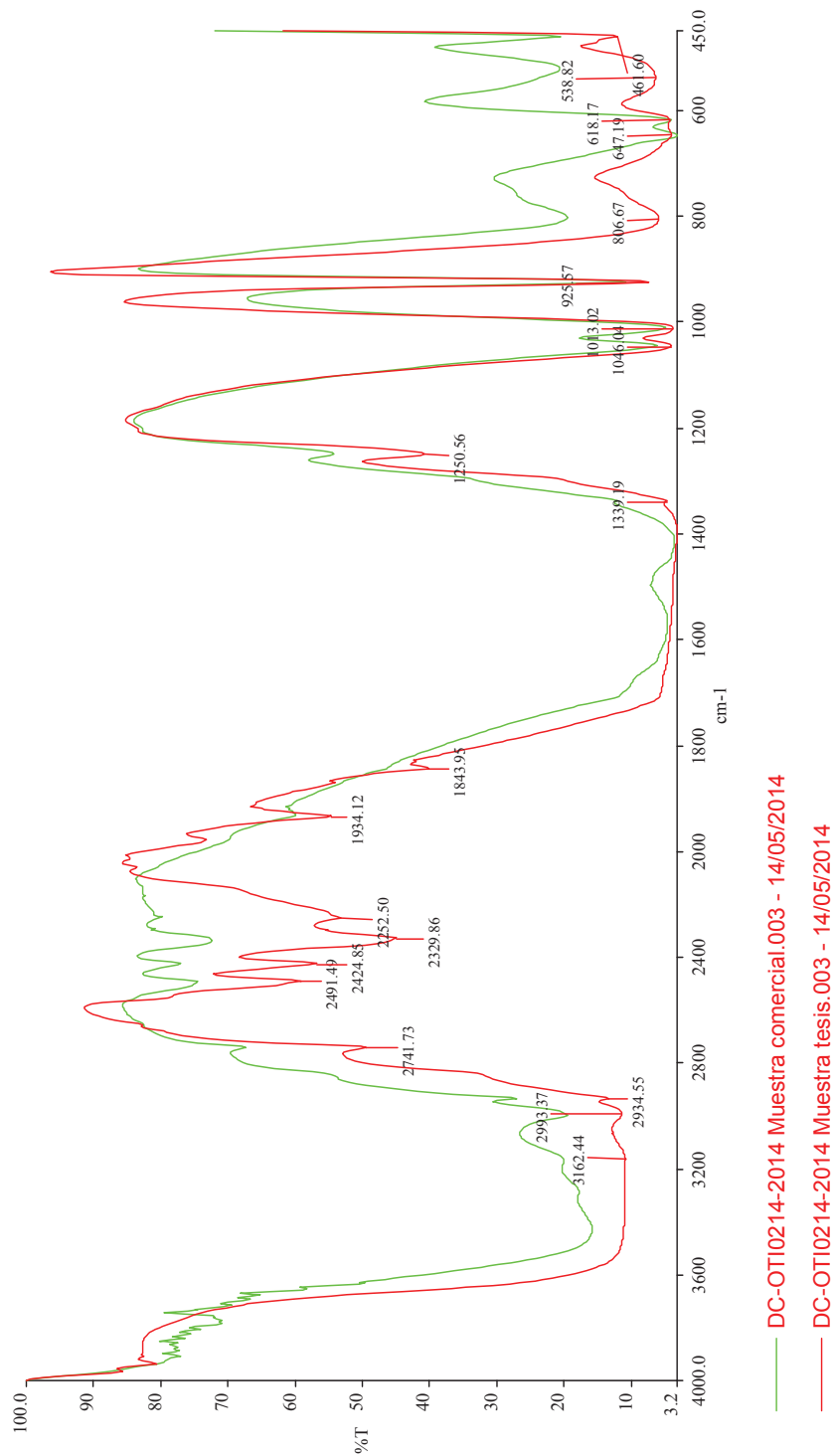


Figura 3. 12 Comparación del espectro infrarrojo del acetato de sodio comercial y al acetato de sodio obtenido experimentalmente

Como se puede observar en la Figura 3.10 existe una coincidencia entre las bandas de ambos espectros en el infrarrojo medio ($4000-400\text{ cm}^{-1}$). La coincidencia más clara se observa en las bandas que se ubican en una longitud de onda entre 1400 y 800 cm^{-1} . La diferencia entre la intensidad de las bandas entre una longitud de onda de 2800 y 1600 cm^{-1} se debe a las pequeñas cantidades de muestra requeridas para la preparación de las pastillas (del orden de los mg) y a la alta sensibilidad del equipo utilizado. Además es pertinente mencionar que la muestra de acetato de sodio obtenida experimentalmente contiene una parte de hidróxido de sodio cristalizado y la muestra de acetato de sodio comercial es prácticamente libre de impurezas.

3.4.3 DETERMINACIÓN DEL pH DE UNA SOLUCIÓN DEL 1% DE ACETATO DE SODIO ANHIDRO

Se realizaron pruebas para la medición del pH de la solución de acetato de sodio obtenido experimentalmente y se empleó para la comparación una solución de acetato de sodio comercial, mismo acetato de sodio comercial que se empleó en la espectrofotometría de infrarrojos. Los resultados obtenidos en las 5 pruebas realizadas se presentan en la Tabla 3.49.

Tabla 3.49 Comparación entre el pH de la solución al 1% de acetato de sodio obtenido experimentalmente y acetato de sodio comercial

Solución estándar y solución experimental: 1% w/w			
Prueba No.	pH Sol. Estándar	pH Sol. Experimental	Diferencia
1	8,19	8,40	0,21
2	8,20	8,35	0,15
3	8,20	8,37	0,17
4	8,19	8,40	0,21
5	8,19	8,41	0,22
	Promedio	8,38	0,19
	Des. Estándar	0,025	0,030

Como se puede observar se tiene un pH promedio de las soluciones experimentales de 8.38 y una desviación estándar entre los valores obtenidos de 0.025, mientras

que el promedio de la diferencia entre los valores experimentales y los valores de pH empleando las soluciones estándar es de 0.19 y la desviación estándar entre las diferencias es de 0.03. Estos resultados nos indican que efectivamente el producto obtenido es acetato de sodio y por lo tanto el proceso diseñado es el adecuado y puede ser implementado. La desviación estándar es baja y permite asumir que los resultados obtenidos de los ensayos tiene una dispersión baja entre sí y por lo tanto son válidos.

3.5 EVALUACIÓN DEL COSTO ECONÓMICO DEL PROYECTO

La evaluación del costo económico del proyecto se realizó con base en el balance de masa y energía del proceso diseñado. De igual manera se tomaron en cuenta los costos de los equipos de producción requeridos y que ya fueron dimensionados y además otros rubros como: mano de obra, servicios industriales, etc.

Se estimó que el costo de los equipos dimensionados (tanque, reactor y cristalizador) y de equipos auxiliares (bombas, caldero, agitadores) es 10911,00 USD. Este costo se lo obtuvo buscando equipos que se ofertan en el mercado nacional e internacional teniendo en cuenta el material del equipo y la capacidad. En la mayoría de casos se ofertan equipos de una capacidad mínima y una capacidad máxima por lo que, fue necesario realizar interpolaciones para obtener el costo aproximado de los equipos. No se consideró el costo de tanques para la recepción y almacenamiento del ácido acético e hidróxido de sodio debido a que este concepto no está incluido en el proceso de producción y será netamente decisión del CONSEP si se cambia la recepción y almacenamiento de los precursores químicos incautados o se mantiene la forma actual de hacerlo.

En el caso del tanque requerido para la disolución de acetato de sodio se puso mayor énfasis en la búsqueda de la capacidad y el material del mismo, ya que como se indicó en el dimensionamiento de los equipos, pocos son los materiales que resisten efectivamente el ataque químico de bases concentradas. La capacidad de este tanque es de 140 L aproximadamente, el material de construcción es acero

inoxidable 304 y tiene una forma cilíndrica-vertical. Una descripción más detallada del equipo se presenta en el Anexo VIII.

El reactor de neutralización seleccionado incluye un sistema de enfriamiento y/o calentamiento mismo que, puede ser una chaqueta en el exterior del reactor o un serpentín (sistema que fue seleccionado y dimensionado para el proceso de obtención diseñado) en el interior del reactor. Se debe realizar una especificación del sistema de enfriamiento que se requiere y las características del mismo. Además el reactor ya incluye un sistema de agitación.

La capacidad del reactor es 250 L aproximadamente, el material de construcción puede ser acero inoxidable 304 o 316 y tiene una forma cilíndrica- vertical. Una descripción más detallada del equipo seleccionado se presenta en el Anexo VII. El cristalizador tiene una capacidad de 295 l, tiene una forma cilíndrica-vertical con el fondo cónico (como se realizó el dimensionamiento) y el material de construcción es acero inoxidable 304.

Se buscó en el mercado la oferta de equipos de este tipo que incluyan sistemas de calentamiento a través de serpentines de calentamiento, pero ante la inexistencia de uno, se optó por buscar un serpentín que se ajuste al dimensionamiento realizado. Una descripción más detallada del equipo seleccionado se presenta en el Anexo IX y XIV.

En cuanto al equipos auxiliar que se ha considerado dentro del diseño se encuentran dos bombas centrifugas, un caldero pirotubular a diésel, un agitador industrial para el tanque agitado y un agitador-homogenizador de fondo para el cristalizador.

Adicionalmente se consideró un serpentín para ser instalado en el interior del cristalizador y a través del cual circulará el vapor. En los Anexos X, XI, XII y XIII se encuentra detallada la información de estos equipos.

A partir del costo del equipo principal y el equipo auxiliar considerado se estimó el rubro general referente a la maquinaria y equipo de producción.

Tabla 3.50 Costo de maquinarias y equipo de producción

<u>MAQUINARIA, EQUIPO E INSTALACIÓN</u>		
DENOMINACIÓN	Valor (USD)	Fracción costo equipos
Equipo de producción	10911,00	1,00
Instrumentación	1418,43	0,13
Instalación de los equipos	4255,29	0,39
Tuberías	3382,41	0,31
Instalación de servicios	1091,10	0,10
<u>TOTAL</u>	21058,23	1,93

En la estimación del costo de maquinarias y equipo de producción se consideró un factor de 0,39 para instalación de los equipos (principal u auxiliar), un factor de 0,13 sobre para la instrumentación requerida (y que fue detallada anteriormente), un factor de 0,31 para las tuberías y un factor 0,1 para la instalación de servicios (agua potable y energía eléctrica). Todos los factores fueron tomados sobre el costo del equipo de producción y el costo obtenido de maquinaria y equipo producción es 21058.23 USD. La obtención de este valor se detalla en la Tabla 3.50. El rubro de otros activos se encuentra detallado en la Tabla 3.51, en el cual se han considerado los costos de talleres, repuestos y accesorios. Para cada uno de estos conceptos, como se puede observar en la tabla, se ha considerado un factor de 0.025 sobre el costo de los equipos de producción. El costo de otros activos es de 545,55 USD.

Tabla 3.51 Costo de otros activos

<u>OTROS ACTIVOS</u>	
DENOMINACIÓN	(USD)
Talleres	272,77
Repuestos	272,77
<u>TOTAL</u>	545,55

Una vez que se han obtenido los costos de todos los activos involucrados en el proceso se calculó la inversión fija requerida, misma que se presenta en la Tabla 3.52 y es 22683,97 USD. Entre los activos requeridos para el proceso de

producción de acetato de sodio no se han considerado los costos de un terreno e infraestructura requerida debido a que el CONSEP ya posee estos activos en los cuales se puede implementar este proyecto. Las bodegas del CONSEP además se encuentran en una zona industrial de la ciudad de Quito y es altamente recomendable implementar el proyecto en las mismas ya que esto además eliminaría un costo adicional por transporte de los precursores químicos considerados en el proyecto. Como en todo proyecto se ha considerado un rubro para imprevistos a la inversión fija de 0,05 sobre la misma.

Tabla 3.52 Costo total de inversión fija

<u>INVERSIÓN FIJA</u>		
	Valor (USD)	Porcentaje del costo (%)
Maquinaria y equipo	21058,23	92,83%
Otros activos	545,55	2,41%
<u>SUBTOTAL</u>	21603,78	95,24%
Imprevistos	1080,189	4,76%
<u>TOTAL</u>	22683,969	100%

En la estimación del costo de los materiales directos de producción se ha considerado únicamente el del agua requerida para la formulación de la solución de hidróxido de sodio hasta la concentración establecida para el proceso.

El costo del ácido acético y el costo del hidróxido de sodio es 0.00 USD debido a que ambos reactivos provienen de incautaciones y por lo tanto no tienen valor comercial y no representan ningún gasto para el CONSEP. En la Tabla 3.52 se puede observar el costo de materiales directos empleados en el proceso de producción de acetato de sodio así como, el valor de cada uno de ellos.

Tabla 3.53 Costo para materiales directos empleados en el proceso

<u>MATERIALES DIRECTOS</u>			
DENOMINACIÓN	Cantidad (kg)	Valor (USD)	Valor Total (USD)
Ácido acético	881,45	0	0

Tabla 3.53 Costo para materiales directos empleados en el proceso (continuación...)

Hidróxido de sodio	1267,40	0	0
Agua destilada	2,34E+03	7,20E-04	1,69
<u>TOTAL</u>			1,69

En la Tabla 3.54 se presenta el costo relacionado a la mano de obra que se requiere. Para el proceso que se ha considerado suficiente con una persona debido a que se trata de un proceso batch. El costo de mano de obra directa es 318.00 USD.

