

2ej



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

“ ESTABLECIMIENTO DE LA SECUENCIA  
DE OPERACIÓN DE UN REACTOR  
INTERMITENTE ”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

I N G E N I E R O Q U Í M I C O

P R E S E N T A

JUAN PAREDES DE LA ROSA



MÉXICO, D.F.



EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUÍMICA

1999

278666

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

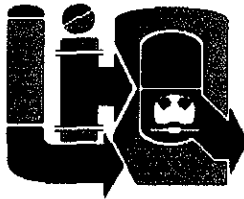
El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición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

## **Jurado asignado:**

Presidente: Prof. Jesús Torres Merino.  
Vocal: Prof. Celestino Montiel Maldonado.  
Secretario: Prof. María Rafaela Gutiérrez Lara.  
Primer Suplente: Prof. Rogelio Cuevas García.  
Segundo Suplente: Prof. Rafael Herrera Nájera.

## **Sítio donde se desarrolló el tema:**

Laboratorio de Ingeniería Química  
Facultad de Química. UNAM.  
México, D.F.



LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA

**Asesor del tema:**

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. R. Lara', written over a horizontal line.

Ing. María Rafaela Gutiérrez Lara

**Sustentante:**

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Juan Paredes De La Rosa', written over a horizontal line.

Juan Paredes De La Rosa

## **DEDICATORIAS**

*A mis Padres: Cele (f) y Lázaro.*

*Puesto que siempre he recibido luz de sus anhelos y esperanzas que son el motivo de mis afanes.*

*A mis Hermanos: Arturo, Vero, Hilda, Tere y Vianney.*

*Es muy difícil expresar en pocas líneas todo el sentimiento que tengo, porque esto, es obra de ustedes.*

*A mi tío Salvador por todo lo que significa en mi vida.*

*A mis Amigos: Alejandro, Carlos, Miguel, Balam, Luis Fernando, Juan Carlos, Machuca, Patus, Sergio y Paty*

*A los unos y los otros por su amistad otorgada, porque en esta etapa importante de nuestras vidas maduramos juntos y nos emborrachamos revueltos a excepción de Paty por supuesto.*

## ***AGRADECIMIENTOS***

*A la Facultad de Química y la  
Universidad Nacional Autónoma de México  
Porque me recibió y formó.*

*Al Laboratorio de Ingeniería Química  
Por las facilidades otorgadas*

*A la Ing. María Rafaela Gutiérrez Lara  
Por el tiempo invertido y apoyo otorgado.*

*Al Doctor Jesús Torres Merino  
Por el entusiasmo y ayuda proporcionada.*

*A todos los profesores que han depositado  
en mí sus conocimientos y un trozo de personalidad.*

*A Salud por despertarme siempre cuando  
dormitaba frente al reactor.*

---

# Contenido

	<b>Pag.</b>
<b>Resumen</b>	1
<b>Introducción</b>	2
<b>Objetivos</b>	4
<b>1. Generalidades</b>	5
1.1. Aspectos Generales	5
1.1.1 Operaciones de difusión	6
1.1.2 Separaciones mecánicas	7
1.2. Propiedades físicas y Químicas	10
<b>2. Parte experimental</b>	15
2.1 Reacción	15
2.1.1 Mecanismo de Reacción	16
2.2 Descripción del equipo	18
2.2.1 Pruebas de reacción	18
2.2.2 Reactor PIGNAT	19
2.2.3 Accesorios del reactor PIGNAT	20
2.2.4 Diagrama de válvulas del reactor PIGNAT	23
2.3. Análisis de muestra	24
2.3.1 Cromatografía de gases	24

---

---

2.4. Desarrollo experimental	24
2.4.1 Pruebas de reacción	24
2.4.2 Reacción en el reactor PIGNAT	26
2.4.3 Diagramas de flujo de proceso	28
2.5. Recuperación de Butanol	29
2.5.1 Purificación	29
2.5.2 Mecanismo de reacción	30
2.5.3 Diagrama de flujo de purificación	32
<b>3. Análisis de resultados</b>	<b>33</b>
3.1 Pruebas de reacción	33
3.2 Reacción en el reactor PIGNAT	47
<b>4 Elaboración del guión a implementar</b>	<b>57</b>
4.1 Guión	57
4.2 Cuestionario	60
4.3 Problema propuesto	61
4.4 Ejemplo numérico	63
<b>5 Discusión de resultados</b>	<b>67</b>
<b>6 Conclusiones</b>	<b>68</b>
<b>APENDICE A</b>	<b>69</b>
<b>APENDICE B</b>	<b>72</b>
<b>APENDICE C</b>	<b>75</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>79</b>

---

---

## RESUMEN

Se realizaron pruebas de reacción de esterificación con Butanol y Ácido Acético utilizando como catalizador Ácido sulfúrico concentrado, para producir Acetato de Butilo; dichas pruebas, se realizaron en un matraz bola calentado por una mantilla de calentamiento; estas reacciones se realizaron con el fin de encontrar una relación molar óptima de reacción de Butanol Ácido Acético respectivamente, así como la mejor concentración de catalizador que disminuyeran el tiempo de reacción.

Se realizaron reacciones con relación molar de 3:1 y 5:1 de Butanol Ácido Acético respectivamente, variando las concentraciones de catalizador así como la temperatura de los reactivos al agregar el mismo; tomando como base la bibliografía consultada relacionada con el tema.

Con la información obtenida de las pruebas de reacción se extrapoló la reacción a un reactor PIGNAT con capacidad de 10 Litros, se realizaron reacciones con una relación molar de 5:1 de Butanol Ácido Acético respectivamente y 0.10 w/w de catalizador; se realizaron reacciones variando las condiciones del proceso, para establecer la secuencia de operación del reactor Batch para la elaboración de un Guión experimental para el laboratorio de Ingeniería de Reactores.

Considerando el volumen de reactivos involucrados, particularmente el del Butanol se diseñó un proceso de recuperación del Butanol, por medio de una saponificación con sosa concentrada; el proceso de recuperación involucra operaciones unitarias de separación propias de la Ingeniería Química, las cuales fueron socorridas para la recuperación del Butanol puro.



---

# INTRODUCCIÓN

Los reactores químicos pueden tener una gran variedad de tamaños, formas y condiciones de operación. Uno de los mas comunes es el pequeño matraz o vaso que se usa en el laboratorio químico para las reacciones en fase líquida. El otro extremo en cuanto al tamaño lo constituyen los grandes recipientes cilíndricos empleados en la industria del petróleo, por ejemplo, en el cracking de hidrocarburos.

Así en general podemos hablar de dos grandes clasificaciones, esto es, por la forma y por el modo de operación de los reactores, estas a su vez se subdividen en dos partes cada una quedando como se muestra a continuación:

Forma      }    Reactor de tanque con agitación (RTA)  
              }    Reactor de flujo tubular o flujo tapón

Modo de    }    Reactor batch o intermitente (Por lotes)  
operación  }    Reactor de flujo continuo

- 
- **Reactor RTA** : este reactor esta equipado con un agitador eficiente, la composición y la temperatura de la masa reaccionante tendera a ser iguales en todas las zonas del reactor, es decir existe uniformidad en todas las propiedades.
  - **Reactor de flujo tubular**: en este reactor cilíndrico no existe mezclado en la dirección del flujo; en este caso, la masa reaccionante consiste de elementos de flujo que son independientes entre si, teniendo cada uno diferente composición, temperatura, etc.

Esta clasificación tiene una importancia básica en el diseño, pues para cada tipo de reactor se pueden aplicar formas simplificadas de las ecuaciones de conservación de la masa y la energía.

- **Reactor Batch**: en este se cargan los reactivos se lleva hasta la temperatura de reacción, se mantiene en estas condiciones por un determinado lapso de tiempo, y después se extrae el producto de la reacción. Se caracteriza por la variación en el grado de reacción y en las propiedades de la mezcla reaccionante con el transcurso del tiempo.
- **Reactor de flujo continuo**: este opera en forma continua con un flujo estable tanto de entrada de reactantes como de salida de productos, es decir el grado de reacción puede variar con respecto a la posición en el reactor, pero no en función del tiempo.

---

## OBJETIVOS

- *Determinar la relación molar de Butanol y Ácido Acético, así como la concentración de catalizador que reducen el tiempo de reacción.*
- *Establecer la secuencia de operación de un reactor intermitente considerando las características del proceso y el tiempo empleado en realizarlo.*
- *Elaborar un guión experimental para el laboratorio de Ingeniería de Reactores.*

---

# 1. GENERALIDADES

## 1.1. Aspectos generales

Aun cuando las reacciones químicas representan la parte central de muchos de los procesos que interesan a los Ingenieros Químicos, en la mayoría de las operaciones en procesos industriales no se efectúan reacciones. Frecuentemente es necesario separar los componentes de una mezcla en fracciones individuales.

Los procedimientos para separar los componentes de las mezclas son de dos clases. Uno de ellos incluye métodos, llamados operaciones de difusión, que implican cambios de fase o de transferencia de materia de una fase a otra. La segunda clase comprende métodos, llamados separaciones mecánicas, que son útiles para partículas sólidas o gotas líquidas.

A continuación sólo se enfocan las operaciones involucradas en el presente proceso y que son de particular interés.

---

### 1.1.1 Operaciones de difusión

Hay un grupo de operaciones para la separación de los componentes de mezclas que se basan en la transferencia de materia desde una fase homogénea a otra. Contrariamente a lo que ocurre con las separaciones puramente mecánicas, estos métodos utilizan diferencias de presión de vapor o de solubilidad, y no de densidad o de tamaño de las partículas. La fuerza impulsora de la transferencia es una diferencia o gradiente de concentración, de la misma forma que un gradiente o diferencia de temperatura constituye la fuerza impulsora de la transmisión de calor. Estos métodos, que se engloban bajo la denominación de « operaciones de transferencia de materia », incluyen técnicas tales como destilación, absorción de gases, deshumidificación, extracción líquido-líquido, lixiviación, cristalización, además de otras.

El objetivo de la destilación es separar, mediante vaporización, una mezcla líquida de sustancias miscibles y volátiles en sus componentes individuales o, en algunos casos, en un grupo de componentes. Ejemplos de destilación son la separación de alcohol y agua en sus componentes; el aire líquido en nitrógeno, oxígeno y argón; y un crudo de petróleo en gasolina, Keroseno, fuel-oil y aceites lubricantes.

---

La cristalización consiste en la formación de partículas sólidas en el seno de una fase homogénea. Las partículas se pueden formar en una fase gaseosa como en el caso de la nieve, mediante solidificación a partir de un líquido como en la congelación de agua para formar hielo o en la manufactura de monocristales, o bien por cristalización de soluciones. La cristalización a partir de soluciones es una importante operación industrial, debido a que un gran número de productos se presentan en el mercado en forma cristalina. Su amplia aplicación se basa en el hecho de que a partir de soluciones impuras se forman cristales puros, lo cual constituye un método práctico de obtener sustancias químicas puras en una forma adecuada para su envasado y almacenamiento.

### **1.1.2 Separaciones mecánicas**

La separación mecánica se puede aplicar a mezclas heterogéneas, pero no a soluciones homogéneas. Los coloides, que son una clase intermedia de mezclas, no se tratan generalmente por los métodos expuestos en este compendio, que está especialmente dedicado a partículas mayores de 1/10 de micrón. Las técnicas se basan en

---

diferencias físicas entre las partículas tales como el tamaño, la forma, o la densidad (decantación). Se aplican para separar líquidos de líquidos, sólidos de gases, líquidos de gases, sólidos de sólidos y sólidos de líquidos. Dos métodos generales son el uso de un tamiz, medio filtrante, o membrana, tal como una criba o un filtro, que retiene un componente y permiten el paso del otro, y la utilización de las diferencias en la velocidad de sedimentación de las partículas o gotas cuando se mueven a través de un líquido o de un gas.

La filtración es la separación de partículas sólidas contenidas en un fluido pasándolo a través de un medio filtrante, sobre el que se depositan los sólidos. La filtración industrial va desde el simple colado hasta separaciones altamente complejas. El fluido puede ser un líquido o un gas; las partículas sólidas pueden ser gruesas o finas, rígidas o plásticas, redondas o alargadas, individualidades separados o agregados. La suspensión de alimentación puede llevar una fracción elevada o muy baja de sólidos. Puede estar muy fría o muy caliente, y estar sometida a vacío o alta presión. Todavía se introduce una nueva complejidad al considerar el valor relativo de las dos fases. A veces es el fluido la fase valiosa a veces lo es el sólido y otras ambos.

---

En algunos casos la separación de las fases debe ser prácticamente completa; en otros solo se desea una separación parcial.

La decantación se utiliza para la separación continua de dos líquidos no miscibles de densidades diferentes, desplazándose por medio de la presión hidrostática. Cuando la diferencia de densidades de los dos líquidos es pequeña, la fuerza de gravedad es demasiado débil para separar los líquidos en un tiempo razonable, utilizándose para estos casos decantadoras centrífugas.