Tabla 3.54 Costo de mano de obra directa

<u>MANO DE OBRA DIRECTA</u>			
DENOMINACIÓN	Fracción (%)	Sueldo mensual (USD)	Total (USD)
Semi-calificados	100,00	318,00	318,00
<u>TOTAL</u>			318,00

La carga fabril relacionada al proyecto se la estimó considerando los siguientes rubros: materiales indirectos, depreciación de la maquinaria y equipos, suministros, reparaciones y mantenimiento y seguros e imprevistos.

En la Tabla 3.55 se puede el desglose del costo de los dos primeros rubros: materiales indirectos y la depreciación de la maquinaria y los equipos.

El costo de los materiales indirectos es 50 y conciernen a la adquisición de un millar de fundas plásticas que servirán para el empaclado y almacenamiento del producto obtenido y la depreciación anual es 1145.66 USD y es un valor concerniente al valor comercial que pierde de año a año la maquinaria y el equipo de producción.

Tabla 3.55 Costo de materiales indirectos y depreciación anual

<u>MATERIALES INDIRECTOS</u>			
DENOMINACIÓN	Cantidad (unidad)	Costo unitario (USD)	Costo Total (USD)
Fundas PP 45 kg	1000	0,05	50
<u>TOTAL</u>			

Tabla 3.55 Costo de materiales indirectos y depreciación anual (continuación...)

DEPRECIACIÓN			
CONCEPTO	Vida Útil (años)	Costo (USD)	Valor anual (USD)
Maquinaria y equipo	10	10911,00	1091,10
Talleres	10	272,78	27,28
Repuestos y accesorio	10	272,78	27,28
TOTAL			1145,66

En el rubro de suministros se consideró todo lo relacionado a servicios industriales, que para el caso son: energía eléctrica, agua potable, lubricantes y el diésel requerido para la producción de vapor. En la Tabla 3.56 se presentan todos los equipos que tienen un consumo significativo de energía eléctrica, la potencia de cada uno de ellos, el tiempo que se usa en cada carga, el tiempo que se sería necesario su funcionamiento para procesar toda la cantidad de ácido acético e hidróxido de sodio almacenado y el consumo total de energía eléctrica en kW-h.

Tabla 3.56 Consumo energético de los equipos de producción

Equipo	Tiempo/carga (h)	Tiempo total (h)	Potencia (KW)	Consumo Energético (kW-h)
Agitador-Reactor	0,20	20	4,00	7,60
Agitador-Tanque	0,20	20	4,00	7,60
Homogenizador	0,80	80	4,00	30,20
Bomba #1	0,05	0,5	1,50	0,71
Bomba #2	0,05	0,5	1,50	0,71
TOTAL				46,75

En la Tabla 3.57 se presenta el costo total de los suministros requeridos, mismo que da 281.62 USD, teniendo en cuenta el consumo de energía eléctrica es 46.75 kW-h, el consumo de agua potable es 2.34 m³, un rubro destinado a lubricantes y además que se requieren 77,92 gal de diésel para proveer todo el vapor que el proceso demanda en la cristalización del acetato de sodio.

Además se detalla el valor unitario (para el caso del diésel se ha tomado el valor para el sector industrial) y el valor total para cada uno de ellos. En la misma tabla se detalla el costo de las reparaciones y mantenimiento de la maquinaria y los equipos de producción, considerando un factor de 0.05 sobre el valor de los mismos.

Tabla 3.57 Carga fabril por suministros, reparaciones y mantenimiento

<u>SUMINISTROS</u>			
CONCEPTO	Cantidad	Valor unitario (USD)	Valor Total (USD)
Energía eléctrica (kW-h)	46,75	0,2	9,35
Agua (m3)	2,34	0,72	1,69
Diésel (gal)	77,92	3,28	255,58
Lubricantes	1,00	15,00	15,00
<u>TOTAL SUMINISTROS</u>			281,62
<u>REPARACIONES Y MANTENIMIENTO</u>			
CONCEPTO	%	Costo (USD)	Valor Total (USD)
Maquinaria y equipo	5,00	3382,41	169,12
<u>TOTAL REPARACIONES Y MANTENIMIENTO</u>			169,12

Se consideró además un rubro para seguros de la maquinaria y equipo de producción, tomando un factor de 0.03 sobre el valor del equipo de producción principal y auxiliar. Para cubrir el costo de cualquier imprevisto que se presentase al momento de implementar el proyecto, como se indica en Perry (2001), es recomendable considerar un factor del 0.05 sobre la carga fabril relacionada a la mano de obra indirecta, materiales indirectos, suministros y reparaciones y mantenimiento. Los detalles de los rubros de seguros e imprevistos se detallan en la Tabla 3.58.

Tabla 3.58 Costos por seguros e imprevistos de la carga fabril

<u>SEGUROS E IMPREVISTOS DE LA CARGA FABRIL</u>			
CONCEPTO	Porcentaje (%)	Costo (USD)	Valor Total (USD)
Seguros	3,00	10911	327,33
Imprevistos	5,00	1973,72	98,69
<u>TOTAL GENERAL</u>			426,02

Con todos los rubros detallados anteriormente se pudo ya estimar el costo de producción, mismo que se detalla en la Tabla 3.59 y es 2392.10 USD.

Tabla 3.59 Consumo energético de los equipos de producción

<u>COSTOS DE PRODUCCIÓN</u>		
	(USD)	%
Materiales directos	1,69	0,07%
Mano de obra directa	318,00	13,29%
Mano de obra indirecta	-	0,00%
Materiales indirectos	50,00	2,09%
Depreciación	1145,66	47,89%
Suministros	281,62	11,77%
Reparación y mantenimiento	169,12	7,07%
Seguros e imprevistos	426,02	17,81%
<u>TOTAL</u>	2392,10	100,00%

Finalmente se estimó el costo unitario de producción, considerando que si se toma como base el hidróxido de sodio almacenado y haciendo una relación a la eficiencia de la reacción y a la cantidad de producto obtenido en ensayos de laboratorio se puede obtener 2392,10 kg de acetato de sodio. El costo unitario de producción es 1.02 USD/kg de acetato de sodio como se indica en la Tabla 3.60.

Tabla 3.60 Costo unitario de producción

<u>COSTO UNITARIO DE PRODUCCIÓN</u>	
Costo de producción (USD)	2392,10
Producción (kg)	2336,65
Costo unitario de producción (USD/kg)	1,02

Es pertinente mencionar en el costo unitario de producción estimado solamente relaciona costos que tendría procesar el ácido acético y el hidróxido de sodio para obtener acetato de sodio mediante el proceso diseñado es decir, no se ha tomado en cuenta el costo de la maquinaria y el equipos de producción. La exclusión de este rubro se sustenta en que el equipo de producción (principal y auxiliar) no solo

sería útil para procesar la cantidad de ácido acético e hidróxido de sodio que actualmente se encuentran almacenados, sino que servirán para procesar cantidades futuras que ingresen a las bodegas del CONSEP de estos dos precursores químicos. Obviamente la inversión que debe realizarse para cubrir el costo de la maquinaria y equipo de producción es considerable pero necesaria si se desea dar un adecuado tratamiento a los precursores químicos y evitar su inadecuado e innecesario almacenamiento.

El precio más bajo del acetato de sodio también comercializado como formiato de sodio se oferta internacionalmente en China, a un costo que oscila entre los 800 y 1000 USD/ton dependiendo de la cantidad y de la pureza de la sal, dando como resultado el precio del acetato de sodio al 94% w/w a 0,9 USD/ton. Esto quiere decir que el acetato de sodio obtenido en este proyecto tendría un costo 0,12 USD mayor que el disponible en el mercado internacional. Cabe mencionar que es una diferencia relativamente baja, tratándose de un reactivo industrial y además se ha hecho la comparación con el precio más bajo internacionalmente, y la ventaja de este proyecto radica en que se suprimirían los costos, tramites y el tiempo que lleva importar reactivos químicos.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

1. El ácido acético y el hidróxido de sodio utilizados como reactivos este proyecto proviene de incautaciones que realiza el CONSEP a nivel nacional, razón por la cual ha sido necesaria su caracterización. La concentración de ácido acético almacenado en las bodegas del CONSEP es 16.28 [eq/l] y la pureza del hidróxido de sodio es 95.679 % w/w. Las concentraciones se determinaron mediante volumetría y potenciometría.
2. Utilizando los reactivos del CONSEP la reacción de neutralización es exotérmica y genera un calor de neutralización de entre 93.854 kJ y 191.828 kJ dependiendo de la concentración de cada reactivo.
3. El tiempo de residencia en el reactor de neutralización varió desde 10 min en la combinación AA-1:HS-1 hasta 15 min en la combinación AA-4:HS-4. Al tratarse de una reacción de neutralización en la cual se utilizan reactivos concentrados la reacción se lleva a cabo en forma rápida. El tiempo de residencia no solo considera el tiempo en el cual se lleva a cabo la reacción de neutralización sino también el tiempo requerido para la estabilización de la temperatura del producto a 40° C.
4. Para la determinación de la eficiencia de la reacción se utilizaron 5 de las 16 combinaciones posibles: AA-1:HS-1, AA-4:HS-4, AA-4:HS-2, AA-2:HS-3 y AA-3:HS-3. La eficiencia más baja obtenida es 80.733 % en la combinación AA-1:HS-1 y la eficiencia más alta es 86.86 % en la combinación AA-4:HS-4.
5. La combinación de concentraciones escogida para la reacción de neutralización es la combinación AA-4:HS-2. Para esta combinación se tiene

un tiempo de residencia de 12 min, un calor de neutralización de 147.678 kJ y una eficiencia 85.21%. Parámetros que han sido evaluados y seleccionados para el diseño del proceso y el dimensionamiento de los equipos.

6. El producto de la reacción de neutralización utilizando la combinación AA-4-HS-2 se saturó a los 33 min a una temperatura de 90°C. La sobresaturación se la alcanzó a los 41 min. Por lo tanto el tiempo de residencia se lo estimó en 48 min, ya que de esta forma al sumar el tiempo de residencia en el cristalizador y en el reactor da como resultado una hora. Se evaporó 0.528 kg de agua en los ensayos realizados.
7. El reactor batch de neutralización requerido para el proceso diseñado tendrá un volumen de 0.25 m³, una diámetro de 0.56 m y una altura de 1.11 m y tapas de forma elíptica El sistema de enfriamiento será un serpentín por el cual circulará agua a temperatura ambiente (~20°C), el agua tendrá una temperatura de salida de 35°C. El serpentín tendrá un diámetro interno de 0.0254 m, una longitud total de 38 m, un flujo de agua de $8,21 \cdot 10^{-04}$ m³/s y el material sugerido para la construcción tanto del reactor como del serpentín es acero inoxidable SS-316
8. El tanque agitado para la dilución del hidróxido de sodio tendrá un volumen de 0.142 m³, una altura de 0.90 m, un diámetro de 0.45 m y el material de construcción sugerido es acero inoxidable SS-316.
9. El cristalizador de fondo cónico tendrá un volumen de 0.295 m³, una altura total de 1.245 m, una altura cilíndrica de 0.83 m, una altura cónica de 0.415 m y un diámetro de 0.622 m. El sistema de calentamiento será un serpentín a través del cual circulará vapor saturado a 160°C. El serpentín tendrá una longitud de 24.12 m, un diámetro interno de 0.038 m, un flujo de vapor de 0.0175 m³/s y el material de construcción sugerido tanto para el cristalizador como para el serpentín es acero inoxidable SS-304.

10. La humedad másica del producto final es 6.20 % y se comprobó que el producto obtenido es efectivamente acetato de sodio mediante un análisis del pH de una solución 1% w/w y la obtención del espectro infrarrojo del mismo.

11. El proceso permitirá procesar 1267,40 kg de hidróxido de sodio y 881,45 kg de ácido acético para obtener 2336,65 kg de acetato de sodio a un costo unitario de 1,02 USD/ kg de acetato de sodio producido. El costo unitario es 0,12 USD mayor que el acetato de sodio disponible en el mercado internacional.

4.2 RECOMENDACIONES

1. Colocar filtros o cartuchos atrapa vapores a la salida del cristalizador debido a que no solo se evapora agua en el mismo sino también parte del ácido acético no reaccionado, y esto podría ocasionar afecciones a la salud de las personas involucradas en el proceso de producción de acetato de sodio.
2. Por seguridad al momento de realizar la dilución del hidróxido de sodio en agua se debe agregar el reactivo al agua y no el agua al reactivo, debido a que se trata de una reacción exotérmica y se podría producir un accidente o explosión en el tanque. Si hubiera la posibilidad, se podría instalar un sistema de enfriamiento similar al del reactor en este tanque para evitar inconvenientes.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Aguilar, F. Bernaola, M. Gálvez, V. Rams, P. Sánchez, M. Sousa, M. Tanarro, C. Tejedor, J. (2010), Riesgo Químico. (1ra. Edición). Madrid, España: INSHT-Madrid.
2. Araujo, M. (2010). Indicadores de Calidad: Manual de Muestreo. Recuperado de: http://www.supersalud.gob.cl/observatorio/575/articulos-6358_recursos_1.pdf. (Mayo 2014).
3. ASME. (2012). ASME: Section I & Section VIII fundamentals. Recuperado de: <http://www.pdhcenter.com/courses/m398/m398content.pdf>. (Enero 2014).
4. Atkins, W. y Jones, I. (2005). Principios de Química. (3ra. Edición). Buenos Aires, Argentina: Editorial Médica Panamericana S.A.
5. Arántegui, J. (2010). Control de Procesos. Recuperado de: http://web.udl.es/usuaris/w3511782/Control_de_procesos/Unidades_files/apuntes_10-11.pdf (Enero, 2010).
6. Benavente, D. (2000). Modelización y Estimación de la Durabilidad de Materiales Pétreos Porosos Frente a la Cristalización de Sales. Recuperado de: <http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/9912/1/Benavente%20Garc%C3%ADa,%20David.pdf> (Junio 2010).
7. Brunatti, C y Nápoli, H. (2013). Titulaciones Conductimétricas. Recuperado de: <http://materias.fi.uba.ar/6305/download/Titulaciones%20Conductimetricas.pdf> (Junio, 2013).

8. Bolaños, E. (2012). Muestra y muestreo. Recuperado de: http://www.uaeh.edu.mx/docencia/P_Presentaciones/tizayuca/gestio_n_tecnologica/muestraMuestreo.pdf (Enero 2012).
9. Cámara Venezola de Farmacia. (2014). Medicamentos Psicotrópicos y Estupefacientes. Recuperado de: http://www.cavefar.org.ve/index.php?option=com_content&view=article&catid=21%3Anoticias&id=9%3Ahomeopaticos-mpps&Itemid=17. (Enero 2014).
10. Calvo, V. García, M. Martínez, J y Fernández, M. (2011). Farmacocinética Clínica. Recuperado de: <http://www.sefh.es/bibliotecavirtual/fhtomo1/cap212.pdf>. (Julio 2012).
11. Clarck, J. (2009). Green Chem. Recuperado de: <http://pubs.rsc.org/en/Content/ArticleLanding/1999/GC/a807961g#divAbstract>. (Octubre 2010).
12. CONSEJO NACIONAL DE CONTROL DE SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS-CONCEP. (2012). Ley de sustancias estupefacientes y psicotrópicas, codificación. Recuperado de http://www.consep.gob.ec/ley_transparencia/2_%20LOTAIP%20informacion%20legal/b_norma_regulacion/reglamento_generales/el_reglamento_para_el_control_de_sustancias_sujetas_a_fiscalizacion_y_medicamentos_que_las_contengan.pdf (Noviembre, 2011).
13. CONSEJO NACIONAL DE CONTROL DE SUSTANCIAS ESTUPEFACIENTES Y PSICOTRÓPICAS-CONCEP. (2012). Cuarta encuesta nacional sobre uso de drogas en estudiantes de 12 a 17 años. Recuperado de: http://www.consep.gob.ec/descargas/Resumen_Ejecutivo_4ta_ENCUESTA_A_ESTUDIANTES_2012_2.pdf. (Diciembre 2012).

14. Correa, J. (2007). Historia de las Drogas y la Guerra de su Difusión. Recuperado de: <http://guajiros.udea.edu.co/fnsp/cvsp/politicaspUBLICAS/historia%20drogas.pdf>. (Abril 2010).
15. Cunill, F. Iborra, M. y Tejero, J. (2010). Reactores Químicos. Recuperado de: <http://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/12703/1/APUNTS%20DE%20REACTORS%20QU%C3%8DMICS.pdf> (Mayo, 2010).
16. Denbigh, G. y Turner, J. (2000). Introducción a la Teoría de los Reactores Químicos. (1ra. Edición). Madrid, España: Editorial Limusa S.A.
17. Días, P. (2006). Diseño de reactores Químicos Homogéneos no Isotérmicos. Recuperado de: http://www.unac.edu.pe/documentos/organizacion/vri/cdcitra/Informes_Finales_Investigacion/IF_DICIEMBRE_2012/IF_DIAZ%20BRAVO_FIQ/informe.pdf. (Diciembre 2012).
18. Exposito, J. (2010). Introducción a la Teoría de Errores. Recuperado de: http://fexposit.webs.ull.es/ife_err.pdf (Mayo 2012).
19. Foust, A. Wenzel, L. Clump, C. Maus, L. y Andersen, L. (2006). Principios de Operaciones Unitarias. (2da Edición). México DF, México: Continental S.A.
20. Fortuny, C. (2004). Modelización Y Control De Temperatura De Un Reactor "Batch" Para Un Proceso Químico Exotérmico (Proyecto de titulación). Recuperado de:

<http://deeea.urv.cat/public/PROPOSTES/pub/pdf/675pub.pdf>
(Noviembre, 2014).

21. García, F. (2009). Parámetros para el Análisis de las Reacciones en Química Sostenible. Recuperado de: <http://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=2931310>. (Mayo 2012).
22. Grases, F. Costa, A. y Sohnel, O. (2000). *Cristalización en Disolución*. (3ra Edición). Barcelona, España: Reverté S.A.
23. Guerrero, N. (2006). *Ingeniería e Implementación de un Prototipo Parcial de una Válvula de Control de Flujo*. (Proyecto de titulación). Recuperado de: http://www.unipamplona.edu.co/unipamplona/hermesoft/portallG/home_1/recursos/tesis/contenidos/pdf_tesis/27032007/prototipo_valvula.pdf (Junio, 2006).
24. Harriot, P. (2003). *Chemical reactor desing*. (1ra. Edición). New York, Estados Unidos de América: Taylor&Francis Group LLC.
25. Harvey, D. (2002). *Química Analítica Moderna*. (1ra. ed.). Madrid, España: McGraw-Hill.
26. Huerta, S. (2007). *Cristalización*. Recuperado de: <http://sgpw.e.izt.uam.mx/files/users/uami/sho/Cristalizacion.pdf> (Diciembre 2009).
27. INSTITUTO ECUATORIANO DE NORMALIZACIÓN. (1973). Norma INEN 49; Determinación de la humedad. INEN; Quito, Ecuador.
28. INSTITUTO ECUATORIANO DE NORMALIZACIÓN. (2013). Norma NTE INEN 810:2013; Determinación de la viscosidad cinemática y dinámica en líquidos transparentes y opacos. INEN; Quito, Ecuador

29. INSTITUTO ECUATORIANO DE NORMALIZACIÓN. (1999). Norma NTE INEN 2 150:99; Determinación de la densidad relativa. INEN; Quito, Ecuador
30. Izquierdo, F. Cunill, F. Tejero, J. Iborra, M. Fité, C. (2004). Cinética de las reacciones químicas. Barcelona, España: Edicions de la Universitat de Barcelona.
31. Jiménez, A. (2003). Diseño de Procesos en Ingeniería Química. Bogotá, Colombia: Editorial Reverté.
32. Jiménez, M y De Manuel, E. (2002). La Neutralización Ácido Base a Debate. Recuperado de: <http://www.raco.cat/index.php/ensenanza/article/viewFile/21837/21671>. (Marzo 2012).
33. Levenspiel, O. (2002). Chemical Reaction Engineering. (4ra. Edición). New Jersey, Estados Unidos de América: John Wiley & Sons. Inc.
34. Levy, M. (2000). Farmacología. Su Historia y Desarrollo. Recuperado de: <http://www.scf.sld.cu/PDF/farmacologia.pdf>. (Enero 2012).
35. López, I. y Borzacconi, L. (2009). Introducción al Diseño de Reactores. Recuperado de: <http://www.fing.edu.uy/iq/maestrias/DisenioReactores/materiales/notas1.pdf> (Agosto, 2009).
36. Lullman, H. Mohr, K. y Hein, L. (2008). Farmacología. (6ta. Edición). Buenos Aires, Argentina: Editorial Médica Panamericana S.A.
37. Luyben, W. (2007). Chemical reactor design and control. (1ra. Edición). New Jersey, Estados Unidos de América: John Wiley & Sons. Inc.

38. Martin, A. (2000). Introducción al Equilibrio Ácido-Base. Recuperado de: <http://materias.fi.uba.ar/6305/Acido-Base.pdf>. (Abril 2013).
39. McCabe, W y Smith, J. (2002). Operaciones unitarias en Ingeniería Química. (4ta. Edición). Madrid, España: McGraw-Hill.
40. Mersmann. A. (2001). Crystallization Technology Handbook. (2da. Edición). New York, Estados Unidos de América: Marcel Dekker Ink.
41. Ministerio de Ambiente de Ecuador. (2015). Texto Unificado de Legislación Secundaria de Medio Ambiente TULSMA. Recuperado de: <http://suia.ambiente.gob.ec/documents/10179/185880/ACUERDO+061+REFORMA+LIBRO+VI+TULSMA+-+R.O.316+04+DE+MAYO+2015.pdf/3c02e9cb-0074-4fb0-afbe-0626370fa108>. (Mayo, 2015)
42. Molina, M. Ribatallada, T. Ruíz, L. Fernández, M. Valle, E. (2013). Producción de Caprolactama. Recuperado de: https://ddd.uab.cat/pub/trerecpro/2013/hdl_2072_224033/PFC_SIMI_O_part11.pdf. (Junio 2013).
43. Mott, R. (2006). Diseño de Elementos de Máquinas. (2da. Edición). Ciudad de México, México: Pearson Education.
44. Muller, E. (2002). Termodinámica Básica. (2da. Edición). Sevilla, España: Publidisa S.A.
45. Mullin, J. (2001). Handbook of Industrial Crystallization. (2da. Edición). New York, Estados Unidos de América: Butterworth-Heinemann.
46. Nakhleh, M. y Krajcik, J. (1994). Influence of Levels of information as Presented by Different Technologies on Students' Understandings of

Acid, Base and pH Concepts. Journal of Research in Science Teaching.

47. NIDA. (2008). La Ciencia de la Adicción. Recuperado de: http://www.drugabuse.gov/sites/default/files/soa_spanish.pdf. (Julio 2010).
48. Orozco, A. (2005). Bioingeniería de Aguas Residuales. (2da. Edición). Bogota, Colombia: Acodal.
49. Organización de las Naciones Unidas-ONU. (2006). Guía de seguridad para el manejo y la eliminación de los químicos utilizados en la fabricación ilícita de drogas. Recuperado de: http://onudc.org/pdf/publications/st_nar-36_es.pdf (Mayo 2012).
50. Pasmíño, J. Toapanta, G. y Rojas, R. (2005). Diseño, Construcción y Puesta en Marcha de un Cristalizador Discontinuo Abierto. Recuperado de: <http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/814/1/979.pdf> (Marzo, 2010).
51. Perry, R. (2001). Perry's Chemical Engineer's Handbook. (8va. Edición). New York, Estados Unidos de América: McGraw-Hill
52. Peter, M y Timmerhaus, k. (2003). Plant Desing and Economics for Chemical Engineers. (5ta. Edición). México DF, México: McGraw-Hill, Inc.
53. PRADICAN. (2013). Manual de Sustancias Químicas Usadas en el Procesamiento de Drogas Ilícitas. (1ra. Edición). Lima, Perú: Impresiones y Arte-Soluciones Gráficas S.A.C.

54. Primo, E. (2007). Química Orgánica Básica y Aplicada de la molécula a la industria. (Tomo II). Barcelona, España: Editorial Reverté.
55. Rajadell, F. y Movilla, J. (2005). Termodinámica Química. (1ra. Edición). Sao Paulo, Brasil: Universitat Jaume I.
56. Ramírez, E. (2007). Guía para Usuarios de Precusores, Químicos Controlados y Máquinas Controladas. Recuperado de: http://www.icd.go.cr/portalicd/docs/precusores/guia_precu_22052008.pdf. (Julio 2010).
57. Rawling, J y Ekerdt, J. (2002). Chemical Reactor Analysis and Desing Fundamentals. Wisconsin, Estados Unidos de América: Nob Hill Publishing.
58. Rodríguez, M. (2011). Tipos de Válvulas, Criterios de Selección y Pruebas a Válvulas de Relevó de Presión. Recuperado de: <http://cdigital.uv.mx/bitstream/123456789/30503/1/RodriguezMtz.pdf> . (Abril 2012).
59. Saldarriaga, J. (2010). Remoción de Nitrógeno, Carbono y Fósforo de Aguas Residuales en un Sistema Híbrido. Recuperado de: <http://www.revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/rt/printerFriendly/15674/18742>. (Junio, 2010).
60. Seider, Q. Seader, J y Lewin, D. (2004). Product and Process Desing Principles. (2da. Edición). New Jersey, Estados Unidos de América: John Wiley & Sons. Inc.
61. SENDA. (2008). Magnitud de la Relación entre Delito y Drogas. Recuperado de: http://www.senda.gob.cl/wp-content/uploads/2011/04/2008_Informe_Delito_Drogas.pdf. (Abril 2013).

62. Skoog, D. West, D. Holler, -f. y Crouch, S. (2005). Fundamentos de química Analítica. (8va. Edición). México D.F, México: Thomson Editores S.A.
63. Söhnel, O. y Garside, J. (2000). Precipitation: Basic Principles and Industrial Applications. (3ra. Edición). New York, Estados Unidos de América: Butterworth- Heinemann.
64. Uriarte, J y Alarcos, I. (2010). Sistemas Automáticos de Control. Recuperado de: <http://ieshuelin.com/huelinwp/download/Tecnologia/Tecnologia%20industrial/3-SISTEMAS-DE-CONTROL-AUTOMATICO.pdf>.
65. Velázquez, M y Ordorica, N. (2009). Ácido, Bases, pH y Soluciones Amortiguadoras. Recuperado de: <http://www.bioquimica.dogsleep.net/Teoria/archivos/Unidad24.pdf> (Abril 2010).
66. VERTIC. (2010). Sustancias Químicas. Recuperado de: [http://www.vertic.org/media/assets/nim_docs/International%20Implementation%20Assistance%20Program%20\(IAP\)%20pdfs%20-%20CW/Chemical%20products/Chemical%20products%20-%20Spanish.pdf](http://www.vertic.org/media/assets/nim_docs/International%20Implementation%20Assistance%20Program%20(IAP)%20pdfs%20-%20CW/Chemical%20products/Chemical%20products%20-%20Spanish.pdf). (Enero 2013).
67. Whitten, K. Davis, R. Peck, M y Stanley, G. (2008). Química. (8va. Edición). México D.F, México: Cengage Learning S.A.