## 1.2. Propiedades físicas y Químicas

*El conocimiento de las propiedades físicas de los reactivos es muy importante puesto que a lo largo del proceso tanto en la producción de Acetato de Butilo, como en la purificación del butanol las temperaturas de ebullición son pieza clave para saber en que momento se debe detener la reacción; en cuanto a la toxicidad es necesario tener las precauciones correspondientes:*

### ACETATO DE BUTILO

n-Butil acetato :  $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}_2\text{H}_5$

Peso molecular : 116.16

Punto de fusión :  $-73.5\text{ }^\circ\text{C}$

Punto de ebullición :  $126.1\text{ }^\circ\text{C}$

Gravedad específica : 0.882<sup>20</sup>

Índice de refracción : 1.3947<sup>20</sup>

Punto flash :  $72\text{ }^\circ\text{F}$  (closed cup) y  $90\text{ }^\circ\text{F}$  (open cup)

Limite explosivo en el aire : 1.7 a 15% por volumen

Velocidad de evaporación : 1.0 (es el standard)

Soluble en todas proporciones con solventes orgánicos

Soluble en 0.7% en peso con agua

Forma azeotropo binario a  $90.2\text{ }^\circ\text{C}$  conteniendo 28.7% de agua

Forma azeotropo ternario con agua y n-butil alcohol a  $89.4\text{ }^\circ\text{C}$

conteniendo 37.3% de agua y 27.4% de n-butil alcohol

LD<sub>50</sub> oral en ratas : 14.13 g/Kg.

### TOXICIDAD:

Síntomas potenciales de sobreexposición son: dolor de cabeza, adormecimiento; sequedad e irritación de ojos, desgasta la piel y el sistema respiratorio.

### USOS:

Manufactura de lacas, cueros artificiales, filmes fotográficos, plásticos, lentes de protección.

---

## ALCOHOL BUTILICO

n-Butil alcohol :  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$   
Peso molecular : 74.12  
Punto de ebullición (760 mmHg) : 117.73 °C  
Punto de fusión : -89.3 °C  
Gravedad especifica (20/4 °C) : 0.8098  
Índice de refracción : 1.3993<sup>20</sup>  
Viscosidad (cp a 20 °C) : 2.95  
Calor específico (cal/g ,20°C) : 0.558  
Calor de vaporización : (cal/g) : 141.3  
Calor de combustión (Kcal/g) : 8.62  
Temperatura critica : 287 °C  
Presión critica : 48.4 atm.  
Punto flash (Tag open cup) : 39 °C  
Temperatura de autoignición : 343 °C  
Tensión superficial (dyn/cm , 20 °C) : 24.6  
Limite explosivo en el aire : 1.4- 11.2 % Vol  
Solubilidad en el agua wt % : 7.7<sup>20</sup>  
Solubilidad en el agua wt % : 7.1<sup>30</sup>  
Solubilidad de agua wt % : 20.1<sup>20</sup>  
Solubilidad de agua wt % : 20.6<sup>30</sup>  
LD<sub>50</sub> oral en ratas : 4.36 g/Kg.

### TOXICIDAD:

Síntomas potenciales por sobreexposición son : irritación de ojos, nariz y garganta; dolor de cabeza, vértigo y adormecimiento, inflamación de cornea, vista nublada, lagrimacion y fotofobia; resequedad y agrietamiento de la piel.

### USOS:

Como solvente para grasas, ceras, resinas, goma de laca, barniz, gomas , etc..  
Manufactura de lacas, rayón, detergentes, otros compuestos butilicos.

---

## ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL

Ácido acético :  $\text{CH}_3\text{COOH}$

Peso molecular : 60.05

Gravedad específica : 1.049

Punto de fusión :  $16.7^\circ\text{C}$

Punto de ebullición :  $118^\circ\text{C}$

Densidad (sólido) : 1.266

Índice de refracción : 1.3718

Punto flash (closed cup) :  $103^\circ\text{F}$

Débilmente ionizado en solución acuosa

pKa : 4.74

pH de solución acuosa 1.0 Molar : 2.4

0.1 Molar : 2.9

0.01 Molar : 3.4

LD<sub>50</sub> oral en ratas : 3.53 g/Kg.

Excelente solvente para muchos compuestos orgánicos; así como para disolventes fosforosos, sulfurosos y ácidos halogenados.

Miscible con agua, alcohol, glicerol, éter, tetracloruro de carbono.

Prácticamente insoluble en disulfuros carbonosos.

Incompatible con carbonatos, hidróxidos, muchos óxidos y fosfatos, etc.

### TOXICIDAD :

Su ingestión puede causar severa corrosión de boca y sistema digestivo, con vómitos, hematemesis, diarrea, colapso circulatorio, uremia, muerte.

La exposición crónica puede causar erosión del esmalte dental, bronquitis, irritación de ojos.

### USOS:

Manufactura de varios acetatos, compuestos acetilados, acetato de celulosa, acetato de ryon, plásticos y hules, en curtidos; lavados agrios; impresiones en tela de indiana y teñido de seda; como acidulante en preservativos de alimentos; solvente para gomas, resinas, aceites volátiles y muchas otras sustancias; algunas veces utilizado en síntesis orgánicas comerciales; auxiliar farmacéutico (acidificante).

---

## ACETATO DE SODIO

Acetato de sodio :  $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na}$

Peso molecular : 82.03

Gravedad específica : 1.45

Punto de fusión : 58 °C

Se vuelve anhidro : 120 °C

Un gramo se disuelve en : 0.8 ml de agua

Un gramo se disuelve en : 0.6 ml de agua caliente

Un gramo se disuelve en : 19 ml de alcohol

pH de solución acuosa 0.1 mol a 25 °C : 8.9

Estructura transparente cristalina o granulosa

Eflorescente en aire caliente

Se descompone a altas temperaturas

Alto poder higroscópico

Muy soluble en agua

Moderadamente soluble en alcohol trihidratado.

### USOS:

En forma anhidra como auxiliar en acetilaciones.

Trihidratado en fotografías; como reactivo en química analítica para eliminar el efecto de los ácidos fuertes (buffer); en grado técnico es utilizado como anticorrosivo en tinturas.

Como acidulante en alimentos. Ácido farmacéutico (solución en diálisis).

---

## HIDROXIDO DE SODIO

Hidróxido de sodio ; NaOH

Peso molecular : 40

Gravedad específica (sólido) : 2.13<sup>25</sup>

Punto de ebullición : 318

pH de solución 0.05% peso : 12

pH de solución 0.5 % peso : 13

pH de solución 5.0 % peso : 14

Un gramo se disuelve en 0.9 ml de agua

Un gramo se disuelve en 0.3 ml de agua caliente

Un gramo se disuelve en 7.2 ml de alcohol

Un gramo se disuelve en 4.2 ml de metanol

Soluble también en glicerol.

Sólido fundible con fractura cristalina.

Rápido absorbente de dióxido de carbono y agua del aire.

Existe en sólo o en grumos, barras, pellets, chips, etc.

Cuando se disuelve genera una cantidad importante de calor, así también cuando se mezcla con ácidos.

LD<sub>50</sub> oral en conejos : 500mg/Kg.

### TOXICIDAD:

Muy corrosivo (cáustico) para tejidos animales y vegetales así como para el aluminio en presencia de humedad. Síntomas

potenciales por sobreexposición són:

irritación de nariz; neumonía; quemadura de ojos y piel, pérdida temporal del cabello.

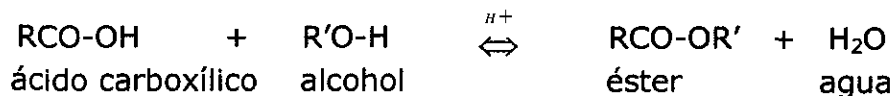
### USOS:

Las soluciones de NaOH són utilizadas para neutralizar ácidos y formar sales de sodio, por ejemplo en la refinación de petróleo para remover ácidos orgánicos y sulfúrico; para el tratamiento de celulosa en la producción de rayón y celofán viscoso; en la reutilización de gomas de desecho de las fábricas; en la producción de plásticos; hidroliza grasas y forma saponificaciones; precipita alcaloides(bases) y más metales(como hidróxidos).

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Reacción

Un alcohol y un ácido carboxílico reaccionan en presencia de una pequeña cantidad de un ácido fuerte formando un éster:



Esta reacción en equilibrio es el método más común para preparar un éster. En ausencia de un catalizador ácido (el ácido carboxílico no es suficientemente fuerte para este objeto) la esterificación es muy lenta, pero unas cuantas gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado catalizan la reacción de tal manera que la condición al equilibrio se alcanza al calentar durante unas cuantas horas. La posición de equilibrio, esto es, la proporción de ácido y alcohol que se transforma al éster, varían dependiendo de los reactivos en particular, sin embargo, en la práctica la condición al equilibrio puede desplazarse empleando un gran exceso de alcohol o de ácido y también agregando un agente deshidratante o eliminando el agua conforme se produce. El  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado tiene un doble papel, actúa como catalizador ácido y como agente deshidratante eliminando el  $\text{H}_2\text{O}$  tan pronto se forma, por dilución del ácido.

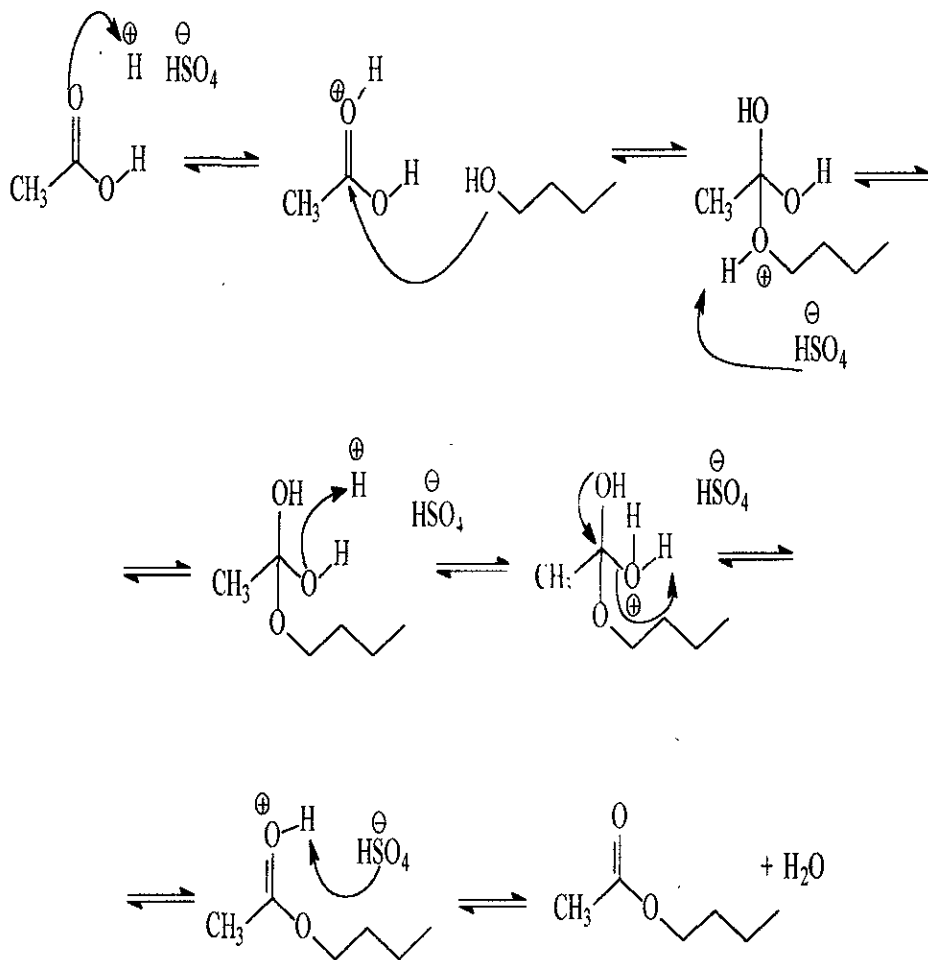
---

### 2.1.1 Mecanismo de reacción

Usando isótopos, se ha demostrado<sup>(7)</sup> que durante la esterificación de un ácido por un alcohol, el enlace que se rompe es el que une al grupo oxhidrilo del ácido con el carbonilo; un alcohol que contenga el isótopo  $^{18}\text{O}$  al esterificarse con un ácido retiene el oxígeno marcado en el éster. Como la esterificación es una reacción reversible, los enlaces que se rompen durante la esterificación, se forman también durante la hidrólisis del éster. La esterificación no ocurre en solución básica y es muy lenta en solución neutra. Por lo tanto es muy probable que un protón intervenga en forma esencial durante el proceso.