ANEXOS

ANEXO I

Datos para las curvas de titulación

En las Tablas AI.1 y AI.2 se presentan los datos experimentales de las titulaciones conductimétricas utilizados en la obtención de la curva de titulación del ácido acético y del hidróxido de sodio respectivamente. En el caso del ácido acético se utilizó como titulante hidróxido de sodio y en el caso del hidróxido de sodio se utilizó ácido clorhídrico. En el caso del ácido acético se recopilaron mayor cantidad de datos experimentales debido a que se trata de la titulación de un ácido débil con una base fuerte.

Tabla A I.1 Datos experimentales utilizados para la obtención de la curva de titulación del hidróxido de sodio

CURVA DE TITULACIÓN HIDRÓXIDO DE SODIO			
pH	ml (HCl)	pH	ml (HCl)
13,11	0,0	12,54	12,3
13,10	0,0	12,51	12,4
13,09	1,0	12,45	12,5
13,07	1,5	12,36	12,6
13,06	2,0	12,24	12,7
13,05	2,5	12,03	12,8
13,03	3,0	11,79	12,9
13,02	3,5	11,25	13,0
13,01	4,0	5,45	13,1
12,99	4,5	2,37	13,2
12,98	5,0	2,02	13,3
12,96	5,5	1,81	13,4
12,95	6,0	1,67	13,5
12,94	6,5	1,30	14,0
12,93	7,0	1,19	14,5
12,91	7,5	1,15	15,0
12,87	8,0	1,14	15,5
12,84	8,5	1,14	16,0
12,80	9,0	1,14	16,5
12,78	9,5	1,14	17,0
12,75	10,0	1,14	17,5
12,73	10,5	1,14	18,0
12,69	11,0	1,14	18,5
12,67	11,5	1,14	19,0
12,64	12,0	1,14	19,5

12,61	12,1	1,14	20,0
12,58	12,2	1,14	20,0

Tabla A I.2 Datos experimentales utilizados en de la curva de titulación del ácido acético

CURVA DE TITULACIÓN ÁCIDO ACÉTICO							
pH	ml (Na(OH))	pH	ml (Na(OH))	pH	ml (Na(OH))	pH	ml (Na(OH))
1,91	0,0	3,39	25,0	4,45	99,0	7,37	178,7
1,97	0,5	3,41	26,0	4,47	101,0	7,52	178,8
2,00	1,0	3,44	27,0	4,49	103,0	7,64	178,9
2,09	1,5	3,46	28,0	4,52	105,0	7,80	179,0
2,18	2,0	3,48	29,0	4,54	107,0	8,00	179,1
2,28	2,5	3,50	30,0	4,56	109,0	8,33	179,2
2,35	3,0	3,52	31,0	4,59	111,0	8,91	179,3
2,41	3,5	3,54	32,0	4,62	113,0	9,47	179,4
2,47	4,0	3,56	33,0	4,64	115,0	9,84	179,5
2,53	4,5	3,58	34,0	4,66	117,0	10,12	179,6
2,57	5,0	3,60	35,0	4,69	119,0	10,37	179,7
2,63	5,5	3,63	37,0	4,72	121,0	10,60	179,8
2,67	6,0	3,67	39,0	4,75	123,0	10,84	179,9
2,72	6,5	3,70	41,0	4,77	125,0	11,06	180,0
2,75	7,0	3,73	43,0	4,81	127,0	12,01	181,0
2,78	7,5	3,76	45,0	4,83	129,0	12,10	182,0
2,80	8,0	3,79	47,0	4,86	131,0	12,21	183,0
2,84	8,5	3,82	49,0	4,89	133,0	12,20	184,0
2,86	9,0	3,85	51,0	4,92	135,0	12,29	185,0
2,89	9,5	3,88	53,0	4,96	137,0	12,38	187,0
2,91	10,0	3,91	55,0	4,99	139,0	12,46	189,0
2,93	10,5	3,94	57,0	5,02	141,0	12,55	191,0
2,95	11,0	3,97	59,0	5,06	143,0	12,63	193,0
2,97	11,5	3,99	61,0	5,09	145,0	12,75	195,0
2,99	12,0	4,02	63,0	5,14	147,0	12,79	197,0
3,02	12,5	4,04	65,0	5,18	149,0	12,79	199,0
3,03	13,0	4,07	67,0	5,22	151,0	12,79	201,0
3,05	13,5	4,09	69,0	5,27	153,0	12,79	203,0
3,08	14,0	4,12	71,0	5,32	155,0	12,79	205,0
3,09	14,5	4,14	73,0	5,37	157,0	12,79	207,0
3,11	15,0	4,16	75,0	5,43	159,0	12,79	209,0
3,12	15,5	4,19	77,0	5,49	161,0	12,79	211,0
3,14	16,0	4,21	79,0	5,56	163,0	12,79	213,0
3,15	16,5	4,23	81,0	5,63	165,0	12,79	215,0
3,17	17,0	4,26	83,0	5,72	167,0	12,79	217,0

3,20	18,0	4,28	85,0	5,81	169,0	12,79	219,0
3,23	19,0	4,31	87,0	5,95	171,0	12,79	221,0

Tabla A I.2 Datos experimentales utilizados en de la curva de titulación del ácido acético
(continuación...)

3,26	20,0	4,33	89,0	6,10	173,0	12,79	223,0
3,29	21,0	4,35	91,0	6,32	175,0	12,79	225,0
3,32	22,0	4,38	93,0	6,67	177,0	12,79	227,0
3,34	23,0	4,40	95,0	7,22	178,0	12,79	229,0
3,36	24,0	4,42	97,0	7,29	178,6	12,79	231,0

ANEXO II

Tabla A II.1. Tabla 9 del Anexo I Libro VI del Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente (TULSMA)

deberán cumplir, al menos, con los valores establecidos en la **TABLA 9**, en la cual las concentraciones corresponden a valores medios diarios.

TABLA 9. Límites de descarga al sistema de alcantarillado público

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Aceites y grasas	Solubles en hexano	mg/l	70,0
Explosivos o inflamables.	Sustancias	mg/l	Cero
Alkil mercurio		mg/l	No detectable
Aluminio	Al	mg/l	5,0
Arsénico total	As	mg/l	0,1
Cadmio	Cd	mg/l	0,02
Cianuro total	CN ⁻	mg/l	1,0
Cinc	Zn	mg/l	10,0
Cloro Activo	Cl	mg/l	0,5
Cloroformo	Extracto carbón cloroformo	mg/l	0,1
Cobalto total	Co	mg/l	0,5
Cobre	Cu	mg/l	1,0
Compuestos fenólicos	Expresado como fenol	mg/l	0,2
Compuestos organoclorados	Organoclorados totales	mg/l	0,05
Cromo Hexavalente	Cr ⁶⁺	mg/l	0,5
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días)	DBO ₅	mg/l	250,0
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	500,0
Dicloroetileno	Dicloroetileno	mg/l	1,0
Fósforo Total	P	mg/l	15,0
Hidrocarburos Totales de Petróleo	TPH	mg/l	20,0
Hierro total	Fe	mg/l	25,0
Manganeso total	Mn	mg/l	10,0
Mercurio (total)	Hg	mg/l	0,01
Níquel	Ni	mg/l	2,0
Nitrógeno Total Kjeldahl	N	mg/l	60,0
Organofosforados	Especies Totales	mg/l	0,1
Plata	Ag	mg/l	0,5
Plomo	Pb	mg/l	0,5
Potencial de hidrógeno	pH		6-9
Selenio	Se	mg/l	0,5
Sólidos Sedimentables		ml/l	20,0
Sólidos Suspendedos Totales		mg/l	220,0
Sólidos totales		mg/l	1 600,0
Sulfatos	SO ₄ ⁻²	mg/l	400,0
Sulfuros	S	mg/l	1,0
Temperatura	°C		< 40,0
Tensoactivos	Sustancias Activas al azul de metileno	mg/l	2,0
Tetracloruro de carbono	Tetracloruro de carbono	mg/l	1,0
Tricloroetileno	Tricloroetileno	mg/l	1,0

Tabla A II.2. Tabla 10 del Anexo I Libro VI del Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente (TULSMA)

ANEXO I DEL LIBRO VI DEL TEXTO UNIFICADO DE LEGISLACION SECUNDARIA DEL MINISTERIO DEL AMBIENTE:
NORMA DE CALIDAD AMBIENTAL Y DE DESCARGA DE EFLUENTES AL RECURSO AGUA

TABLA 10. Límites de descarga a un cuerpo de agua dulce

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Aceites y Grasas,	Sust. solubles en hexano	mg/l	30,0
Alkil mercurio		mg/l	No detectable
Aluminio	Al	mg/l	5,0
Arsénico total	As	mg/l	0,1
Bario	Ba	mg/l	2,0
Boro Total	B	mg/l	2,0
Cadmio	Cd	mg/l	0,02
Cianuro total	CN ⁻	mg/l	0,1
Cinc	Zn	mg/l	5,0
Cloro Activo	Cl	mg/l	0,5
Cloroformo	Est. carbón cloroforno ECC	mg/l	0,1
Cloruros	Cl ⁻	mg/l	1 000
Cobre	Cu	mg/l	1,0
Cobalto	Co	mg/l	0,5
Coliformes Fecales	NMP	NMP/100 ml	10000
Color real ¹	Color real	unidades de color	Inapreciable en dilución; 1/20
Compuestos fenólicos	Fenol	mg/l	0,2
Cromo hexavalente	Cr ⁶⁺	mg/l	0,5
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días)	DBO ₅	mg/l	100
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	200
Estaño	Sn	mg/l	5,0
Fluoruros	F	mg/l	5,0
Fósforo Total	P	mg/l	10,0
Hierro total	Fe	mg/l	10,0
Hidrocarburos Totales de Petróleo	TPH	mg/l	20,0
Manganeso total	Mn	mg/l	2,0
Materia flotante	Visibles		Ausencia
Mercurio total	Hg	mg/l	0,005
Níquel	Ni	mg/l	2,0
Nitrógeno amoniacal	N	mg/l	30,0
Nitrógeno Total Kjeldahl	N	mg/l	50,0
Compuestos Organoclorados	Organoclorados totales	mg/l	0,05
Compuestos Organofosforados	Organofosforados totales	mg/l	0,1
Plata	Ag	mg/l	0,1
Plomo	Pb	mg/l	0,2
Potencial de hidrógeno	pH		6-9
Selenio	Se	mg/l	0,1
Sólidos Suspendedos Totales	SST	mg/l	130
Sólidos totales	ST	mg/l	1 600
Sulfatos	SO ₄ ⁻²	mg/l	1000
Sulfuros	S ⁻²	mg/l	0,5
Temperatura	°C		Condición natural ± 3
Tensoactivos	Activas al azul de metileno	mg/l	0,5
Tetracloruro de carbono	Tetracloruro de carbono	mg/l	1,0

¹ La apreciación del color se estima sobre 10 cm de muestra diluida

Tabla A II.3. Tabla 11 del Anexo I Libro VI del Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente (TULSMA)

TABLA 11. Límites de descarga a un cuerpo de agua marina

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible	
			(A) Descargas en zona de rompientes	(B) Descargas mediante emisarios submarinos
Aceites y Grasas	Sust. solubles en hexano	mg/l	30,0	30,0
Arsénico total	As	mg/l	0,5	0,5
Aluminio	Al	mg/l	5,0	5,0
Cianuro total	CN-	mg/l	0,2	0,2
Cinc	Zn	mg/l	10,0	10,0
Cobre	Cu	mg/l	1,0	1,0
Cobalto	Co	mg/l	0,5	0,5
Coliformos Fecales	NMP	NMP/100 ml	10000	10000
Color	Color verdadero	unidades de color	* Inapreciable en dilución: 1/20	* Inapreciable en dilución: 1/20
Cromo hexavalente	CrVI	mg/l	0,5	0,5
Compuestos fenólicos	Fenol	mg/l	0,2	0,2
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días)	DBO5	mg/l	200,0	400,0
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	400,0	600
Hidrocarburos Totales de Petróleo	TPH	mg/l	20,0	20,0
Materia flotante	Visibles		Ausencia	Ausencia
Mercurio total	Hg	mg/l	0,01	0,01
Nitrógeno Total Kjeldahl	N	mg/l	40,0	40,0
Potencial de hidrógeno	pH		6-9	6-9
Sólidos Suspendedos Totales		mg/l	250,0	250,0
Sulfuros	S	mg/l	0,5	0,5
Compuestos organoclorados	Organoclorados totales	µg/l	50,0	50,0
Compuestos Organofosforados	Organofosforados totales	µg/l	100,0	100,0
Carbamatos	Especies totales	mg/l	0,25	0,25
Temperatura	°C		< 35	< 35
Tensoactivos	Activas al azul de metileno	mg/l	0,5	0,5

* La apreciación del color se estima sobre 10 cm de muestra diluida.

ANEXO III

Tabla A III. 3. Tabla de resistencia a la corrosión del acero inoxidable

RESISTENCIA A LA CORROSION DEL ACERO INOXIDABLE					
SUSTANCIA	CONDICION	TEMP. F.	304	316	430
Aceite crudo	-	70°	I	I	I
Aceite vegetal y mineral	-	70°	I	I	I
Aceite acético					
5%	Agitado	70°	I	I	I
5%	Gaseoso	70°	I	I	I
5%	-	100°	I	I	II
5%	-	180°	I	I	IV
10%	Agitado	70°	I	I	I
10%	Gaseoso	70°	I	I	I
10%	-	100°	I	I	-
10%	-	180°	I	I	-
10%	-	Ebullición	I	III	I
10%	-	60°	I	I	I
15%	-	100°	I	I	IV
15%	-	180°	I	I	IV
15%	-	Ebullición	I	III	-
20%	Agitado	70°	I	I	I
20%	Gaseoso	70°	I	I	I
20%	Gaseoso	180°	I	I	-
33%	-	70°	I	I	III
33%	-	100°	I	I	IV
33%	-	180°	I	I	-
33%	-	Ebullición	I	III	-
40%	Gaseoso	180°	I	I	-
50%	-	70°	I	I	III
50%	-	Ebullición	I	III	V
60%	-	60°	I	I	III
60%	-	100°	I	I	IV
60%	-	180°	I	I	-
60%	-	Ebullición	II	III	-
80%	-	70°	I	I	III
80%	-	100°	I	I	IV
80%	-	180°	I	I	-
80%	-	Ebullición	II	IV	-
90%	Gaseoso	180°	I	III	-
100%	-	70°	I	I	I
100%	-	100°	I	I	I
100%	-	180°	I	I	III
100%	-	Ebullición	II	III	-
100%	150 lb.-press	400°	III	V	-
Anhidrido Acético					
(90° Anhidrido)	-	70°	I	I	I
(90° Anhidrido)	-	180°	I	I	II
(90° Anhidrido)	Gaseoso	Ebullición	I	I	III
(90° Anhidrido)	-	180°	III	IV	-
(60° Anhidrido)	-	180°	II	II	-
(30° Anhidrido)	-	180°	II	IV	-

I MUY RESISTENTE
 II SATISFACTORIAMENTE RESISTENTE
 III MEDIANAMENTE RESISTENTE
 IV POCO RESISTENTE
 V NO RESISTENTE

0 SUJETO A AGRIETARSE
 00 MANTENER ALCALINAS LAS SOLUCIONES
 000 NO ES RECOMENDABLE PARA BAÑOS ESTÁTICOS

+ PODRÁ ATACAR EN LA PRESENCIA DE ÁCIDO SULFÚRICO
 ++ PODRÁ ATACAR EN LA PRESENCIA DE ÁCIDO HIDROCLÓRICO

Tabla A III. 3. Tabla de resistencia a la corrosión del acero inoxidable (continuación...)

RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DEL ACERO INOXIDABLE					
SUSTANCIA	CONDICIÓN	TEMP. F.	304	316	430
Potasio (Permanganato)	-	70°	I	I	I
5%	-	Ebullición	I	I	-
Potasio (Sulfato de)	-	70°	I	I	I
1%	Inactividad	-	I	I	I
Resina	Solución	-	I	I	I
Salitre	-	Caliente	I	I	-
Salmuera	-	70°	I	IV	-
Salsa de tomate (Ketchup)	-	70°	I	I	I
Sodio (Carbonato de)	-	70°	I	I	I
5%	-	150°	I	I	I
5%	-	Ebullición	I	I	I
50%	-	Ebullición	I	I	-
Fundido	-	1650°	V	V	-
Sodio (Bicromato de)	-	Caliente-frío	I	I	I
Cualquier concentración	(Neutral)	-	-	-	-
Sodio (Bisulfato de)	Concentrado	Caliente-frío	I	0I	-
Sodio (Clorato de)	-	Caliente-frío	I	I	-
Sodio (Cloruro de)	-	70°	I	0I	0II
5%	Inactivo	150°	I	0I	0II
5%	Inactivo	70°	I	0I	-
20%	Gaseoso	70°	I	0I	-
Saturado	Saturado	Ebullición	I	0I	-
Sodio (Hipoclorito de)	-	70°	00I	00II	00III
5%	-	-	-	-	-
Sodio (Nitrate de)	Cualquier concentración	Caliente-frío	I	I	I
Sodio (Floruro de 5%)	-	70°	0I	0I	III
Sodio (Hidróxido de)	-	Ebullición	I	I	-
20%	-	Ebullición	II	II	III
30%	-	Ebullición	II	II	-
Fundido	-	600°	II	II	-
Sodio (Nitrate de)	-	Fundido	I	II	III
Sodio (Perclorado de)	-	70°	-	I	-
10%	-	Ebullición	I	I	-
Sodio (Piróxido de)	-	70°	I	I	-
10%	-	200°	I	I	-
10%	-	70°	I	I	-
Sodio (Sulfato de 5%)	Saturado	Ebullición	I	I	-
Sodio (Sulfato de)	-	70°	I	I	III
5%	-	150°	I	I	-
10%	-	Ebullición	I	I	I
25%	-	Ebullición	I	I	-
50%	-	Ebullición	I	I	-
Sulfato (de cloro)	-	Caliente-frío	V	V	V

I MUY RESISTENTE
 II SATISFACTORIAMENTE RESISTENTE
 III MEDIANAMENTE RESISTENTE
 IV POCO RESISTENTE
 V NO RESISTENTE

0 SUJETO A AGRIETARSE
 00 MANTENER ALCALINAS LAS SOLUCIONES
 000 NO ES RECOMENDABLE PARA BAÑOS ESTÁTICOS
 + PODRÁ ATACAR EN LA PRESENCIA DE ÁCIDO SULFÚRICO
 ++ PODRÁ ATACAR EN LA PRESENCIA DE ÁCIDO HIDROCLÓRICO

ANEXO IV



Quito - Ecuador

NORMA TÉCNICA ECUATORIANA**NTE INEN 49:2012**

SAL COMÚN. DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD.**Primera edición**

SALT. DETERMINATION OF MOISTURE

First edition

DESCRIPTORES: -
PE 05.01-301
CDU: 661.42:542.062
CIIU:
ICS:

CDU: 661.42 :542.062
ICS:



CIIU:
AL 05.01-301

Norma Técnica Ecuatoriana	SAL COMÚN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD	NTE INEN 49 :2012
<p style="text-align: center;">1. OBJETO</p> <p>1.1 Esta norma tiene por objeto establecer el método para la determinación de la pérdida de masa a 110 °C (Humedad convencional) en la sal común.</p> <p style="text-align: center;">2. DISPOSICIONES GENERALES</p> <p>2.1 La determinación debe realizarse por triplicado sobre la misma muestra preparada.</p> <p style="text-align: center;">3. INSTRUMENTAL</p> <p>3.1 Balanza analítica, sensible a 0,1 mg.</p> <p>3.2 Botella de pesado, gruesa (dimensiones aproximadas: 50 mm de diámetro y 25 mm de altura), con una tapa de vidrio esmerilada; lavada, seca y tarada.</p> <p>3.3 Horno eléctrico, con corriente de aire natural, capaz de ser controlada a 110° ± 2°C.</p> <p>NOTA - controlar esta temperatura con un termómetro montado de modo que el bulbo este en estrecha proximidad a la botella de pesaje utilizada durante el ensayo.</p> <p>3.4 Desecador, conteniendo gel de sílice, pentóxido de fosforo o un tamiz molecular.</p> <p style="text-align: center;">4. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA</p> <p>4.1 Si la muestra está compuesta por cristales gruesos, triturlarla de manera que pase por un tamiz de 0,841 mm y sea retenida por un tamiz de 0,177 mm. Mezclarla intimamente y guardarla en un frasco herméticamente cerrado hasta el momento del análisis.</p> <p style="text-align: center;">5. PROCEDIMIENTO</p> <p>5.1 Porción de prueba</p> <p>Pesar, con precisión de 1 mg, unos 10 g de la muestra en la botella de pesado (3.2), previamente secada a 110 ± 2°C, enfriar en el desecador (3.4) y se pesa con una precisión de 0, 1mg.</p> <p>NOTA - Si la pérdida de masa a 110 °C es menor que 0,01% (m / m), correspondiente a una diferencia de masa (m₁ – m₂) menor que 1 mg, tomar una porción de 50 g de prueba y usar una botella de pesado de un tamaño tal que permita obtener una capa delgada como sea posible.</p> <p style="text-align: right;">(Continúa)</p>		

5.2 Determinación

Controlar la temperatura del horno (3.3) a 110 ± 2 °C. En el horno colocar la botella de pesado que contiene la porción de prueba (5.1), su tapa colocarla oblicuamente, y un vidrio de reloj, cuyo diámetro sea ligeramente mayor que el de la botella de pesado. Después de secar la sal, tapar con el vidrio reloj y colocar todo en el desecador (3.4). Después de enfriar, cierre la botella de pesado con su tapa y volver a pesar con aproximación a 0,1 mg. Repita el procedimiento anterior varias veces hasta que la masa permanezca constante, es decir, hasta dos pesadas consecutivas llevadas a cabo en un intervalo de aproximadamente 1 h y en las que no difiera en más de 0,2 mg.

6. CÁLCULOS

6.1 La pérdida de masa a 110 °C, expresada como porcentaje en masa, está dada por la fórmula:

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m}$$

En donde:

m= es la masa, en gramos, de la porción de ensayo;

m₁= es la masa, en gramos, de la botella de pesado que contiene la muestra, con tapa, antes del secado;

m₂= es la masa, en gramos, de la botella de pesado que contiene la porción de ensayo, con la tapa, después del secado.

7. INFORME DE RESULTADOS

7.1 En el informe de resultados debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

7.2 Deben incluirse todos los detalles necesarios para la completa identificación de la muestra.

ANEXO V



Quito - Ecuador

NORMA TÉCNICA ECUATORIANA**NTE INEN 810:2013**
Primera revisión

**PRODUCTOS DE PETRÓLEO. DETERMINACIÓN DE LA
VISCOSIDAD CINEMÁTICA Y DINÁMICA EN LÍQUIDOS
TRANSPARENTES Y OPACOS****Primera edición**

PETROLEUM PRODUCTS. TEST METHOD FOR KINEMATIC VISCOSITY AND CALCULATION OF DYNAMIC VISCOSITY

First edition

DESCRIPTORES: Petróleo y tecnologías afines, productos de petróleo en general, viscosidad cinemática y dinámica en líquidos transparentes y opacos
PE 01.04-330
CDU: 665.4.543
ICS: 75.060

CDU: 665.4 :543
ICS: 75.080



PE 01.04-338

<p>Norma Técnica Ecuatoriana Voluntaria</p>	<p align="center">PRODUCTOS DE PETRÓLEO DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD CINEMÁTICA Y DINÁMICA EN LÍQUIDOS TRANSPARENTES Y OPACOS</p>	<p align="center">NTE INEN 810:2013 Primera revisión 2013-09</p>
<p align="center">1. INTRODUCCIÓN</p> <p>1.1. Muchos productos del petróleo y algunos materiales que no provienen del mismo, se usan como lubricantes y la operación correcta del equipo depende de la viscosidad apropiada del líquido que se utiliza. Además, la viscosidad de muchos combustibles del petróleo es importante para la estimación de las condiciones óptimas de almacenamiento, manejo y operación. Por tanto, es esencial una correcta determinación de la viscosidad pues se utiliza para la especificación de muchos productos.</p> <p align="center">2. OBJETO</p> <p>2.1 Esta norma establece el método de ensayo para determinar la viscosidad cinemática y dinámica de productos del petróleo, tanto transparentes como opacos.</p> <p align="center">3. ALCANCE</p> <p>3.1 Este método de ensayo especifica un procedimiento para determinar la viscosidad cinemática de productos del petróleo, tanto transparentes como opacos, mediante la medición del tiempo en el que un volumen de líquido fluye bajo la acción de la gravedad, a través de un viscosímetro capilar de vidrio calibrado. La viscosidad dinámica, η, puede obtenerse multiplicando la viscosidad cinemática, ν, por la densidad, ρ, del líquido, (ver notas 1 y 2).</p> <p>3.2 Los resultados que se obtienen de este método de ensayo dependen del comportamiento de la muestra y se aplica a aquellos líquidos en los que el esfuerzo cortante y el gradiente de velocidad son proporcionales (comportamiento de Fluido Newtoniano). Sin embargo, si la viscosidad varía significativamente con el gradiente de velocidad, se pueden obtener diferentes resultados de los viscosímetros de distinto diámetro de capilar. El procedimiento y los valores de precisión, incluye también a los combustibles residuales, los cuales bajo algunas condiciones exhiben conducta no Newtoniana.</p> <p>3.3 El rango de viscosidades cinemáticas cubierto por este método de ensayo es de 0,2 a 300000 mm²/s (ver Tabla 2) a todas las temperaturas (ver 5.2.3 y 5.2.4). La precisión se ha determinado únicamente para los materiales, rangos de viscosidad cinemática y temperaturas, que se indican en 5.9.</p> <p align="center">4. DEFINICIONES</p> <p>4.1 Termómetro digital de contacto (TDC). Es un dispositivo electrónico que posee una pantalla digital asociada a un sensor de temperatura.</p> <p>4.2 Viscosímetro automático. Equipo en el cual se realizan de manera automática en parte o totalmente, uno o más pasos del procedimiento que se indican en 5.6, sin cambiar el principio o la técnica del equipo manual básico. Los elementos esenciales del equipo, respecto a las dimensiones, diseño y características operacionales son las mismas que en el método manual.</p> <p>4.3 Densidad. Es la cantidad de masa por unidad de volumen de una sustancia a una temperatura determinada.</p> <p>4.4 Viscosidad Dinámica, η. Es la relación entre el esfuerzo cortante aplicado y el gradiente de velocidad del material.</p> <p>4.5 Viscosidad cinemática, ν. Es la relación entre la viscosidad dinámica (η) y la densidad (ρ) del material, a la misma temperatura y presión.</p> <p>NOTA 1. Para la determinación de la viscosidad cinemática y la viscosidad de materiales bituminosos, consultar además los Métodos de Ensayo ASTM D2170 y ASTM D2171.</p> <p>NOTA 2. La Norma ISO 3104 corresponde al Método de Ensayo ASTM D445.</p> <p align="right"><i>(Continúa)</i></p> <p>DESCRIPTORES: Petróleo y tecnologías afines, productos de petróleo en general, viscosidad cinemática y dinámica en líquidos transparentes y opacos.</p>		

5. MÉTODO DE ENSAYO

5.1 Resumen del Método

5.1.1 Se mide el tiempo en segundos, que se demora el volumen fijo del líquido en fluir bajo la acción de la gravedad a través del tubo capilar del viscosímetro calibrado a una presión reproducible y a una temperatura cuidadosamente controlada. La viscosidad cinemática (valor determinado) es el producto del tiempo de flujo por la constante de calibración del viscosímetro. Dos determinaciones permiten calcular un resultado de viscosidad cinemática, que es el promedio de dos valores aceptables.