Un ácido puede protonarse fácilmente debido a la avidez del átomo de oxígeno del carbonilo por los electrones, lo cual lo hace débilmente negativo y por consiguiente apto para recibir protones. Un alcohol tiene un par de electrones no compartidos en el átomo de oxígeno y se comporta como un nucleófilo frente al ácido protonado; posteriormente ocurre la migración de un protón y la pérdida de agua, así como la eliminación de un protón, con lo cual se completa la esterificación.

**El mecanismo de reacción de la esterificación es como sigue:**





## 2.2. Descripción del equipo

### 2.2.1 Pruebas de reacción

Las pruebas de reacción se realizaron en un matraz bola de tres bocas con capacidad de 100 ml. a presión atmosférica con un volumen total de la mezcla de 50 ml; el calentamiento se llevó a cabo con una mantilla de calentamiento, la temperatura se tomó con un termómetro de  $-10^{\circ}\text{C}$  a  $100^{\circ}\text{C}$  sostenido por un portatermómetro de vidrio, se utilizó un refrigerante, un tapón de vidrio esmerilado para la toma de muestras por medio de una jeringa de plástico y lana mineral como aislante del reactor.

El arreglo del equipo lo muestra el siguiente esquema:

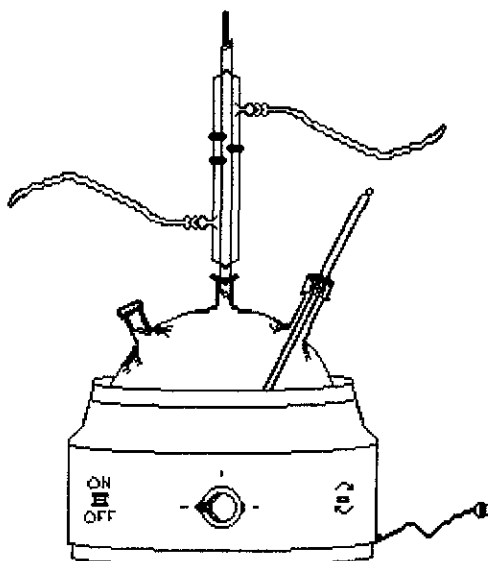


Figura 1.

---

## **2.2.2 Reactor PIGNAT**

El equipo de reacción PIGNAT figuras 2(Esquema de principio) y 3(Esquema de válvulas), con capacidad de 10 Litros consta de un reactor de 10 litros encamisado de vidrio, un eje de agitación, un agitador de tres palas, un motor de agitación con variador manual, sensores de temperatura, columna de destilación con empaque de acero inoxidable, cabeza de reflujo magnética completa, un condensador, un frasco condensador horizontal, un refrigerante de destilado, un decantador encamisado, dos recipientes graduados con capacidad de dos litros, un termorregulador y un panel de control.

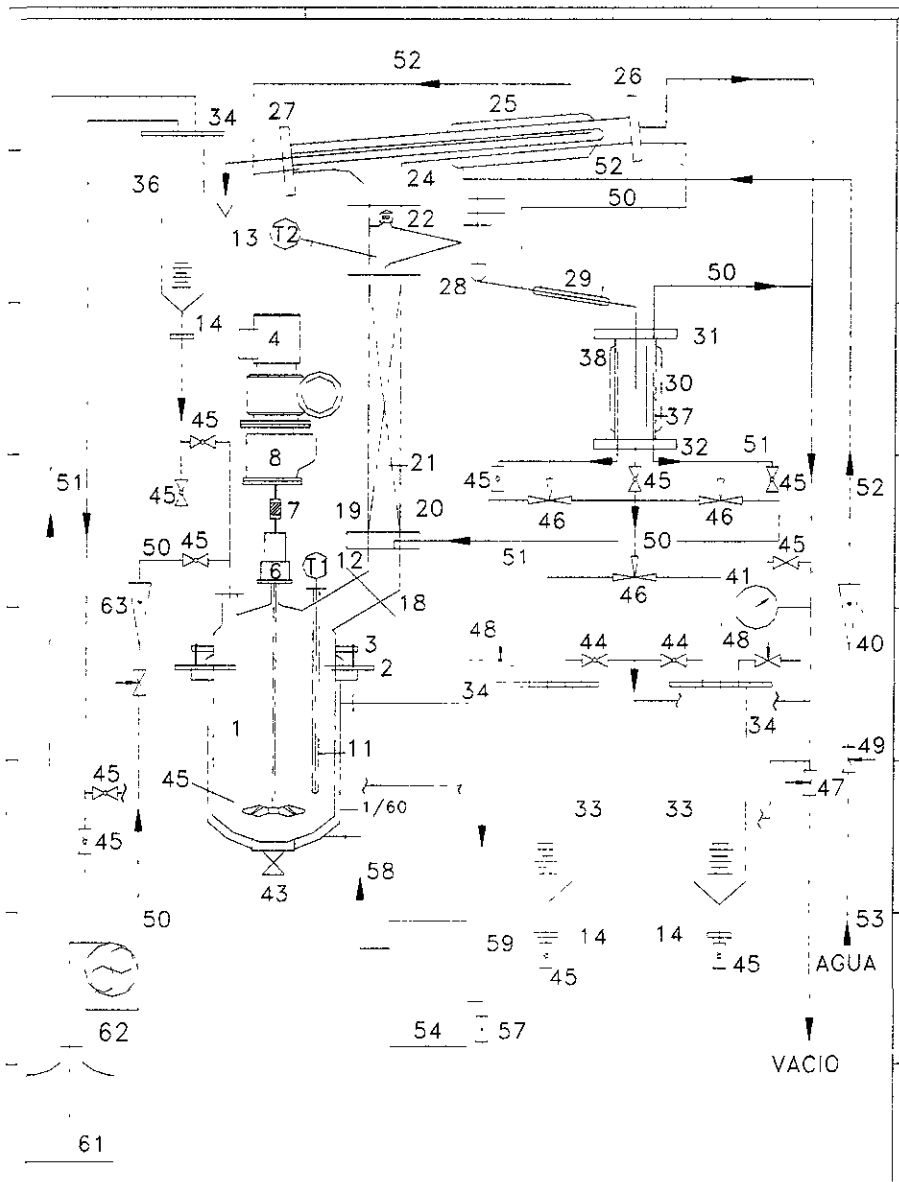
Los servicios con los que cuenta el equipo son agua de enfriamiento, aceite Gilotherm y energía eléctrica.

## 2.2.4 Accesorios del reactor PIGNAT

### LISTA DE COMPONENTES

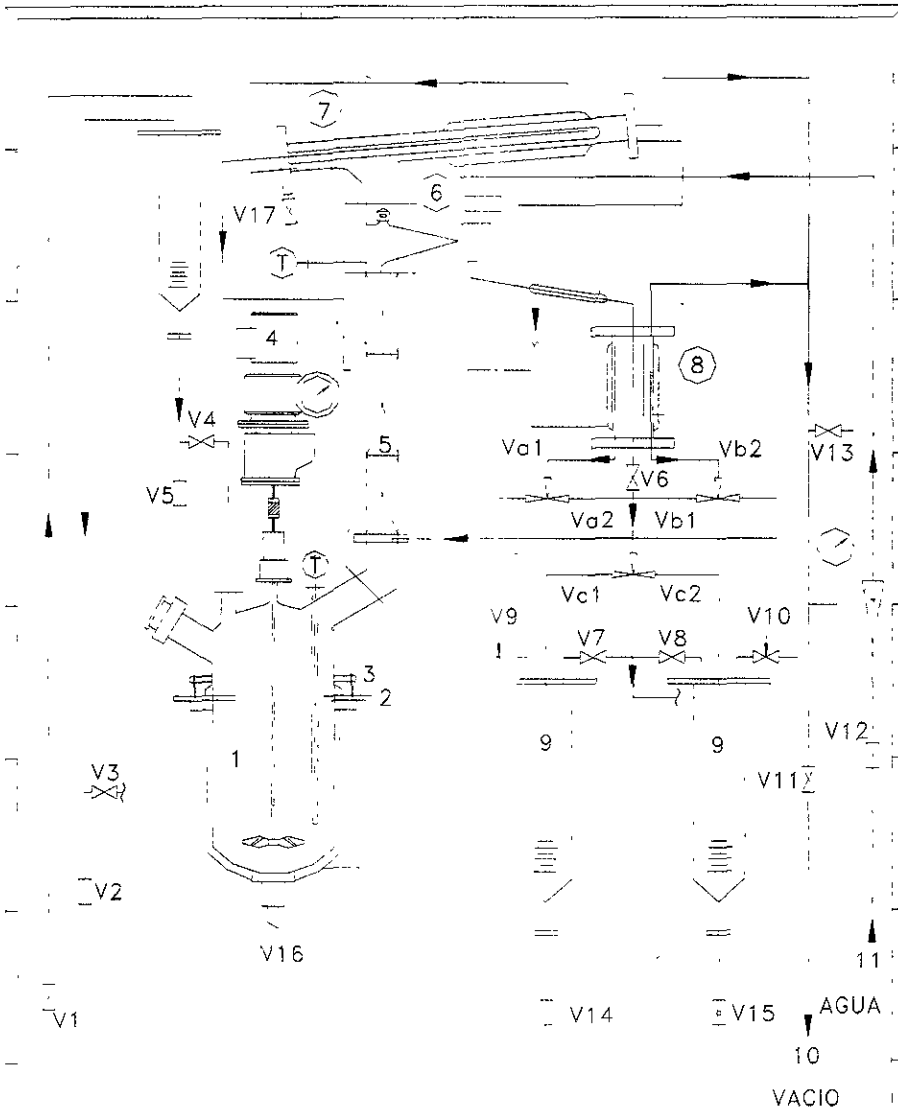
REP	CÓDIGO	COMPONENTES	QTD
1	3025 04 B	REACTOR 10 LITROS DN 200 ENCAMISADO - DE ACERO INOXIDABLE	1
2	3083246	PLACA JUNTA SOPORTE TAPA DN 200 CON PATAS	1
3	9990281201A	TAPA DN 200 CON 7 TUBERÍAS 25 + 4X15 + 50X2	1
4	2810 13B	EJE DE AGITACIÓN D = 14	1
5	2810 20	AGITADOR DE TRES PALAS = 100	1
6	9029105	CAJA DE ACOPLAMIENTO EJE D = 14	1
7	2846 06	ACOPLAMIENTO ELÁSTICO MM 12K	1
8	900672	MOTOR DE AGITACIÓN VARIADOR MANUAL	1
9	990284607D	SOPORTE MOTOR VERTICAL MVIH	1
10	9990284625B	PROTECCIÓN DE AGITACIÓN LEXAN TRANSPARENTE	1
11	3029 03	TERMÓMETRO DN 15	1
12	907120160	SENSOR DE TEMPERATURA PT 100 L = 500	1
13	907120140	SENSOR DE TEMPERATURA PT 100 L = 150	1
14	999273607	BRIDA DN 15 ¼ " G	5
15	260240	TAPÓN DE VIDRIO DN 15 SCPP	1
16	2810 16 A	BRIDA DN 50 A ABERTURA RÁPIDA	1
17	2808 A	BRIDA DE REDUCCIÓN DN 25/15	1
18	9990284629A	CODO 45° DN 50	1
19	9990275505EB	PLATO DN 50 DESTILACIÓN DE ACERO INOXIDABLE DN 50	1
20	26001360	COLUMNA DN 50 X 600	1
21	303153	ELEMENTO MULTIKNIT DE ACERO INOXIDABLE DN 50 TIPO LABORATORIO	3
22	263623	CABEZA DE REFLUJO MAGNÉTICA COMPLETA	1
24	9990281010A	TE/CONDENSADOR A BUJÍA AXIAL	1
25	9990284900A	CONDENSADOR DN 50,400 P	1
26	2810 19B	BUJÍA AXIAL CONDENSADOR DN 50	1
27	2810 17B	FRASCO DN 50 CONDENSADOR HORIZONTAL	1
28	990302904A	FUNDA THERMO BX 15 + 2 T8 SALIDA DESTILADO	1
29	3029/04B	REFRIGERANTE DESTILADO D = 8	1
30	9990302925A	DECANTADOR DN 50 ENCAMISADO	1
31	2846 02B	BRIDA DN 50 SUPERIOR DECANTADOR	1
32	2846 04B	BRIDA DN 50 INFERIOR DECANTADOR	1