5.2 Equipos

5.2.1 *Viscosímetros.* Deben ser de capilar de vidrio, calibrados y capaces de determinar la viscosidad cinemática dentro de los límites de precisión que se señalan en 5.9.

5.2.1.1 Los viscosímetros que se muestran en la Tabla 2, cuyas especificaciones cumplen con aquellas que se dan en la Especificación ASTM D446 y en la Norma ISO 3105, cumplen además con los requerimientos de este método de ensayo. No pretende restringir este método de ensayo para su utilización únicamente con los viscosímetros que se muestran en la Tabla 2. El Anexo A.1 provee información adicional al respecto.

5.2.1.2 *Viscosímetros Automáticos.* Se pueden usar Equipos Automáticos siempre y cuando sus condiciones físicas, operaciones o procesos se parezcan a las del Equipo Manual. Cualquier viscosímetro, dispositivo de medición de temperatura, control de temperatura, baño de control de temperatura o equipo de medición de temperatura incorporado en el Equipo Automático deben cumplir las especificaciones que se indican en 5.2 de este método de ensayo. Se pueden utilizar con tiempos de flujo menores a 200 s, sin embargo se debe aplicar una corrección en el cálculo de la Viscosidad Cinemática de la Especificación ASTM D446, por energía cinética de acuerdo con 5.3. La corrección por energía cinética no debe exceder el 3,0% de la viscosidad medida. El equipo automático debe ser capaz de determinar la viscosidad cinemática de un Material de Referencia Certificado entre los límites que se indican en 5.5.2.1 y en 5.10. La precisión del equipo automático debe tener una equivalencia estadística igual o mayor (tiene menor variabilidad) que la del equipo manual, (ver nota 3).

5.2.2 *Soportes de los Viscosímetros.* Utilizar soportes que permitan mantener en posición vertical a todos los viscosímetros que tengan el menisco superior directamente por encima del menisco inferior, dentro de 1° en todas las direcciones. Aquellos viscosímetros, cuyo menisco superior esté ligeramente desplazado en relación al menisco inferior, deben mantenerse en posición vertical dentro de 0,3° en todas las direcciones (ver especificaciones ASTM D445 e ISO 3105).

5.2.2.1 Los viscosímetros deben colocarse en el baño que se mantiene a temperatura constante de la misma manera en que fueron calibrados; para ello debe consultarse el certificado de calibración de cada instrumento (ver especificación ASTM D446 y las instrucciones operativas que se detallan en los Anexos A.1, A.2 y A.3). Para aquellos viscosímetros que tengan un Tubo en forma de L (ver especificación ASTM D446), la alineación vertical debe confirmarse utilizando: 1 (Un soporte para mantener el Tubo en forma de L en posición vertical); 2 (Un nivel de burbuja instalado sobre una barra diseñada para encajar dentro del Tubo en forma de L); 3 (Una plomada suspendida desde el centro del Tubo en forma de L); 4 (Otros medios internos de soporte colocados en el baño que se mantiene a temperatura constante).

5.2.3 *Baño de Control de Temperatura.* Debe usarse un baño termostático con líquido transparente que tenga una profundidad suficiente, de modo que en ningún momento del ensayo alguna porción de la muestra en el viscosímetro se encuentre a menos de 20 mm bajo la superficie del líquido en el baño o menos de 20 mm sobre el fondo del mismo.

5.2.3.1 *Control de Temperatura.* Para cada serie de mediciones del tiempo de flujo, el control de la temperatura del baño líquido debe ser tal que dentro del rango de 15 a 100°C, la temperatura del baño no varíe más de $\pm 0,02^\circ\text{C}$ de la temperatura deseada a lo largo de la longitud del viscosímetro, entre su posición o en la ubicación del termómetro. Para temperaturas que estén fuera de este rango, la temperatura deseada no debe variar más de $\pm 0,05^\circ\text{C}$.

Nota 3. No se ha determinado la precisión y desviación de las mediciones de viscosidad cinemática para un tiempo de flujo menor a 200 s. La precisión que se da en 5.10 no es válida para mediciones de viscosidad cinemática con tiempos de flujo menores a 200 s.

5.2.4 Dispositivo de Medición de Temperatura en el rango desde 0 a 100 °C.- Debe usarse termómetros calibrados de líquido en vidrio (ver anexo A.2) con una precisión, después de la corrección de $\pm 0,02$ °C o mayor o un termómetro digital de contacto como el que se describe en 5.2.4.2, con igual o mayor precisión.

5.2.4.1 Si se utilizan termómetros calibrados de líquido en vidrio se recomienda utilizar dos termómetros. Los dos termómetros deben estar dentro de 0,04 °C.

5.2.4.2 Si se utilizan termómetros digitales de contacto (TDC), se deben aplicar los siguientes puntos:

- (1) Los únicos sensores que se aceptan son un dispositivo de temperatura resistivo (DTR), tal como un termómetro resistivo de platino o un termistor.
- (2) Una resolución de pantalla mínima de 0,01 °C.
- (3) Una combinación de exactitud (pantalla y sensor) de $\pm 0,02$ °C
- (4) Un tiempo de respuesta menor a 6 s como se define en la Especificación ASTM E1137/E1137M.
- (5) Un desvío menor a 10 mK (0,01°C) por año.
- (6) Linealidad de 10 mK sobre el rango de uso previsto.
- (7) EL Termómetro Digital de Contacto debe tener un certificado de calibración de temperatura trazable a un Organismo Nacional de calibración o de metrología, emitido por un laboratorio de calibración que demuestre competencia en la calibración de temperatura.
- (8) El certificado de calibración debe incluir información acerca de los puntos de calibración, correspondientes a las temperaturas a las que se espera utilizar el dispositivo.

5.2.4.2.1 Para un baño que se mantiene a temperatura constante y que se utiliza para realizar determinaciones manuales de la viscosidad, el sensor debe sumergirse al menos 100 mm por debajo del nivel del líquido del baño pero no menos de una profundidad equivalente a 3 veces la longitud de dicho sensor (ver figura 1). El extremo inferior de la cubierta del sensor no debe extenderse más allá del fondo del viscosímetro. Se recomienda colocar el centro del elemento sensor al mismo nivel que la mitad inferior del capilar de trabajo, siempre y cuando se cumplan con los requerimientos mínimos de inmersión.

5.2.4.2.2 En el caso de baños a temperatura constante que se usan en equipos automáticos para determinar viscosidad, se debe contactar al fabricante para utilizar el Termómetro Digital de Contacto apropiado que funcione de forma similar a lo que se indica en esta sección.

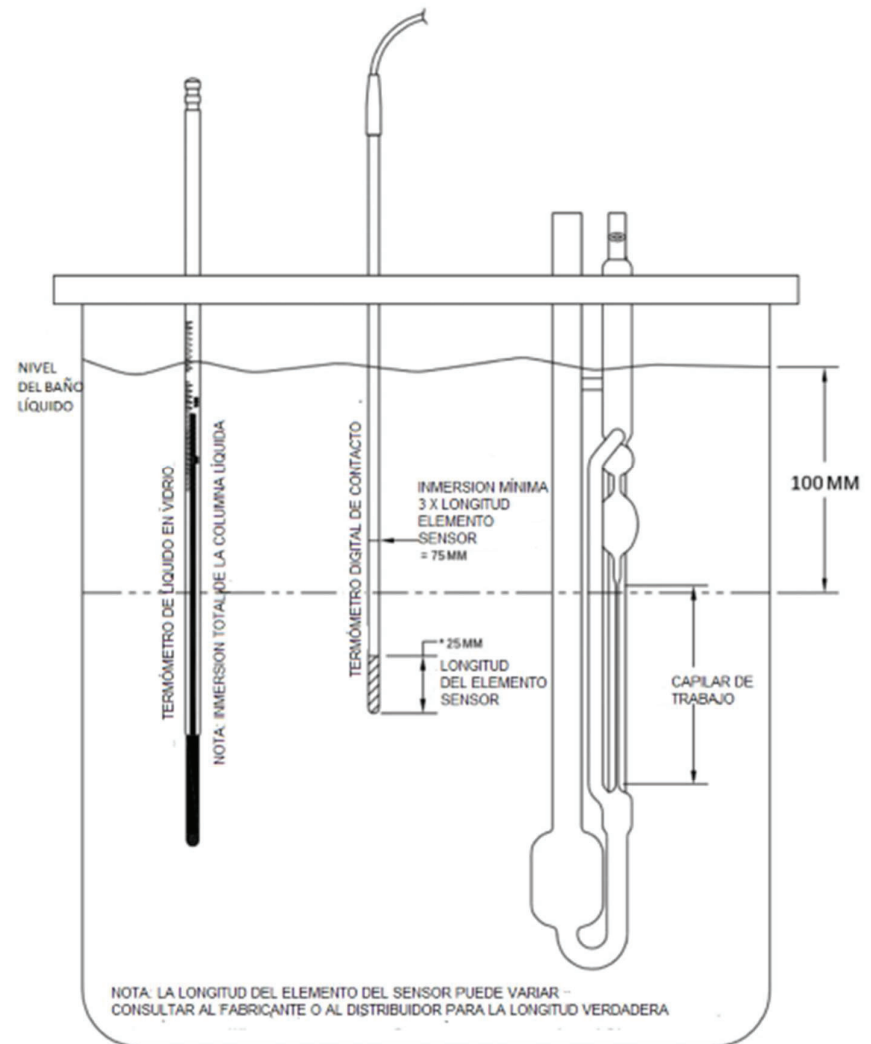
5.2.4.2.3 Fuera del rango de 0 a 100 °C, se debe utilizar tanto termómetros calibrados de líquido en vidrio con una precisión de $\pm 0,05$ °C o mayor, como cualquier otro dispositivo de medición de temperatura de igual o mayor precisión. Cuando dos dispositivos de medición de temperatura se usan en el mismo baño, los dos termómetros deben estar dentro de $\pm 0,1$ °C.

5.2.4.2.4 Cuando se usa un termómetro de líquido en vidrio, como aquellos que se muestran en la Tabla 4, debe usar una lupa para leer el termómetro con una precisión de 1/5 de la división (por ejemplo, 0,01°C o 0,02°F) para asegurar que se obtiene la temperatura de ensayo requerida y las capacidades de control de temperatura (ver 5.6.1.1). Se recomienda que las lecturas del termómetro (y cualquier corrección que se dé en los certificados de calibración para termómetros) se registren periódicamente para demostrar la conformidad con los requerimientos del método de ensayo. Esta información puede ser muy útil, especialmente cuando se investigue problemas o causas relativos a la exactitud y precisión del ensayo.

5.2.5.5 Dispositivo de Medición de Tiempo. Puede usarse cualquier dispositivo para medir el tiempo de flujo, siempre que puedan tomarse lecturas con una precisión de 0,1 s o mayor y que tenga una precisión dentro de $\pm 0,07$ % (ver anexo A.3) respecto de la lectura, cuando se lo maneje a intervalos mínimos y máximos de los tiempos esperados de flujo.

5.2.5.5.1 Pueden utilizarse dispositivos eléctricos para medir el tiempo si la frecuencia actual se controla con una precisión de 0,05% o mayor. Las corrientes alternas, que proveen algunos sistemas públicos de energía, se controlan de forma intermitente en lugar de controlarse de forma continua. Cuando se usan para accionar equipos de medición de tiempo, la forma de llevar a cabo el control puede causar errores considerables en la medición de los tiempos de la viscosidad cinemática.

Figura 1. Inmersión de la Sonda de Temperatura en el Baño de Temperatura Constante



(Continúa)

5.3 Reactivos y Materiales

5.3.1 Soluciones Limpiadoras de Acido Crómico, o una solución limpiadora de un ácido fuerte altamente oxidante que no contiene cromo.- (Advertencia. El ácido crómico es peligroso para la salud, es tóxico, cancerígeno, altamente corrosivo y potencialmente peligroso en contacto con materiales orgánicos. Si se usa, se debe utilizar mascarilla, ropa para protección completa y guantes. Se debe evitar respirar el vapor y desechar cuidadosamente después de usarse pues es peligroso en todo momento y debe manejarse con cuidado. La solución limpiadora de un ácido fuerte altamente oxidante que no contiene cromo también es altamente corrosiva y peligrosa en contacto con materiales orgánicos, pero no contiene cromo el cual tiene problemas especiales de disposición).

5.3.2 Solvente de la muestra. Debe ser completamente miscible con la muestra y filtrarse antes de que se use.

5.3.2.1 Para la mayoría de las muestras se recomienda utilizar una sustancia volátil de petróleo o nafta y para combustibles residuales, un lavado previo con solvente aromático como tolueno o xileno para remover material asfáltico.

5.3.3 Solventes Secantes. Son solventes volátiles miscibles con el solvente de la muestra (ver 5.3.2) y agua (ver 5.3.4). Se debe filtrar antes de usarse.