33	9990302901A	RECIBIDOR GRADUADO CAPACIDAD 2 LITROS DN 2 80	2
34	2810 02	BRIDA DN 80 SUPERIOR RECIBIDOR	3
36	9990302902A	RECIBIDOR GRADUADO CAPACIDAD 4 LITROS DN 1 80	1
37	9990284605C	TUBO DESBORDAMIENTO DECANTADOR DN 50	1
38	00028005	JUNTA DN 15 / Ø 14 POLIAMIDA	4
40	900612	MEDIDOR DE CAUDAL 40 A 400 L/HDN15 /DE PVC	1
41	900681	MANÓMETRO MEX 63 - 1/ + 0B - S = ¼"G + EKT 25781	1
43	KSTI 15	CUERPO DE VÁLVULA MANUAL DN 15	1
44	900721	VÁLVULA MANUAL DE ACERO INOXIDABLE 316L DN 80 BW PASO INTEGRAL	2
45	900599	VÁLVULA MANUAL MONOBLOC ¼ G" DE ACERO INOXIDABLE 316 L	11
46	900594	VÁLVULA MANUAL TRES VIAS D = 8 MM, DE ACERO INOXIDABLE 316 L PASO EN "L"	3
47	9000083303	VÁLVULA A AGUJA ½"G DE ACERO INOXIDABLE 316L	1
48	9000083301	VÁLVULA A AGUJA ¼"G DE ACERO INOXIDABLE 316L	2
49	900601	VÁLVULA A AGUJA ½"G DE LATON	1
50	305340608	FLEXIBLE DE PTFE Ø = 6 X 8 MM	3 m.
51	900571316	TUBO DE ACERO INOXIDABLE 316L, L = 8 X 1	5
52	305241219	FLEXIBLE DE VINILO ARMANDO Ø 12 X 19	6 m.
53	305241523	FLEXIBLE DE VINILO ARMANDO Ø 15 X 23	10 m
54	RH6 R13	TERMORREGULADOR	1
55	ELECTRICIDAD	PANEL DE CONTROL	1
56	2821 01 E	SOPORTE DE ACERO INOXIDABLE UPR 10	1
57	9000034803	VÁLVULA MANUAL MONOBLOC ½"G - ACERO INOXIDABLE 316L	1
58	RH6 R13	FLEXIBLE DE ACERO INOXIDABLE DN 15 X PN 10 L = 1200	1
59	RH6 R13	FLEXIBLE DE ACERO INOXIDABLE DN 15 X PN 10 L = 1200	1
60	3383/01A	REACTOR 10 LITROS DN 200 ENCAMISADO DE VIDRIO	1
61	9028604	FRASCO DE 10 LITROS DE POLIETILENO	1
62	86895	BOMBA DE ENGRANES	1
63	DK800R	MEDIDOR DE CAUDAL CON VÁLVULA DE AJUSTE INCORPORADA	1



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
 FACULTAD DE QUÍMICA  
 LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA REACTOR PIGNAT  
 ELABORO JUAN PAREDES DE LA ROSA ESQUEMA DE PRINCIPIO





UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
 FACULTAD DE QUÍMICA

LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA REACTOR PIGNAT

ELABORO JUAN PAREDES DE LA ROSA ESQUEMA DE VALVULAS



---

## **2.3. Análisis de muestra**

### **2.3.1 Cromatografía de gases**

El análisis de las muestras de reacción (**APENDICE A**) y la elaboración de las curvas de calibración (**APENDICE B**) se realizaron en un cromatógrafo de gases marca GOW-MAC de FID, que utiliza una columna empacada CRS 2' X ¼" con tamaño de malla 80/100 con número de malla 1400 y el Software de Cromatografía HP-CHEM.

## **2.4. Desarrollo experimental**

### **2.4.1 Pruebas de reacción**

En el arreglo de la figura 1 se realizaron previamente estas pruebas para posteriormente llevarlas en el reactor PIGNAT con capacidad de 10 litros.

Para las reacciones con relación molar 3:1 de Butanol y Ácido Acético respectivamente, con un volumen total de 53.76 ml. los reactivos fueron, precalentados a 80°C, el Ácido Acético se precalienta en el matraz para evitar respirar los vapores, y el Butanol en un vaso de precipitados en una parrilla de calentamiento; antes de agregar el Butanol se le disuelve el catalizador se inicia la agitación y se mezclan

comienza el conteo del tiempo, se toma una muestra al inicio de la mezcla y otras en intervalos de 15 minutos.

Para las reacciones con relación molar 5:1 de Butanol y Ácido Acético respectivamente con un volumen total de 50.63 ml. se realizaron siguiendo el procedimiento descrito anteriormente.

Las pruebas de reacción se realizaron tomando como referencia la bibliografía consultada<sup>(1,2)</sup> la cual propone diferentes relaciones molares y concentraciones de catalizador.

**Las pruebas de reacción que se llevaron a cabo fueron las siguientes:**

<b>Relación Molar Butanol:Acético</b>	<b>% w/w Catalizador H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	<b>Condiciones del Reactor al Adicionar el Catalizador</b>
3:1	0.20	Temperatura Ambiente
3:1	0.10	Temperatura Ambiente
3:1	0.10	Precaentada 80 ° C
5:1	0.03	Temperatura Ambiente
5:1	0.01	Temperatura Ambiente
5:1	0.10	Temperatura Ambiente
5:1	0.10	Precaentada 80 ° C

Tabla 1.



---

## 2.4.2 Reacción en el reactor PIGNAT

A partir de la información obtenida en las pruebas de reacción se realizaron las reacciones con una relación molar de 5:1 de Butanol y Ácido Acético con una concentración de catalizador de 0.10 % en peso; en el reactor PIGNAT con una capacidad de 10 litros.

Para un volumen total de mezcla de 4 litros (para que se permitiera una buena agitación dentro del reactor) se agregó el Ácido Acético y el Butanol, asimismo agregando el catalizador a la temperatura requerida.

Se programa la temperatura en el termorregulador, se inicia la agitación y se comienza a tomar muestras en el momento que el catalizador se ha agregado tomando las dos siguientes muestras en intervalos de 5 minutos y las siguientes en intervalos de 10 minutos, la cabeza de reflujo se mantiene abierta o cerrada según sea el caso, al terminar la reacción programar enfriamiento del termorregulador en forma secuencial en 60°C y 20°C respectivamente recomendado por el fabricante para mayor tiempo de vida del equipo.

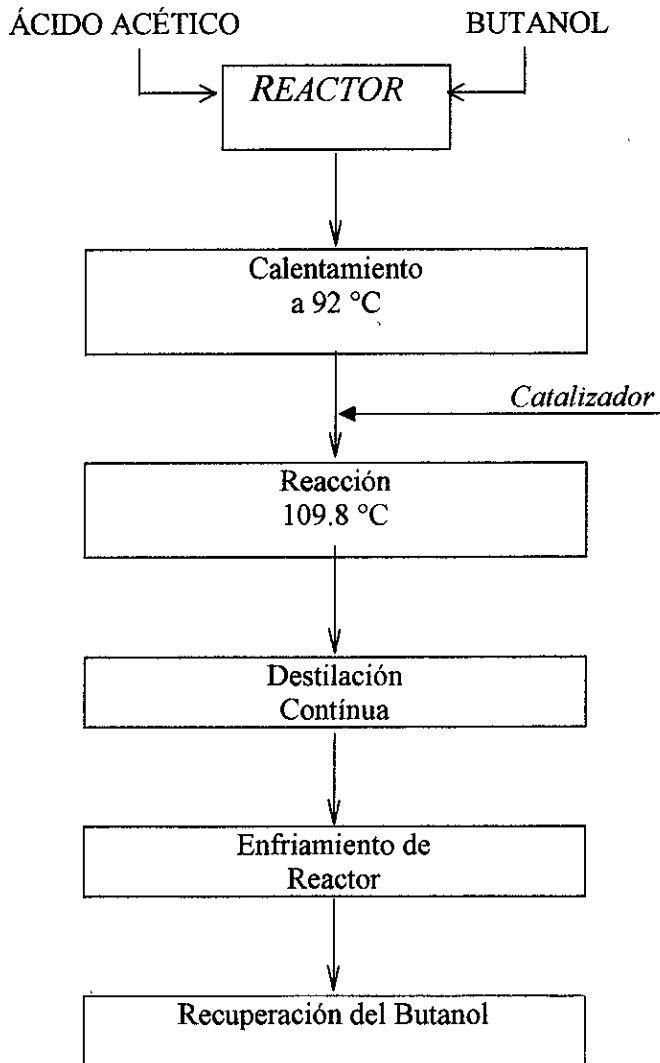
**Las condiciones de reacción de las corridas realizadas en el reactor PIGNAT son las siguientes:**

<b>Temperatura del Termorregulador (° C)</b>	<b>Temperatura de adición de catalizador (° C)</b>	<b>Temperatura máxima del reactor (° C)</b>	<b>Característica del proceso</b>
100	20	95.2	Solo agitación
100	89.1	96.2	Solo agitación
112	92.6	102	Destilación y Recirculación
120	93.8	103.1	Reflujo total
120	92	109.8	Destilación continua

Tabla 2.

El diagrama de flujo del proceso seleccionado se muestra a continuación.

### 2.4.3 Diagrama de flujo de proceso

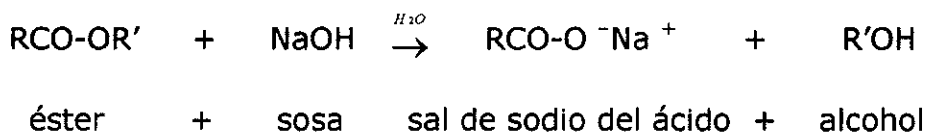


## 2.5. Recuperación de Butanol

El exceso de Butanol utilizado en las reacciones realizadas, aunado al número de reacciones llevadas a cabo, obligó a buscar un mecanismo para recuperar el Butanol excedente de las mezclas resultantes, encontrándose lo siguiente:

### 2.5.1 Purificación

Las hidrólisis de ésteres, de ácidos grasos de cadena larga con la glicerina promovidas por bases se conocen como saponificaciones. Al hacer reaccionar un éster con hidróxido de sodio acuoso se produce un alcohol y la sal de sodio del ácido:

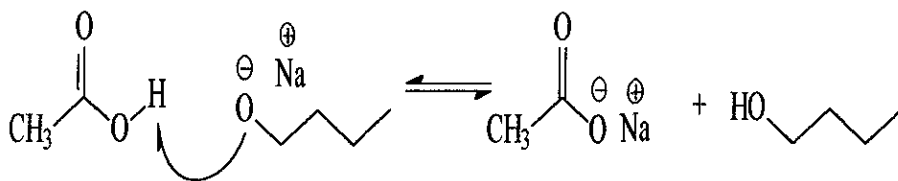
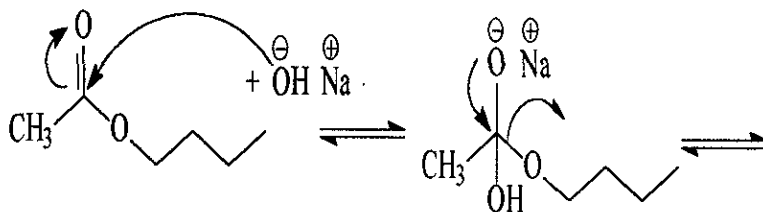


El ion carboxilato es muy inerte en la sustitución nucleofílica porque tiene carga negativa. Como resultado de ello, la hidrólisis de un éster promovida por bases es esencialmente una reacción irreversible.

El mecanismo de la hidrólisis de un éster promovida por bases también implica una sustitución nucleofílica en el carbono acílico.

## 2.5.2 Mecanismo de reacción

*El mecanismo de reacción de saponificación para la recuperación del Butanol es el siguiente:*

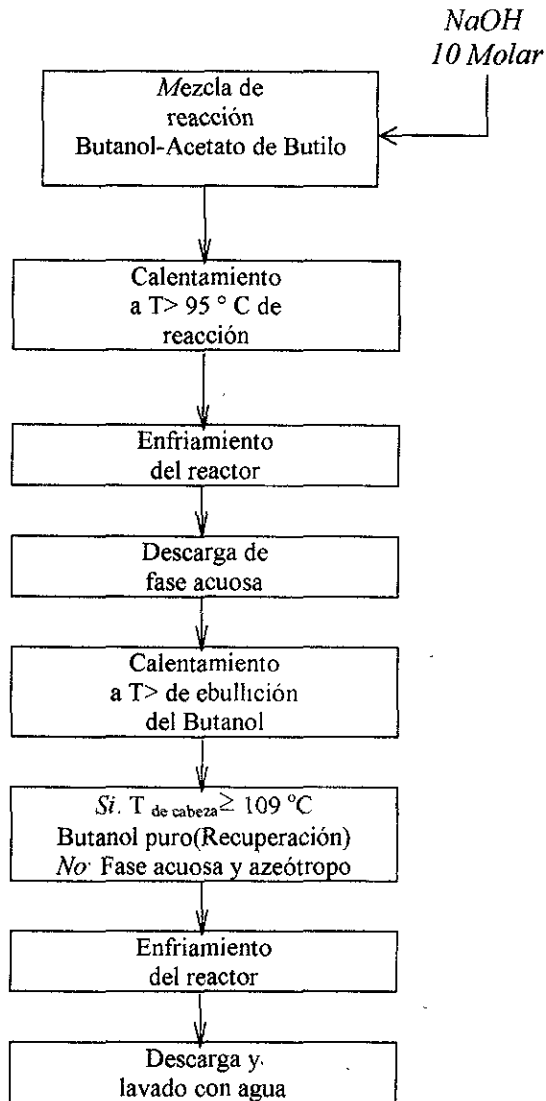


---

### 2.5.3 Procedimiento

Se carga el reactor con un volumen de 4 litros de mezcla Butanol-Acetato de Butilo y 1 litro de solución de NaOH 10 Molar se agita y se calienta a temperaturas mayores de 95°C por espacio de hora y media, se enfría el reactor a 40°C se suspende la agitación y se forman dos fases las cuales son separadas por decantación en el propio reactor, siendo la fase acuosa la mas pesada y rica en Acetato de Sodio formado y NaOH que quedó en exceso; la fase superior es rica en Butanol, Acetato de Sodio y Agua, ésta se deposita en una garrafa de vidrio de 18 litros para que el Acetato de sodio contenido, ya que no es soluble en el Butanol, se cristalice y posteriormente se filtre primero con una manta para retener el mayor número de cristales y después con papel filtro para que solamente quede la mezcla de Butanol-Agua, la cual, aunque también forma un azeótropo, sí es posible separarlos en la columna de destilación del reactor PIGNAT, dicha mezcla se calienta y destila continuamente; cuando la temperatura de la cabeza de la columna es menor a 109°C se está destilando Agua y posteriormente el azeótropo Butanol-Agua, cuando la temperatura es mayor o igual a 109°C se está destilando Butanol puro, el procedimiento se muestra en el diagrama de flujo siguiente.

## Diagrama de flujo de purificación



### 3. Análisis de resultados

#### 3.1. De pruebas de reacción

**REACCIÓN 3:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.20 %  
EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

**(Catalizador agregado con reactivos a temperatura ambiente)**

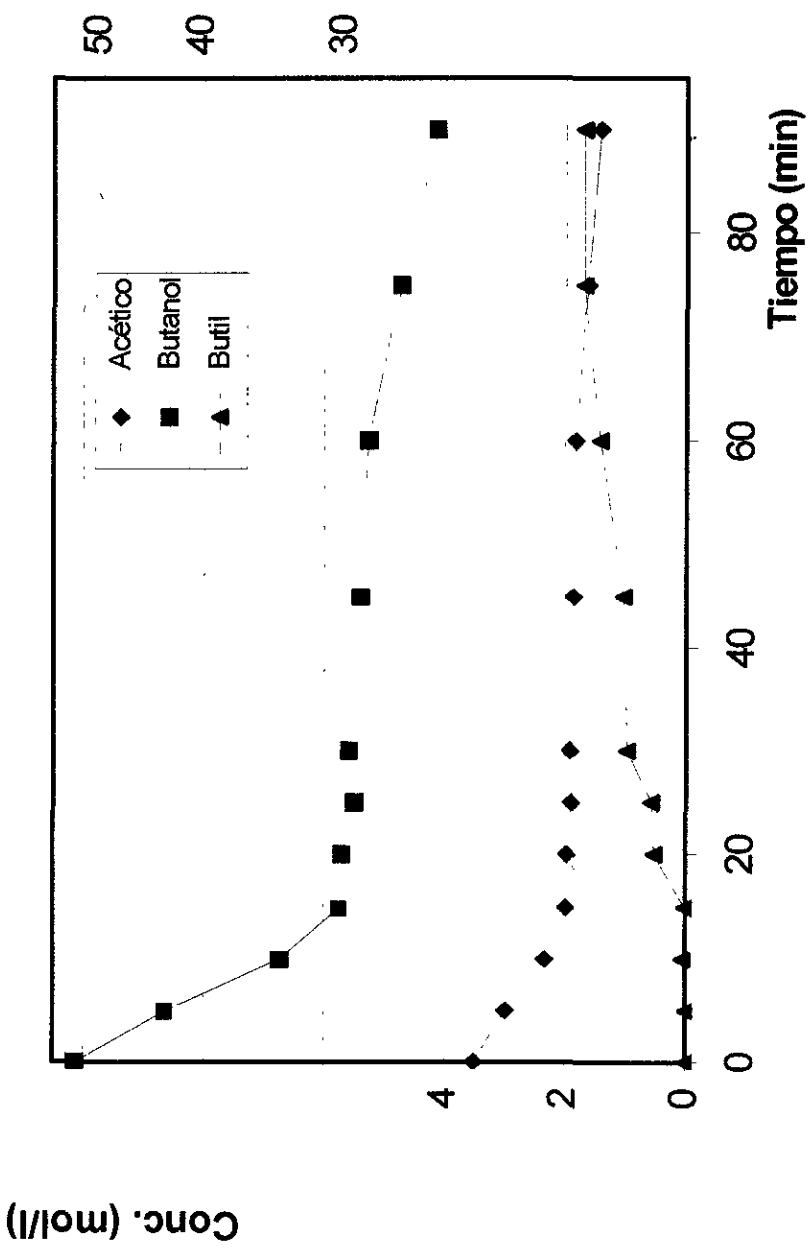
<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
0	3.5200	50.6417	0.0
5	3.0000	43.1605	0.0003
10	2.3400	33.6652	0.0520
15	1.9950	28.7017	0.0176
20	1.9780	28.4571	0.5163
25	1.9121	27.5090	0.5875
30	1.9370	27.8672	0.9862
45	1.8777	27.0141	1.0460
60	1.8330	26.3710	1.4306
75	1.6416	23.6174	1.7000
90	1.4322	20.6048	1.6990

Tabla 4.

De los resultados se puede observar que con una concentración de catalizador de 0.20% w/w agregado a temperatura ambiente, llevándose a cabo la reacción a 92°C a los 30 minutos de comenzada esta alcanzó una producción máxima de Acetato de Butilo y en seguida alcanzó el equilibrio tardando en llevarse a cabo completamente la reacción tiempos mayores a 2 horas, ver gráfica 2.



**Reacción 3:1 Butanol Ác. Acético 0.20% w/w catalizador  
agregado con reactivos a temperatura ambiente**



Gráfica2.

**REACCIÓN 3:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.10 %  
EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

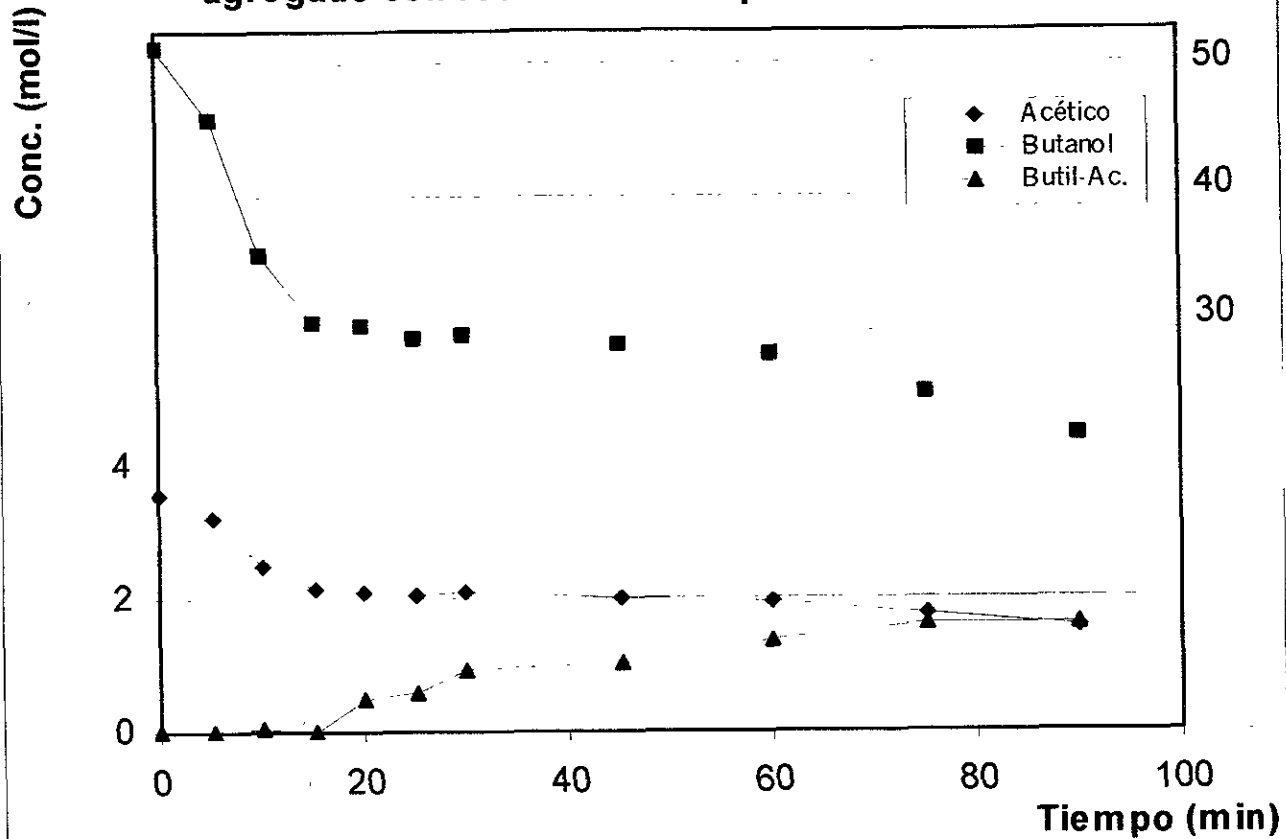
**(Catalizador agregado con reactivos a temperatura  
ambiente)**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
0	3.5600	51.2171	0.0
5	3.1850	45.8221	0.0003
10	2.4900	35.8232	0.0507
15	2.1294	30.6353	0.0169
20	2.1112	30.3735	0.4946
25	2.0420	29.3779	0.5628
30	2.0690	29.7663	0.9447
45	2.0060	28.8600	1.0025
60	1.9600	28.1982	1.3704
75	1.7590	25.3064	1.6274
90	1.5400	22.1557	1.6012

Tabla 5.

Con las mismas condiciones que la reacción anterior pero con una concentración de catalizador de 0.10% w/w y una temperatura de reacción de 95°C en el mismo tiempo (45 minutos) fue menor la conversión de Acetato de Butilo alcanzándose el equilibrio a los 60 minutos y tardando mas de 3 horas para llevarse a cabo completamente la reacción como se muestra en la gráfica 3.

**Reacción 3:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos a temperatura ambiente**



Gráfica 3.

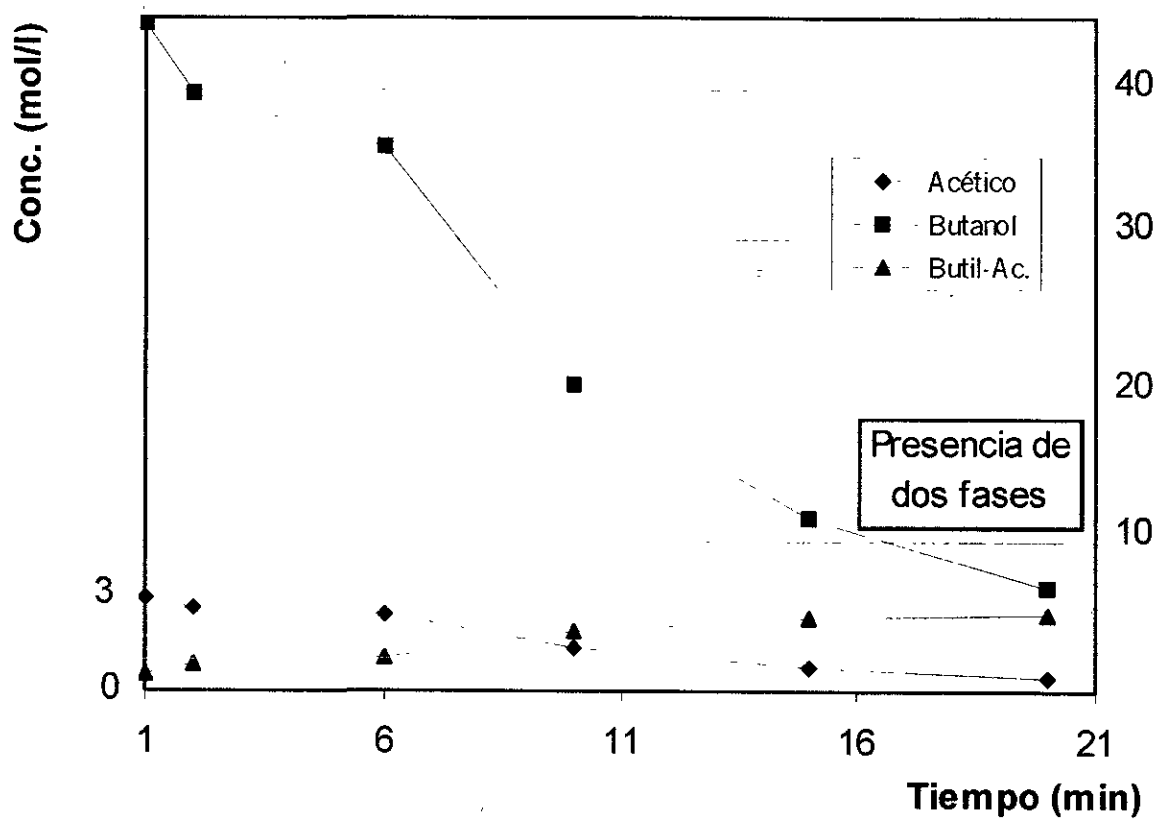
**REACCIÓN 3:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.10 %  
EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
(catalizador agregado precalentados los  
reactivos a 80 ° C)**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
1	3.080	44.3114	0.569
2	2.766	39.7940	0.874
6	2.509	36.0966	1.134
10	1.414	20.3430	1.979
15	0.793	11.4116	2.420
20	0.4719	6.78910	2.538
<b>PRESENCIA DE 2 FASES</b>			

Tabla 6.