5.3.3.1 Se recomienda usar Acetona. (**Advertencia.-** Extremadamente inflamable).

5.3.4 Agua. Debe ser desionizada o evaporada y conforme a la Especificación ASTM D1193 o Grado 3 de la Norma ISO 3696. Se debe filtrar antes de usarse.

5.4 Materiales de Referencia Certificados para Viscosidad

5.4.1 Los Materiales de Referencia Certificados para viscosidad deben cumplir los requerimientos de la Norma ISO 17025 y ser trazables a los procedimientos de viscosímetros patrón que se describen en el Método de Ensayo ASTM D2162.

5.4.2 La incertidumbre de un Material de Referencia Certificado debe declararse para cada valor certificado ($k=2,95\%$ de confianza). (ver norma ISO 5725 o NIST 1297).

5.5 Calibración y Verificación

5.5.1 Viscosímetros. Se debe utilizar únicamente viscosímetros, termómetros y cronómetros calibrados como se describe en 5.2.

5.5.2 Materiales de Referencia Certificados para Viscosidad (ver Tabla 3). Se usan en los laboratorios para control de calidad del método de ensayo.

5.5.2.1 Si la viscosidad cinemática que se determina no está dentro de la tolerancia aceptable (se calcula como se indica en el Anexo A.4) del valor certificado, se debe revisar cada paso del procedimiento, incluyendo la calibración del viscosímetro y del termómetro, para localizar la fuente del error. En el Anexo A.1 se indican los Materiales de Referencia Certificados, (ver nota 4).

5.5.2.1.1 Si no se calculan las tolerancias de acuerdo a lo que se indica en el Anexo A.4, se pueden usar las tolerancias aproximadas que se muestran en la Tabla 1.

NOTA 4. En ediciones anteriores del Método de Ensayo ASTM D445, se utilizaron límites de $\pm 0,35\%$ del valor certificado. Los datos para sustentar el límite de $\pm 0,35\%$ no puede verificarse. En el Anexo A.4, se dan instrucciones para determinar la tolerancia. La tolerancia que se muestra en la Tabla 1 combina tanto la incertidumbre del Material de Referencia Certificado, como la incertidumbre de medida del laboratorio utilizando dicho Material de Referencia Certificado.

(Continua)

Tabla 1. Tolerancias Aproximadas

VISCOSIDAD DEL MATERIAL DE REFERENCIA, mm ² /s	BANDA DE TOLERANCIA
< 10	± 0,30 %
10 a 100	± 0,32 %
100 a 1000	± 0,36 %
1000 a 10000	± 0,42 %
10000 a 100000	± 0,54 %
> 100000	± 0,73 %

5.5.2.2 Las fuentes más comunes de error pueden ser causadas por partículas de polvo que se alojan en el orificio capilar y por errores en la medición de temperatura. Se debe apreciar que un resultado correcto que se obtiene sobre un aceite de viscosidad estándar no excluye la posibilidad de una combinación de equilibre las posibles fuente de error.

5.5.3 La constante de calibración, C, depende de la aceleración de la gravedad del lugar de calibración y por tanto, debe suministrarse por el laboratorio de calibración junto a la constante del instrumento. Cuando la aceleración de la gravedad, g, difiere en más del 0.1%, se corrige la constante de calibración como se indica a continuación:

$$C_2 = (g_2/g_1) \times C_1$$

Donde, los subíndices 1 y 2 corresponden al laboratorio de calibración y al laboratorio de ensayo, respectivamente.

5.6 Procedimiento

5.6.1 Procedimiento General para determinar la Viscosidad Cinemática

5.6.1.1 Ajustar y mantener el baño a la temperatura de ensayo dentro de los límites que se dan en 5.2.3.1. Se debe tomar en cuenta las condiciones que se indican en el Anexo A.2 y las correcciones de los certificados de calibración de los termómetros.

5.6.1.1.1 Los termómetros deben mantenerse en posición vertical bajo las mismas condiciones de inmersión que cuando se calibran.

5.6.1.1.2 Se recomienda que se usen dos termómetros con sus respectivos certificados vigentes (ver 5.2.4), para obtener mediciones más confiables de temperatura.

5.6.1.1.3 Las lecturas de temperatura se deben hacer con lupa, de manera que se obtenga una magnificación de aproximadamente cinco veces y de esta manera se eliminen los errores de paralaje.

5.6.1.2 Seleccionar un viscosímetro limpio, seco y calibrado que tenga un rango que cubre la viscosidad cinemática estimada (un capilar amplio para un líquido muy viscoso y un capilar más angosto para un líquido fluido). El tiempo de flujo para viscosímetros manuales no debe ser menor a 200 s o mayor al tiempo más amplio que se indica en la Especificación ASTM D446. Los tiempos de flujo menores a 200 s se permiten para los viscosímetros automáticos, cuando cumplen los requerimientos que se indican en 5.2.1.2.

5.6.1.2.1 Las instrucciones de operación para los distintos tipos de viscosímetros (ver Tabla 2) se indican en la Especificación ASTM D446.

5.6.1.2.2 Cuando la temperatura de ensayo esté bajo el punto de rocío, colocar tubos de secado sueltamente empaquetados sobre los extremos abiertos del viscosímetro para prevenir la condensación de la humedad o que ésta se congele en las paredes del capilar. Cargar la muestra dentro del viscosímetro, ubicar tapones de goma en los tubos para sostener la muestra en su lugar y sumergir el viscosímetro en el baño. Permitir que el viscosímetro alcance la temperatura del baño y retirar los tapones. Cuando se realicen determinaciones manuales de la viscosidad, no se debe utilizar los viscosímetros que no se hayan retirado del baño antes de colocar la muestra de ensayo.

(Continúa)

5.6.1.2.2.1 El método de ensayo permite el uso de tubos de secado sueltamente empaquetados sobre los extremos abiertos del viscosímetro, pero no se aconseja. Si se usan, los tubos de secado, se debe ajustar el diseño del viscosímetro de manera que no restrinja el flujo de la muestra por presiones que se crean en el equipo.

5.6.1.3 Los viscosímetros que se usan para fluidos de silicona, fluorcarbonos y otros líquidos difíciles de remover con un agente de limpieza, se deben reservar para el uso exclusivo de esos fluidos excepto cuando se trate de la calibración; estos viscosímetros deben estar sujetos a chequeos de calibración frecuentes. Los solventes de limpieza para estos viscosímetros no deben usarse para otros viscosímetros.

5.6.2 Procedimiento para Líquidos Transparentes

5.6.2.1 Cargar el viscosímetro de acuerdo a las instrucciones dadas por el fabricante; esta operación debe ser similar a la que se utilizó cuando el instrumento se calibró. Si la muestra contiene fibras o partículas sólidas, deben separarse con la ayuda de un medio filtrante con abertura de 75 μm ya sea antes de o durante la carga de la muestra, ver nota 5).

5.6.2.1.1 En general, los viscosímetros que se usan para líquidos transparentes son del Tipo A y B que se indican en la Tabla 2.

5.6.2.1.2 Cuando ciertos productos presentan un comportamiento tipo gelatina, se debe tener especial cuidado para que todas las mediciones del tiempo de flujo se realicen a temperaturas lo suficientemente altas, a fin de que la muestra fluya libremente y puedan obtenerse resultados de viscosidad cinemática similares en viscosímetros de diferente diámetro de capilar.

5.6.2.1.3 Dejar que el viscosímetro con la muestra permanezca en el baño un tiempo suficiente para alcanzar la temperatura de ensayo. Cuando un baño se utilice para sumergir varios viscosímetros, nunca se debe agregar, retirar o limpiar un viscosímetro mientras otro esté en uso para la medición del tiempo de flujo; este tiempo puede ser de 30 minutos excepto para altas viscosidades cinemáticas.

5.6.2.1.4 Cuando el diseño del viscosímetro así lo requiera, ajustar el volumen de la muestra de ensayo, después de que el baño haya alcanzado la temperatura de equilibrio.

5.6.2.2 Aplicar succión (si la muestra contiene componentes no volátiles) o presión para ajustar el nivel superior de la muestra de ensayo a una posición en el brazo capilar del instrumento aproximadamente 7 mm por sobre la primera marca de tiempo, a menos que cualquier otro valor se especifique en las instrucciones operativas del viscosímetro. Con la muestra fluyendo libremente, medir el tiempo requerido, en segundos, con una precisión de 0,1 s, para que el menisco pase desde la primera a la segunda marca registradora de tiempo. Si el tiempo de flujo es menor que el tiempo mínimo que se especifica (ver 5.6.1.2), seleccionar un viscosímetro con capilar de diámetro más pequeño y repetir el ensayo.

5.6.2.2.1 Repetir el procedimiento que se describe en 5.6.2.2 para hacer una segunda medición del tiempo de flujo. Registrar las dos mediciones y calcular los valores de viscosidad cinemática.

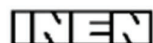
5.6.2.2.2 Si los dos valores de viscosidad cinemática calculados a partir de las dos mediciones de tiempo de flujo, están de acuerdo con la determinabilidad que se indica en 5.9.1.1 para la muestra analizada, reportar el promedio de los valores determinados como resultado de la viscosidad cinemática. Si los valores calculados no están de acuerdo con la determinabilidad, repetir las mediciones de los tiempos de flujo después de limpiar a fondo y secar los viscosímetros, y filtrar la muestra (cuando se requiera, ver 5.6.2.1.) hasta que la viscosidad cinemática calculada este de acuerdo con la determinabilidad que se indica en 5.9.1.1.

5.6.2.2.3 Si la muestra y/o la temperatura no se indican en 5.9.1.1, usar 1,5% como un estimado de la determinabilidad.

NOTA 5. Para minimizar el potencial de partículas que pasan a través del filtro de la agregación, se recomienda que el intervalo de tiempo entre el filtrado y el cargado debe mantenerse tan corto como sea posible.

(Continúa)

ANEXO VI

**INSTITUTO ECUATORIANO DE NORMALIZACIÓN**

Quito - Ecuador

NORMA TÉCNICA ECUATORIANA**NTE INEN 2 150:99**

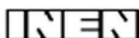
SOLVENTES. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA.**Primera Edición**

SOLVENTS. DETERMINATION OF SPECIFIC GRAVITY.

First Edition

DESCRIPTORES: Solventes, pinturas, método, ensayo, densidad.
QU 04.04-301
CDU: 667.61
CIU: 3511
ICS: 67.060.30

CDU: 667.61
ICS: 87.060.30



CIIU: 3511
ou 04.04-301

Norma Técnica Ecuatoriana Voluntaria	SOLVENTES. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA.	NTE INEN 2 150:99 1999-10
<p style="text-align: center;">1. OBJETO</p> <p>1.1 Esta norma establece el método de ensayo para determinar la densidad relativa de los solventes, especialmente aquellos que son empleados en la fabricación de pinturas y barnices.</p> <p style="text-align: center;">2. DEFINICIONES</p> <p>2.1 Densidad Relativa. Es la relación por cociente entre la densidad de un solvente y la densidad del agua destilada, determinadas ambas a la misma temperatura.</p> <p style="text-align: center;">3. MÉTODO DE ENSAYO</p> <p>3.1 Resumen</p> <p>3.1.1 Determinar la densidad relativa a 20°C/20°C por relación entre la masa de una muestra analizada y la masa de agua destilada, correspondientes ambas a un volumen, utilizando el mismo picnómetro.</p> <p>3.2 Equipo</p> <p>3.2.1 Picnómetro de vidrio, de 50 cm³ de capacidad.</p> <p>3.2.2 Balanza analítica, con resolución de 0,1 mg.</p> <p>3.2.3 Baño de agua, con reguladores de temperatura ajustada en 20°C ± 0,2°C.</p> <p>3.2.4 Termómetro, graduado en décimas de grado Celsius (°C).</p> <p>3.2.5 Fuente de aire seco o estufa.</p> <p>3.2.6 Embudo, para filtraciones.</p> <p>3.2.7 Matraz Erlenmeyer, de 250 cm³ y de 1000 cm³.</p> <p>3.2.8 Papel filtro cualitativo.</p> <p>3.2.9 Algodón hidrófilo, para filtración.</p> <p>3.3 Reactivos</p> <p>3.3.1 Mezcla sulfocrómica, para limpiar el picnómetro.</p> <p>3.3.2 Agua destilada, reactivo para análisis.</p> <p>3.3.3 Etanol, reactivo para análisis.</p> <p>3.3.4 Éter etílico, reactivo para análisis.</p> <p>3.4 Preparación de la muestra.</p> <p style="text-align: right;"><i>(Continúa)</i></p> <p><small>DESCRIPTORES: Solventes, pinturas, método, ensayo, densidad.</small></p>		

3.4.1 Si el producto es algo turbio, filtrar 250 cm³ a través de papel filtro plegado, en un embudo tapado, recibiendo el producto en un matraz Erlenmeyer de 250 cm³.

3.5 Procedimiento

3.5.1 La determinación debe efectuarse por duplicado sobre la misma muestra preparada.

3.5.2 Lavar el picnómetro con agua corriente, y luego en forma rápida, con la mezcla sulfocrómica. Después lavar varias veces con agua destilada y, finalmente, con etanol y éter etílico.

3.5.3 Dejar escurrir el picnómetro y secarlo mediante una corriente de aire seco o en estufa; exteriormente debe secarse con papel filtro; luego, taparlo.

3.5.4 Pesar el picnómetro limpio y seco, con exactitud de 0,1 mg.

3.5.5 Colocar cuidadosamente la muestra en el picnómetro hasta la marca respectiva, evitando la formación de burbujas de aire, y luego taparlo.