Esta reacción se realizó con la misma relación molar que las 2 anteriores (3:1), con la variante de precalentar los reactivos a 80 °C para agregar el catalizador (0.10% w/w), inicia la reacción mas rápidamente, pero, tiene el inconveniente de que a los 20 minutos de iniciada la reacción se forman 2 fases, debido al exceso de agua formada provocando que el análisis de las muestras sea muy complicado; la gráfica 4. muestra el comportamiento que siguió la reacción:

Reacción 3:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos precalentados a 80 ° C



Gráfica 4.

**REACCIÓN 5:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.01%  
EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

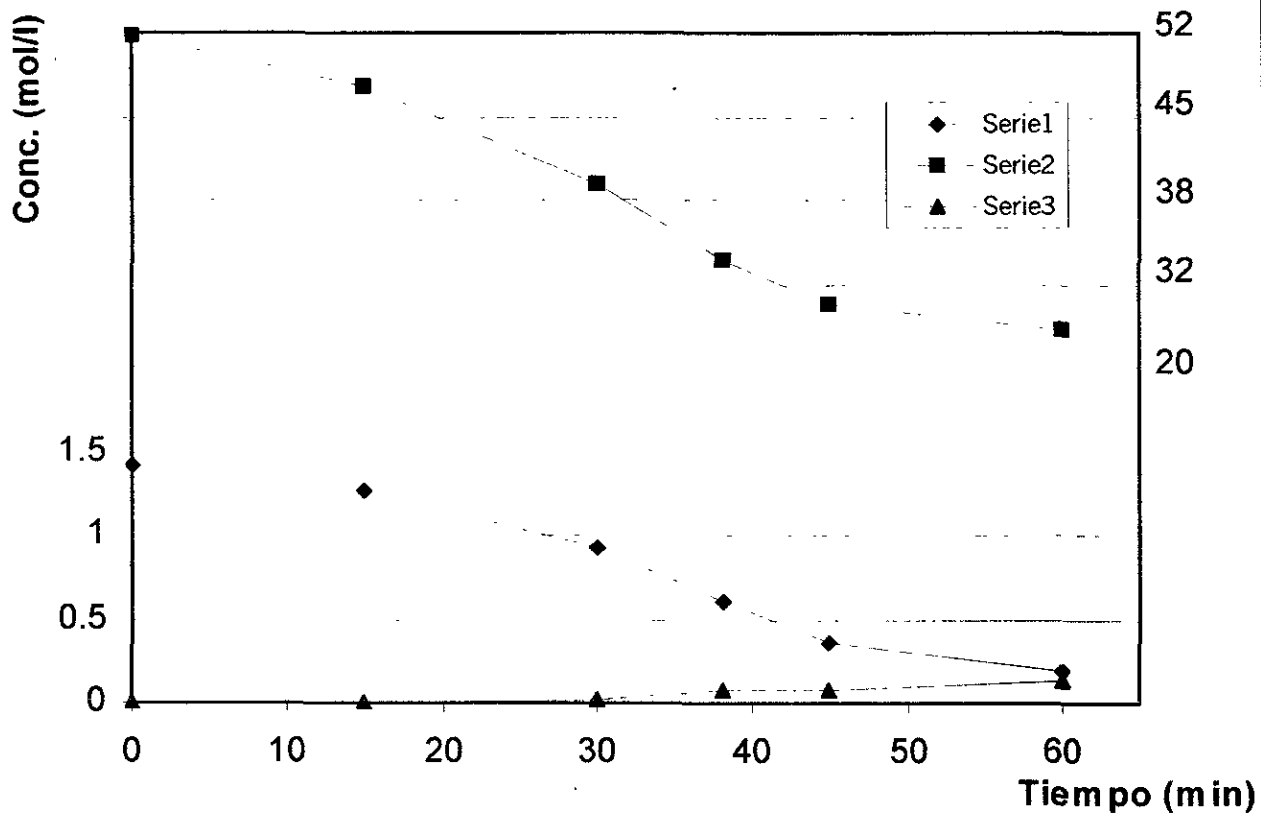
**(Catalizador agregado con reactivos a temperatura  
ambiente)**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
0	1.415	51.7273	0.0
15	1.270	47.7303	0.0
30	0.933	40.1590	0.018
38	0.598	34.3524	0.069
45	0.354	30.8920	0.074
60	0.196	28.9207	0.137

Tabla 7.

En esta reacción la presencia de Acetato de Butilo se detectó a los 30 minutos de iniciada la reacción, el equilibrio se alcanzó en un tiempo mayor a 2 horas, teniendo una conversión muy baja de Acetato de Butilo como lo muestran los datos en la tabla anterior , a una temperatura de 97 °C observándose el comportamiento que siguió la reacción en la gráfica 5.

Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.01% w/w catalizador  
agregado con reactivos a temperatura ambiente



Gráfica 5.

**REACCIÓN 5:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.03 %  
EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

**(Catalizador agregado con reactivos a temperatura  
ambiente)**

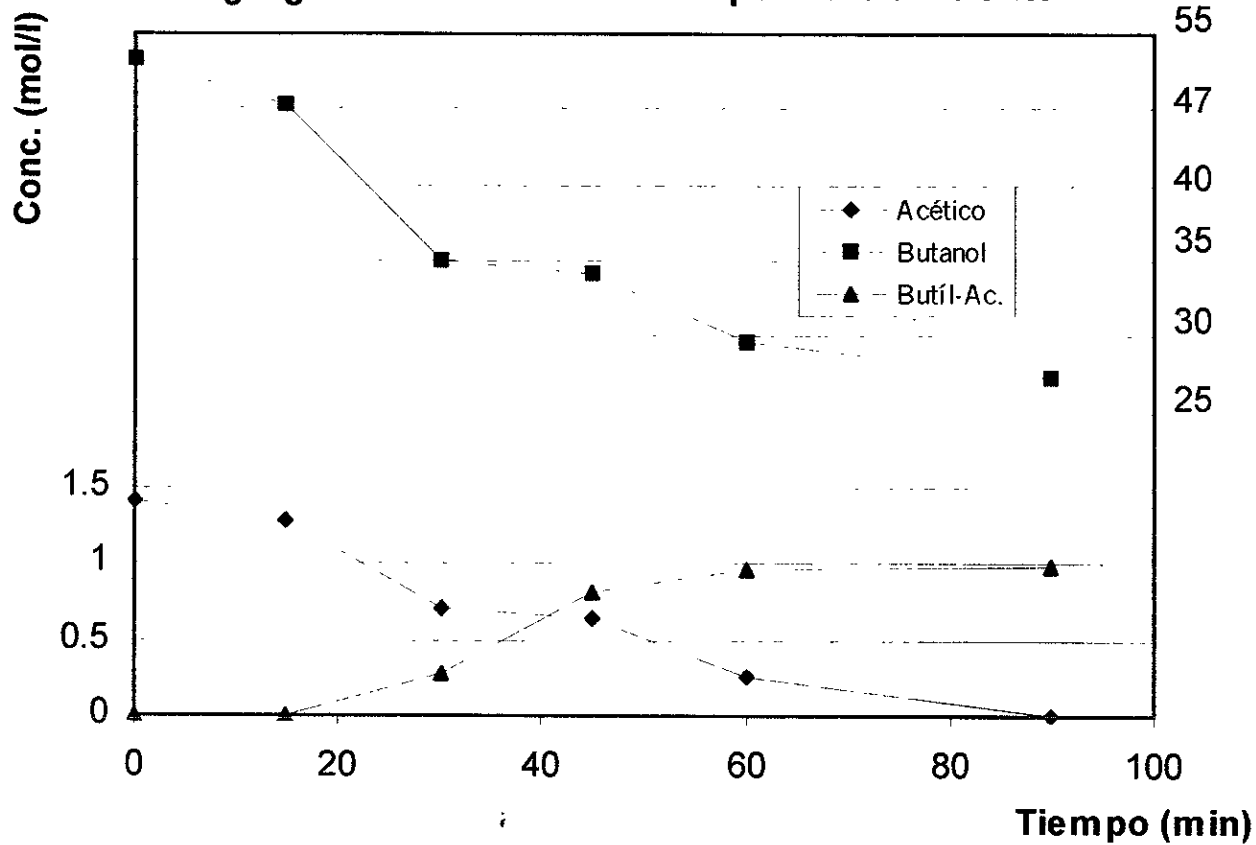
<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
0	1.4200	51.8749	0.0
15	1.2890	48.2247	0.0
30	0.7062	36.0777	0.276
45	0.6392	34.9942	0.814
60	0.2560	29.6470	0.969
90	0.0090	26.8156	0.987

Tabla 8.

Con las mismas condiciones que la reacción anterior pero con una concentración de catalizador mayor esto es 0.03% en peso a los 30 minutos de reacción se detectó una conversión mayor que la reacción anterior alcanzándose el equilibrio a los 60 minutos tardando tiempos mayores a 2 horas para llevarse a cabo completamente la reacción, a una temperatura de reacción de 102°C, los resultados se observan en la tabla anterior, la reacción siguió un comportamiento como se muestra en la gráfica 6.



Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.03% w/w catalizador  
agregado con reactivos a temperatura ambiente



Gráfica 6.

**REACCIÓN 5:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.10 %  
EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

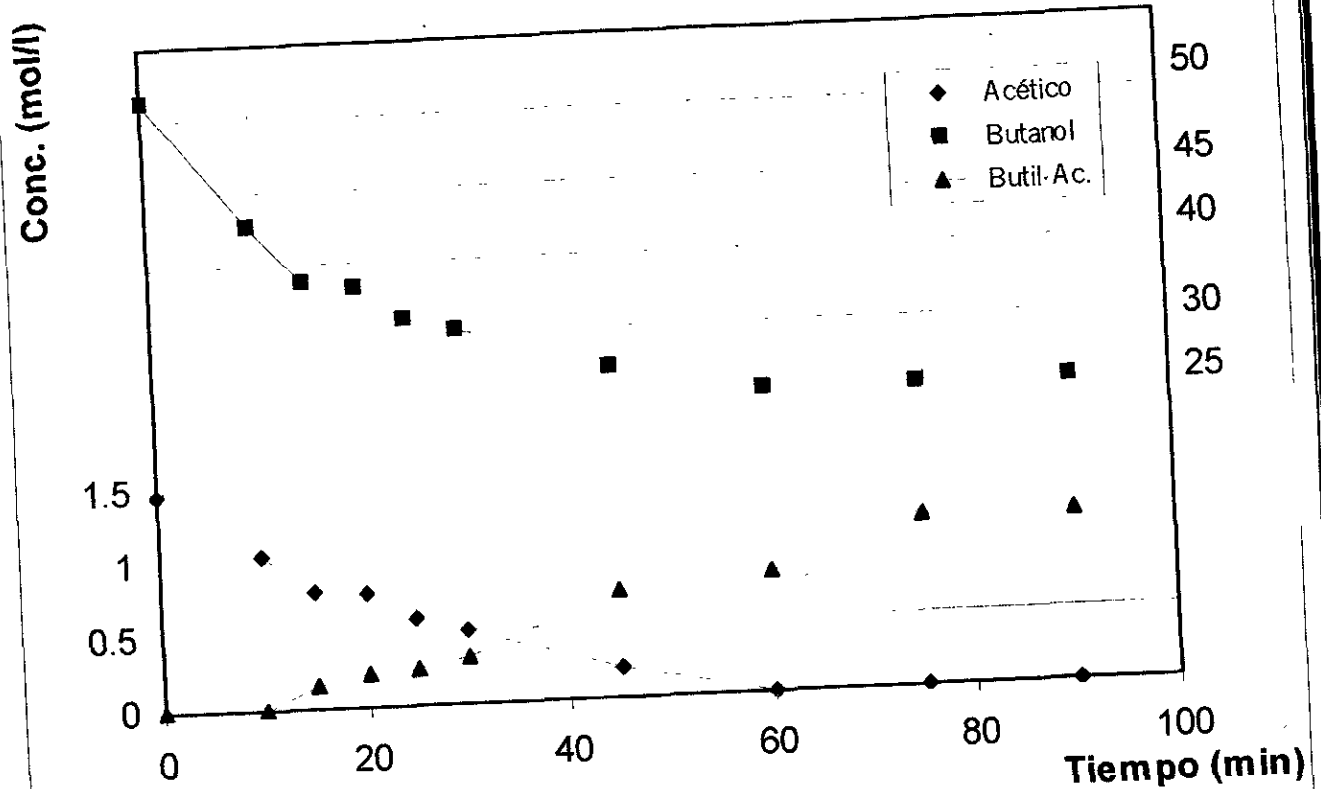
**(Catalizador agregado con reactivos a temperatura ambiente)**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
0	1.479	53.6705	0.0
10	1.048	42.5124	0.0
15	0.789	37.4897	0.165
20	0.762	37.0200	0.226
25	0.583	34.1232	0.260
30	0.497	32.8527	0.326
45	0.201	28.9803	0.714
60	0.005	26.7730	0.823
75	0.005	26.7730	1.160
90	0.005	26.7730	1.160

Tabla 9.