3.5.6 Sumergir el picnómetro en el baño de agua a 20°C ± 0,2°C hasta alcanzar el equilibrio térmico (aproximadamente 10 minutos), comprobando al final que el nivel del producto alcance exactamente la marca.

3.5.7 Retirar el picnómetro del baño, secar exteriormente con papel filtro y pesar con exactitud de 0,1 mg.

3.5.8 Vaciar el picnómetro en el baño y limpiar como se indica en 3.5.2; secar interiormente con una corriente de aire seco o en estufa y luego colocar el agua destilada, hasta la marca respectiva, evitando la formación de burbujas de aire. Tapar el picnómetro.

3.5.9 Sumergir el picnómetro en el baño de agua a 20°C ± 0,2°C hasta alcanzar el equilibrio térmico (aproximadamente 10 minutos), comprobando al final que el nivel del producto alcance exactamente la marca.

3.5.10 Retirar el picnómetro del baño, secar exteriormente con papel filtro, y pesar con exactitud de 0,1 mg.

3.6 Cálculos

3.6.1 La densidad relativa en solventes, a 20°C/20°C, se determina mediante la ecuación siguiente:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1}$$

En donde:

ρ = densidad relativa, a 20°C/20°C,

m_1 = masa del picnómetro vacío, en gramos,

m_2 = masa del picnómetro con la muestra, en gramos,

m_3 = masa del picnómetro con agua destilada, en gramos.

(Continúa)

ANEXO VII

CARACTERÍSTICAS DEL REACTOR DE NEUTRALIZACIÓN FOSHAN JCT MACHINERY

En el Anexo VII se presentan las características del reactor de neutralización que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: reactor tipo tanque, modelo JCT 20000
3. Material: acero inoxidable SS 304 o SS316 + Q 235
4. Estructura: con chaqueta, serpentín interno o serpentín externo
5. Volumen: 68 l – 50300 l
6. Certificaciones: CE, ISO 9001 e ISO 14001

En la Figura A VII. 1 se presenta el reactor batch descrito anteriormente, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.



The image shows two large, cylindrical industrial chemical reactors with various pipes and valves. The reactors are light-colored, possibly stainless steel. The background shows a factory environment with other equipment and structural elements.

Chemical Reactor

Precio FOB:	\$ 3000-25000 Obtenga el Último Precio
Puerto:	Guangzhou
Cantidad de pedido mínima:	1 Set/s
Capacidad de suministro:	10 Set/s por Mes
Plazo de entrega:	25-35 days
Condiciones de pago:	L/C,D/A,D/P,T/T,Western Union,MoneyGram

Mr. Leon Liao

[Chatear con el proveedor](#)

[Contactar Proveedor](#)

Watermark: jct888@fejct.com fejt.en.alibaba.com ZOOM

Figura A VII. 1 Reactor batch disponible en el mercado

(Foshan JCT Machinery Co., Ltd, 2014)

ANEXO VIII

CARACTERISTICAS DEL TANQUE PARA DILUCIÓN/ALMACENAMIENTO HENAN WANDA CHEMICAL EQUIPMENT

En el Anexo VIII se presentan las características del tanque para la dilución del hidróxido de sodio que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: tanque vertical, modelo WDT
3. Material: acero inoxidable SS 304
4. Especificaciones: a prueba de corrosión, a prueba de fugas, dimensiones de acuerdo al fabricante o a los requerimientos del cliente
5. Volumen: 100 l – 5000 l

En la Figura A VIII. 1 se presenta el tanque descrito anteriormente, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.

Henan Wanda Chemical Equipment Co., Ltd. [Verificado]

Productos ▾
Detalles de la Empresa ▾
Datos de contacto



wandamachine.en.alibaba.com

ZOOM

de acero inoxidable tanques de almacenamiento vertical

Precio FOB:	\$ 1000-10000 Obtenga el Último Precio
Puerto:	Shanghai
Cantidad de pedido mínima:	1 Set/s 1
Capacidad de suministro:	1 Set/s por Trimestre 20 días
Plazo de entrega:	el real tiempo de entrega
Condiciones de pago:	L/C,T/T

Mr. Tiger Wu

Chatear con el proveedor

✉ Contactar Proveedor

Figura A VIII. 1 Tanque vertical para dilución/almacenamiento
(Henan Wanda Chemical Equipment Co., Ltd, 2014)

ANEXO IX

CARACTERISTICAS DEL CRISTALIZADOR HANGZHOU HAISHUN PHARMACEUTICAL MACHINERY

En el Anexo IX se presentan las características del cristalizador de fondo cónico que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: reactor tipo tanque con fondo cónico, modelo HS
3. Material: acero inoxidable SS 304 o SS316
4. Estructura: según especificaciones del usuario
5. Volumen: 50-10000 L
6. Certificaciones: CE, ISO 9001 e ISO 14001

En la Figura A IX. 1 se presenta el cristalizador de fondo cónico descrito anteriormente, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.



Tanque de acero inoxidable con fondo cónico (el certificado del ce)

Precio FOB:	\$ 2560-24903 Obtenga el Último Precio
Puerto:	Ningbo
Cantidad de pedido mínima:	1 Unidad/es el tanque de almacenamiento
Capacidad de suministro:	2000 Unidad/es por Año cónica del tanque
Plazo de entrega:	35 días después de la confirmación
Condiciones de pago:	L/C,T/T

Cantidad +
Unidad/es ▾

Figura A IX. 1 Cristalizador de fondo cónico
(Hangzhou Haishun Pharmaceutical Machinery Co., Ltd, 2014)

ANEXO X

CARACTERISTICAS DEL CALDERO ZHANGJIAGANG PREFLY THERMAL TECHNOLOGY

En el Anexo X se presentan las características del caldero que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: una vez a través, modelo WNS
3. Material: 100% tantalio y acero
4. Estructura: tubo de fuego
5. Presión de servicio: 7, 10, 12.5 y 16 bar
6. Combustible: oil, gas y heavy oil.
7. Marca del quemador: Itlay
8. Certificaciones: ASME, ISO 9001

En la Figura A X. 1 se presenta el caldero descrito anteriormente, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.



Zhangjiagang Prefly Thermal Technology Co., Limited [Verificado]

Productos ▾ Detalles de la Empresa ▾ Datos de Contacto

precios de calderas industriales

Precio FOB:	\$ 3000-150000 Obtenga el Último Precio
Puerto:	Shanghai,ningbo, qingdao etc
Cantidad de pedido mínima:	1 Set/s Generador de vapor horizontal
Capacidad de suministro:	100 Set/s por Mes Generador de vapor horizontal
Plazo de entrega:	10 días o 15 días.
Condiciones de pago:	L/C,T/T,Western Union

Cantidad Set/s ▾

Responder dentro de 12 24 48 72 horas

Figura A X. 1 Cristalizador de fondo conico

(Zhangjiagang Prefly Thermal Technology Co., Ltd, 2014)

En la Tabla A X. I se presenta las características del caldero de acuerdo a la producción de vapor, temperatura, presión, eficiencia, etc.

Tabla A X. 1 características técnicas del caldero seleccionado

项目 (Item)		WNS0.5		WNS0.75	WNS1		WNS1.5		WNS2		WNS3		
		-Y(O)		-Y(O)	-Y(O)		-Y(O)		-Y(O)		-Y(O)		
额定蒸发量 Rated evaporation	Kg/h	500		750	1000		1500		2000		3000		
工作压力 Working pressure	Mpa	0.7	1.0	0.7	0.7	1.0	1.0	1.25	1.0	1.25	1.0	1.25	
工作温度 Working temperature	℃	171	184	171	171	184	184	193	184	193	184	193	
给水温度 Feed water temperature	℃	20		20	20		20		20				
热效率 Efficiency	%	94.39	94.19	94.61	95.26	95.06	94.46	94.35	96.01	95.91	96	96	
水容量 Water capacity	L	1643	1643	2215	2410	3200	3650	3650	5000	5000	5500	5500	
蒸汽出口 Water outlet	mm	50	50	50	50	50	65	65	65	65	80	80	
进水口 Feed water inlet	mm	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	
排污阀 Drain valve	mm	40	40	40	40	40	50	50	50	50	50	50	
安全阀 Safety valve	mm	40	40	40x2	40x2	40x2	40x2	40x2	40x2	40x2	50x2	50x2	
烟道口 Chimney	mm	219		280	280		330		330		400		
外形尺寸 Size	长 Length	mm	3100	3100	3200	3200	3400	3605	3605	4150	4150	4500	4500
	宽 Width	mm	2150	2150	1900	1860	1900	1850	1850	2200	2200	2150	2150
	高 Height	mm	1870	1870	2160	2226	2250	2200	2200	2500	2500	3000	3000
运输重量 Transport weight	Kg	3000	3200	3880	4800	4960	5940	6230	7400	7860	10200	10800	
底座尺寸 Size of base	mm	1000	1000	1050	1150	1150	1200	1200	1300	1300	1400	1400	
	mm	2000	2000	2100	2800	2800	3000	3000	3350	3350	3930	3930	
燃料消耗 Fuel consumption	轻油 Light oil	Kg/h	33.06	33.27	49.6	64.76	71	101.1	101.1	129	142	210	210
	天然气 L.N.G	Nm ³ /h	40.11	40.37	60.2	78.59	83.6	122.3	122.3	157	167	250	250
	城市煤气 C.G	Nm ³ /h	81.6	82.2	128.1	164.2	174.7	259.9	259.9	333.6	354.8	531.2	531.2

ANEXO XI

CARACTERISTICAS DE LAS BOMBAS ZHEJIANG BETTER

En el Anexo XI se presentan las características de las bombas centrífugas que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: bomba centrífuga, modelo ISW
3. Material: acero al carbón
4. Estructura: un solo cuerpo
5. Usos: agua o líquidos de carácter químico
6. Presión: de alta presión
7. Combustible: diesel

En la Figura A XI. 1 se presenta la bomba anteriormente, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.



Figura A XI. 1 Bomba Centrífuga

(Zejiang Better Co., Ltd, 2014)

ANEXO XII

CARACTERISTICAS DEL HOMOGENIZADOR WENZHOU FLOWTAM LIGHT INDUSTRY MACHINERY

En el Anexo XII se presentan las características del homogenizador para el cristalizador, que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: homogenizador, modelo BRH
3. Material: acero inoxidable SS-304 o SS-316
4. Modo de operación: de alta cizalladura
5. Energía: 1,1-75 kW
6. Velocidad: 2900 RPM

En la Figura A XII. 1 se presenta el homogenizador, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.

Wenzhou Flowtam Light Industry Machinery Co., Ltd. [Verificado]

Productos ▾ Detalles de la Empresa ▾ Datos de Contacto



de corte de alta mezclador homogeneizador

Precio FOB: \$ 500-3000
[Obtenga el Último Precio](#)

Puerto: Ningbo

Cantidad de pedido mínima: 1 Unidad/es

Capacidad de suministro: 100 Unidad/es por Mes

Plazo de entrega: 15-30days

Condiciones de pago: L/C,T/T,Western Union

Cantidad Unidad/es ▾

Figura A XII. 1 Homogenizador para el cristalizador

(Flowtam Light Industry Machinery Co., Ltd, 2014)

ANEXO XIII

CARACTERISTICAS DEL AGITADOR SHANGAI QILEE ENVIRONMENTAL PROTECTION EQUIPMENT

En el Anexo XIII se presentan las características del agitador para el tanque de dilución, que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: mezclador de líquido, modelo HSL-750
3. Material: acero inoxidable SS-304 o SS-316
4. Capacidad máxima de carga: 15 m³
5. Energía: 1-2,2 kW
6. Voltaje: 220 o 380 V

En la Figura A XIII. 1 se presenta el agitador, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.

Shanghai Qilee Environmental Protection Equipment Co., Ltd. [\[Verificado\]](#)

Productos ▾ Detalles de la Empresa ▾ Datos de Contacto



QILEE Environmental Protection Equipment

CE ZOOM

quimica industrial liquido mezclador

Precio FOB: \$ 1000-2000
[Obtenga el Último Precio](#)

Puerto: Shanghai

Cantidad de pedido mínima: 1 Set/s mezclador de líquido

Capacidad de suministro: 100 Set/s por Mes

Plazo de entrega: 15 días después del depósito receiving

Condiciones de pago: L/C,D/A,D/P,T/T,Western Union,MoneyGram,Palpay

Cantidad: Set/s ▾

Responder dentro de: 12 24 48 72 horas

Figura A XIII. 1 Agitador para el tanque de dilución
(Shanghai Qilee Environmental Equipment Co., Ltd, 2014)

ANEXO XIV

CARACTERISTICAS DEL SERPENTÍN BAOJI SANXIAN NON-FERROUS METAL MANUFACTURING

En el Anexo XIV se presentan las características serpentín para el cristizador, que podría cumplir con los requerimientos del proceso estudiado.

1. Condición: Nuevo
2. Tipo: bobina, modelo GR-5
3. Material: Titanio
4. Dimensión: de acuerdo al requerimiento del usuario
5. Diámetro: hasta 4 pulg
6. Espesor: hasta 0,23 pulg

En la Figura A XIV. 1 se presenta el serpentín, y se incluye el rango de costos del equipo de acuerdo a la capacidad.



heat interchanger titanium coil tube
Gr2

FOB Price:	US \$100 - 200 / Piece Get Latest Price
Min. Order Quantity:	2 Piece/Pieces support trial order
Supply Ability:	5000 Kilogram/Kilograms per Month as your delivery time
Port:	Tianjin port
Payment Terms:	T/T, Western Union

[Contact Supplier](#)

[Leave Messages](#)

[See larger image](#) ZOOM

Figura A XIV. 1 Serpentín para el cristizador

(Baoji Sanxian Non-ferrous Metal Manufacturing Co., Ltd, 2014)