Con las mismas condiciones que la reacción anterior pero con una mayor concentración de catalizador esto es de 0.10% en peso, a los 15 minutos de iniciada la reacción se detectó la presencia de Acetato de Butilo y a los 30 minutos la conversión fue mayor que las 2 reacciones anteriores, pero aun siguen siendo tiempos muy altos para nuestro interés, como se muestra en la tabla anterior, la reacción siguió el comportamiento que se muestra en la gráfica 7.

Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos a temperatura ambiente



Gráfica 7.

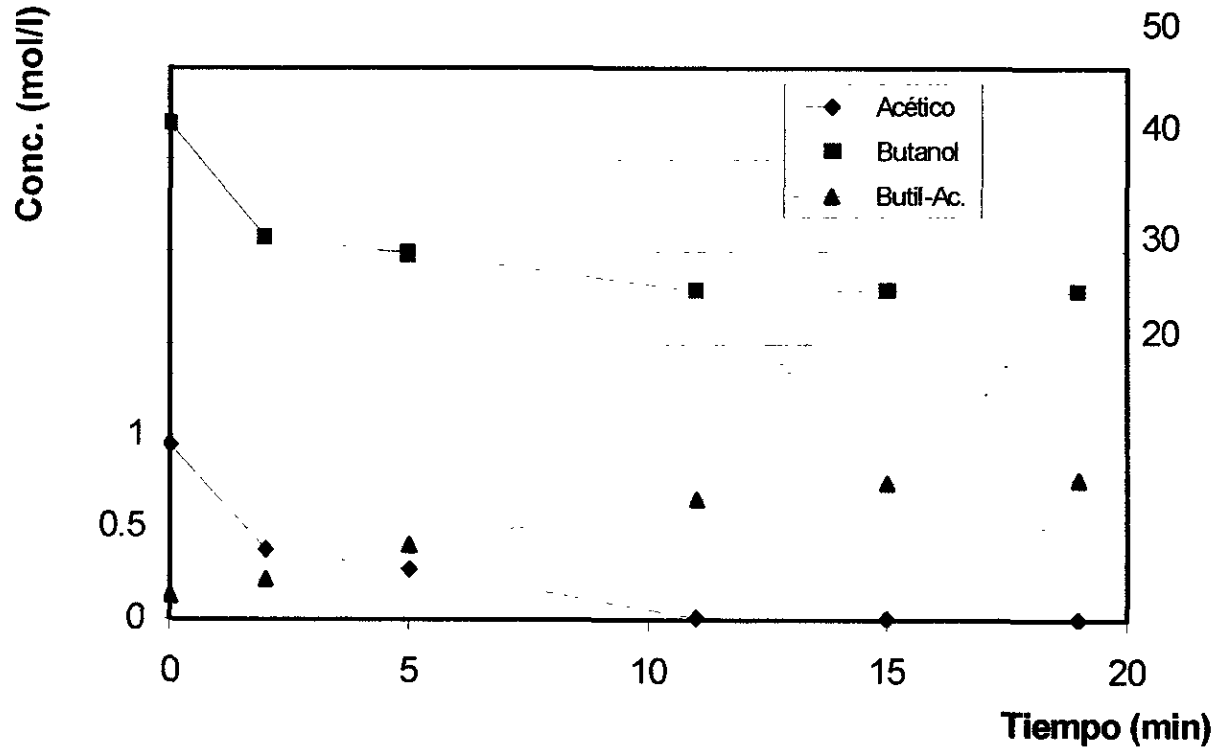
**REACCIÓN 5:1 DE BUTANOL : ÁC. ACÉTICO CON 0.10****% EN PESO DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>****(Catalizador agregado con reactivos precalentados****a 80 ° C)**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Ác. Acético (mol/l)</b>	<b>Butanol (mol/l)</b>	<b>Acetato de Butilo (mol/l)</b>
0	0.949	40.4739	0.130
2	0.378	31.2087	0.220
5	0.271	29.8327	0.405
11	0.011	26.8370	0.652
15	0.007	26.7943	0.745
19	0.0	26.7199	0.758

Tabla 10.

La reacción 5:1 con 0.10 % w/w de catalizador, agregado este al alcanzar los reactivos una temperatura de precalentamiento de 80 °C se llevó a cabo cuantitativamente a los 19 minutos, como se muestran en la tabla anterior; el tiempo es bueno para los fines requeridos, por lo que se decidió utilizar esta relación molar para realizar las reacciones en el reactor PIGNAT con capacidad de 10 litros, el comportamiento de la reacción se observa en la gráfica siguiente (8).

Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos Precaentados a 80 ° C



Gráfica 8.

### 3.2. De reacción en el reactor PIGNAT

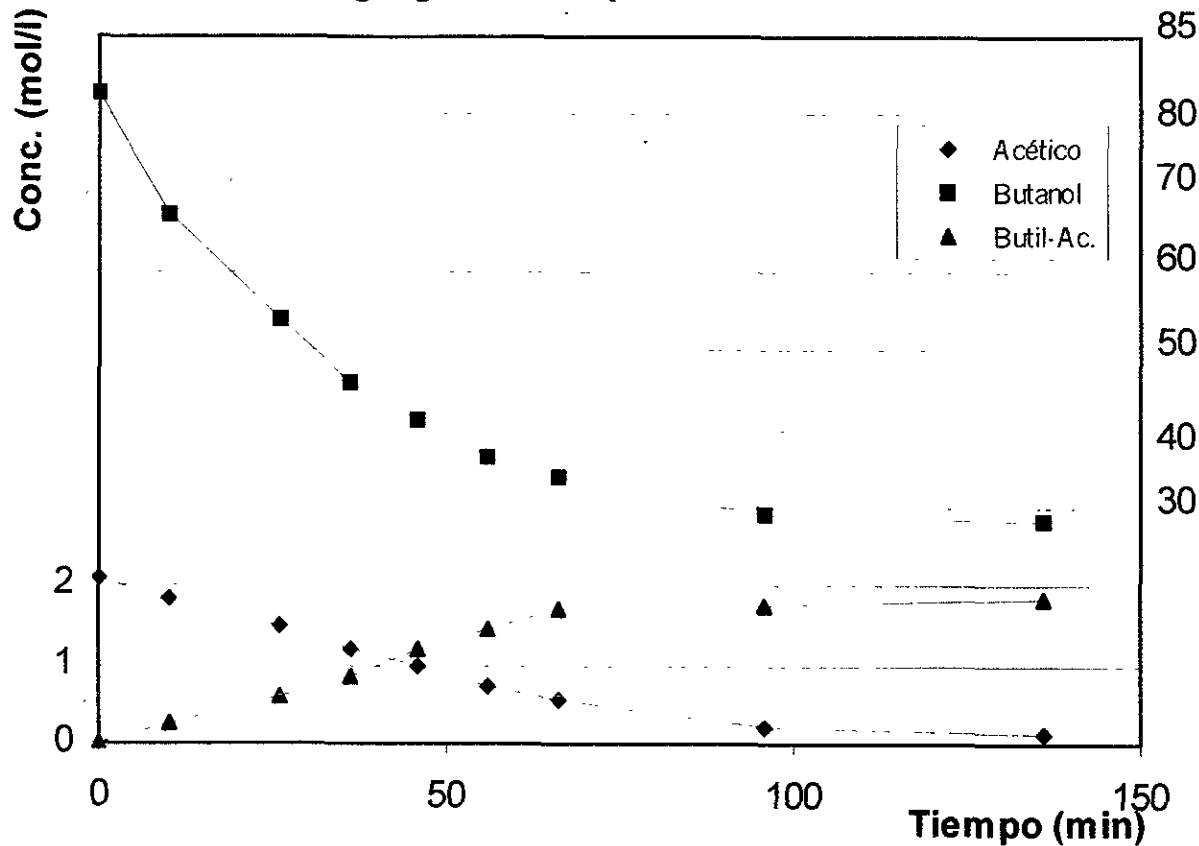
**Reacción iniciada a Temperatura Ambiente**  
**Temperatura del termorregulador: 100 ° C;**  
**Tiempo de carga: 7 minutos**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Acido Acético Mol/l</b>	<b>Butanol Mol/l</b>	<b>Butil-Acetato Mol/l</b>	<b>Temperatura aceite (° C)</b>	<b>Temperatura reactor (° C)</b>
0	2.1180	82.6708	0.0	19	20.0
10	1.8407	67.4054	0.2507	84	33.0
26	1.4941	54.1467	0.6122	89	70.3
36	1.1964	45.8908	0.8720	91	77.0
46	0.9905	41.3092	1.2171	102	85.4
56	0.7196	36.3006	1.4413	101	91.0
66	0.5555	33.7090	1.6956	101	94.8
96	0.2203	29.2117	1.7645	100	95.2
136	0.1460	28.3351	1.8571	100	94.7

Tabla 11.

Se puede observar que en la reacción iniciada a temperatura ambiente la presencia de Acetato de Butilo se detectó a los 10 minutos de iniciada la reacción, el equilibrio se alcanzó a los 66 minutos y a las 2 horas con 16 minutos se consumió el 93% del Ácido Acético que es un tiempo muy alto y no conveniente como se puede observar en la tabla anterior, el comportamiento de la reacción se muestra en la gráfica 9.

Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado a temperatura ambiente



Gráfica 9.

### Reacción Precaentada, sin Destilación

Temperatura del termorregulador: 100 ° C;

Tiempo de carga: 7 minutos

Tiempo de precalentamiento : 40 minutos

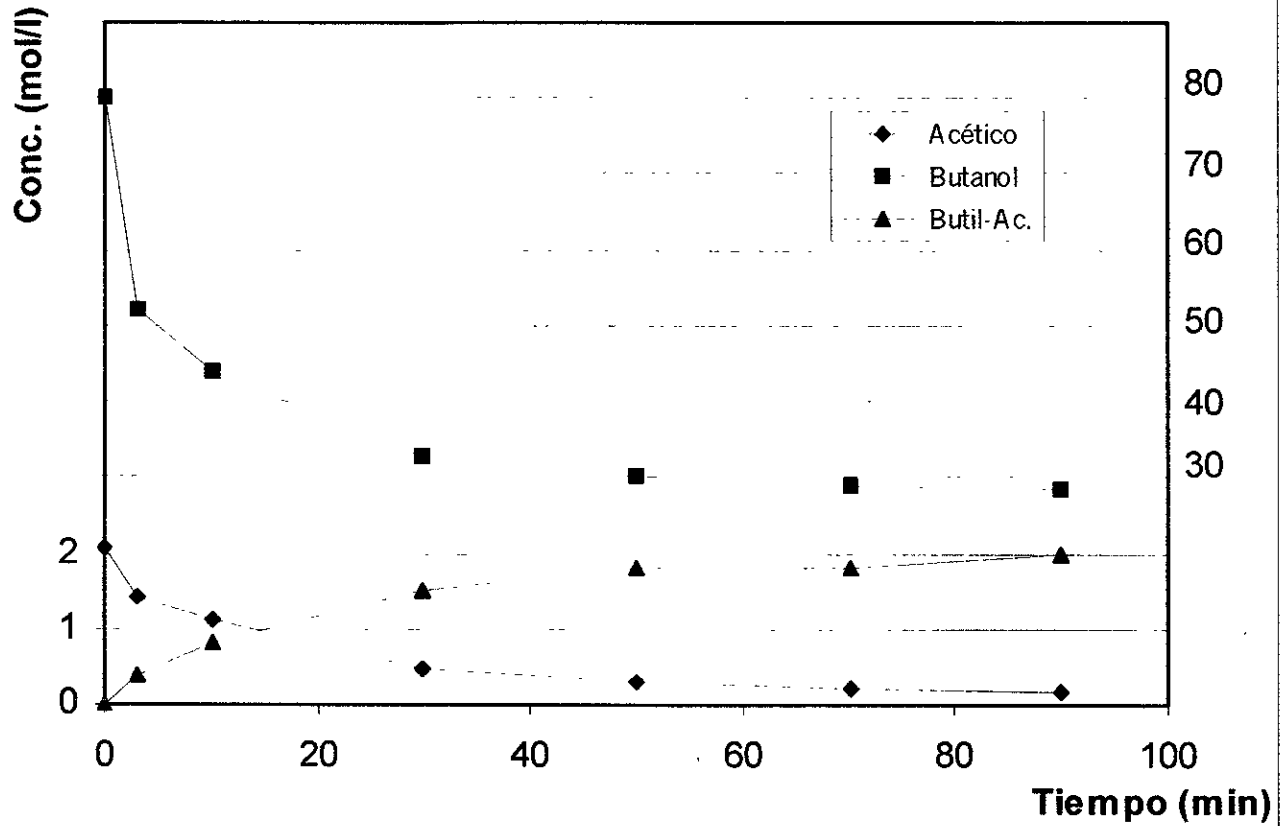
Tiempo (minutos)	Ac. Acético Mol/l	Butanol Mol/l	Butil-Acetato Mol/l	Temperatura aceite (° C)	Temperatura reactor (° C)
0	2.0811	80.3044	0.0	100	89.1
3	1.4234	51.9756	0.3843	100	89.2
10	1.1119	43.9165	0.8216	100	91.1
30	0.4932	32.7982	1.5179	100	96.2
50	0.2929	30.1069	1.8216	100	96.2
70	0.1962	28.9231	1.8196	100	95.8
90	0.1609	28.5078	1.9928	100	95.5

Tabla 12.

La presencia de Acetato de Butilo se comenzó a notar a los 3 minutos, a los 50 minutos se alcanzó el equilibrio en 1 hora 30 minutos se consumió el 92.6% de Ácido Acético que es un porcentaje aunque un poco menor al anterior se consiguió en menos tiempo (46 minutos) que el anterior en estas 2 reacciones la temperatura máxima que alcanzó el reactor fue de 95.5 °C y en consecuencia no subieron vapores en la columna de destilación. El comportamiento de la reacción se observa en la gráfica 10.



Reacción 5:1 Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos precalentados a 89.1 ° C



Gráfica 10.

## Reacción con Destilación y Recirculación

Temperatura del termorregulador: 112 ° C;

Tiempo de carga: 7 minutos

Tiempo de precalentamiento : 41 minutos

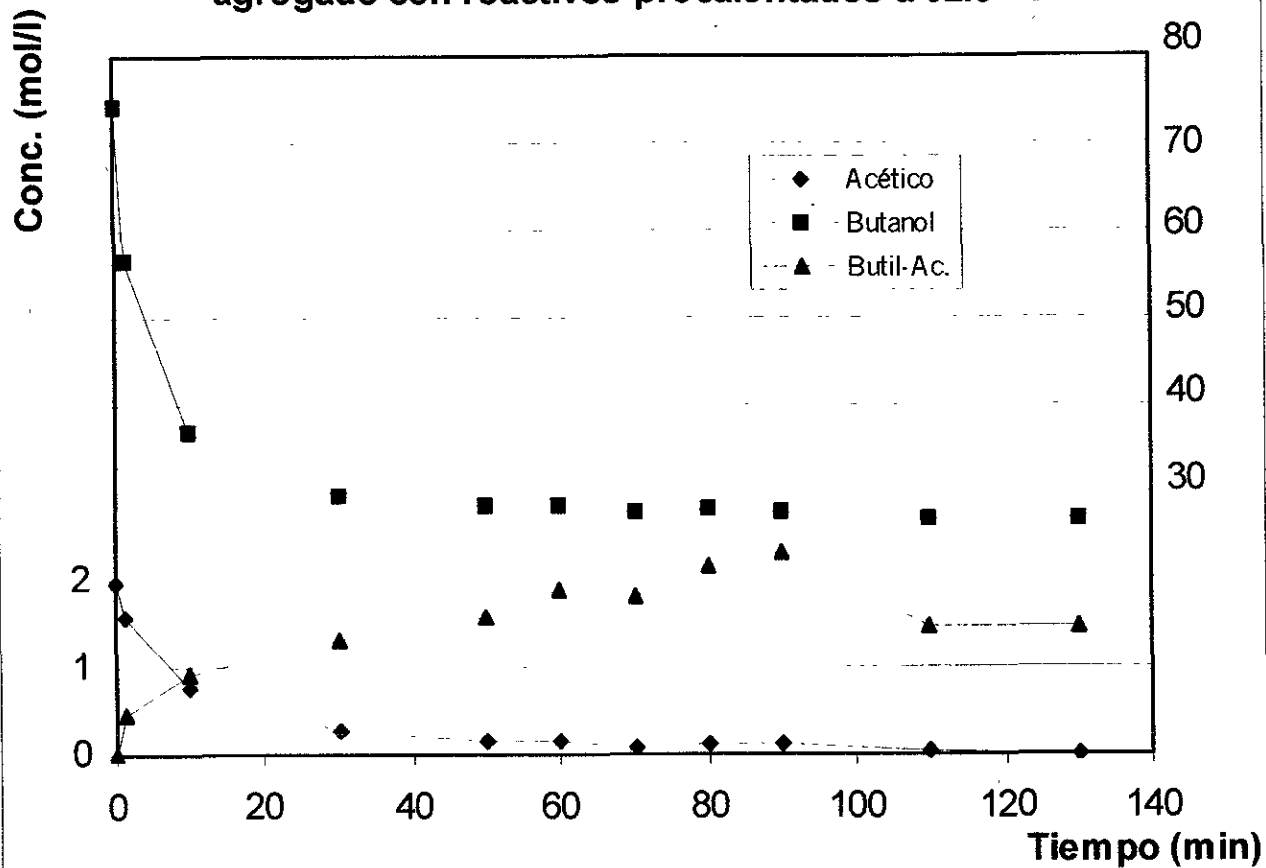
Tiempo (minuto)	Acido Acético Mol/l	Butanol Mol/l	Butil-Acetato Mol/l	Temp. (°C) aceite	Temp. (°C) reactor	Temp. (° C) Cabeza
0	1.9755	74.149	0.0	112	92.6	20.3
1.4	1.5690	56.616	0.4646	112	95.0	20.5
10	0.7588	36.965	0.9310	110	101.0	20.9
30	0.2562	29.649	1.3150	112	98.9	21.2
50	0.1725	28.643	1.5700	108	99.7	21.6
60	0.1495	28.375	1.8908	112	100.2	83.6
70	0.0846	27.639	1.8021	114	100.8	83.7
80	0.1276	28.124	2.1555	112	100.8	83.6
90	0.1042	27.858	2.3179	113	101.0	83.5
110	0.0234	26.969	1.4472	113	101.4	83.7
130	0.0185	26.917	1.4503	114	102.0	83.5

Tabla 13.

En esta reacción se tardó en consumirse el 99% del Ácido Acético 2 horas 10 minutos; la recirculación fue con una relación de 1 a 1 de destilación y reflujo; aunque el porcentaje de conversión es muy alto el tiempo de reacción es grande.

En la gráfica 11. se observan variaciones en 60 minutos y 90 minutos consecuencia del ingreso de la recirculación del decantador al reactor.

Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos precalentados a 92.6 °C



Gráfica 11.

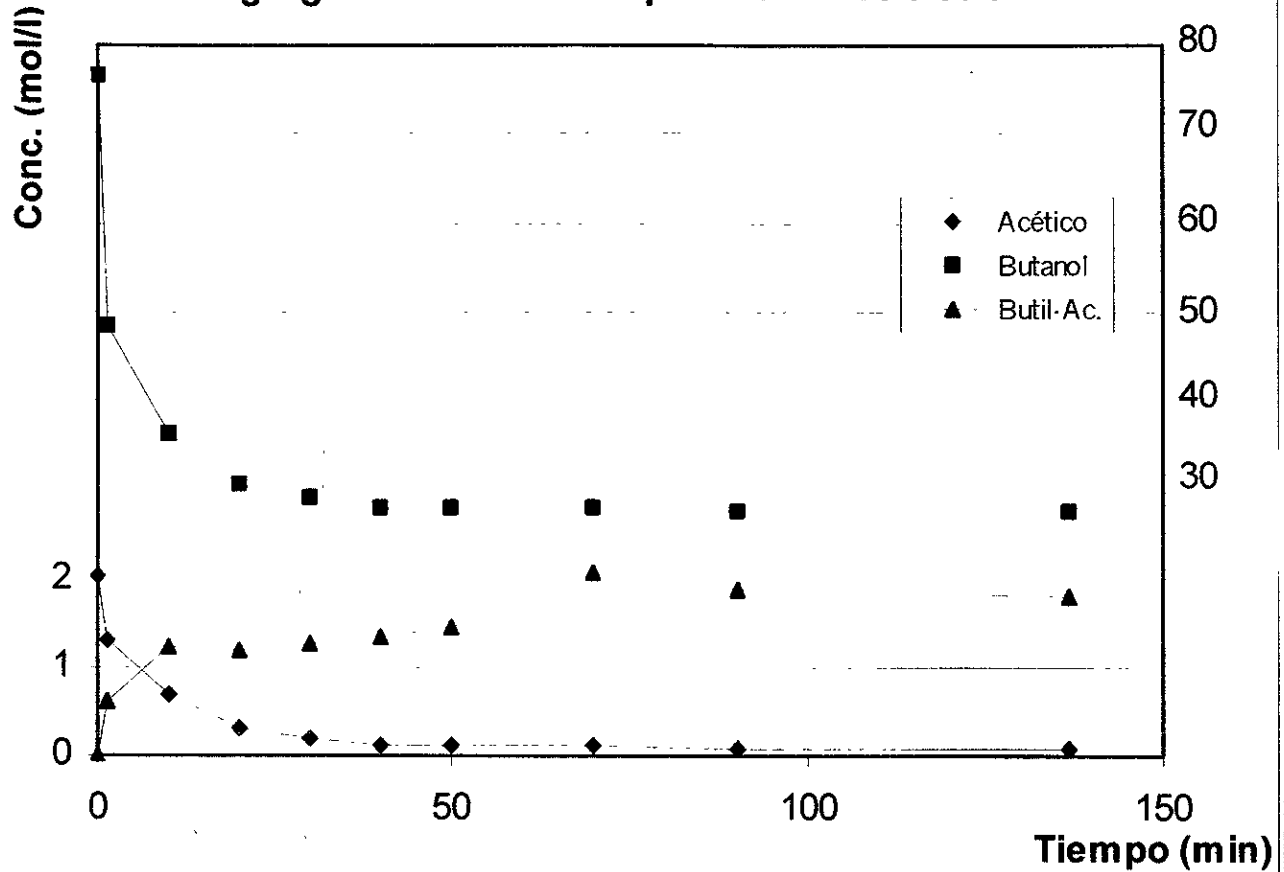
**Reacción con Reflujo Total**  
**Temperatura del termostato: 140-120 ° C;**  
**Tiempo de carga: 7 minutos**  
**Tiempo de precalentamiento : 33 minutos**

<b>Tiempo (minutos)</b>	<b>Acido Acético Mol/l</b>	<b>Butanol Mol/l</b>	<b>Butil-Acetato Mol/l</b>	<b>Temp. (°C) Aceite</b>	<b>Temp. (°C) reactor</b>	<b>Temp. (°C) Cabeza</b>
0	2.0166	76.443	0.0	130	93.8	21.0
1.2	1.2931	48.332	0.6091	120	96.0	21.3
10	0.7038	36.038	1.2091	118	102.5	21.3
20	0.3191	30.439	1.1635	121	102.1	21.5
30	0.1845	28.784	1.2409	120	103.1	83.7
40	0.1141	27.970	1.3351	120	102.9	83.6
50	0.1130	27.958	1.4363	120	102.8	83.5
70	0.1025	27.839	2.0523	120	102.0	83.4
90	0.0725	27.505	1.8553	120	102.1	83.5
137	0.0585	27.350	1.8076	120	102.4	83.3

Tabla 14.

En esta reacción se tardó en consumirse el 97.3% del Ácido Acético 2 horas 17 minutos que fue un porcentaje menor que el anterior y en un tiempo mayor (7 minutos mas); a los 70 minutos de iniciada la reacción se alcanzó el equilibrio como se muestra en la gráfica 12.

Reacción 5:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos precalentados a 93.8 °C



Gráfica 12.

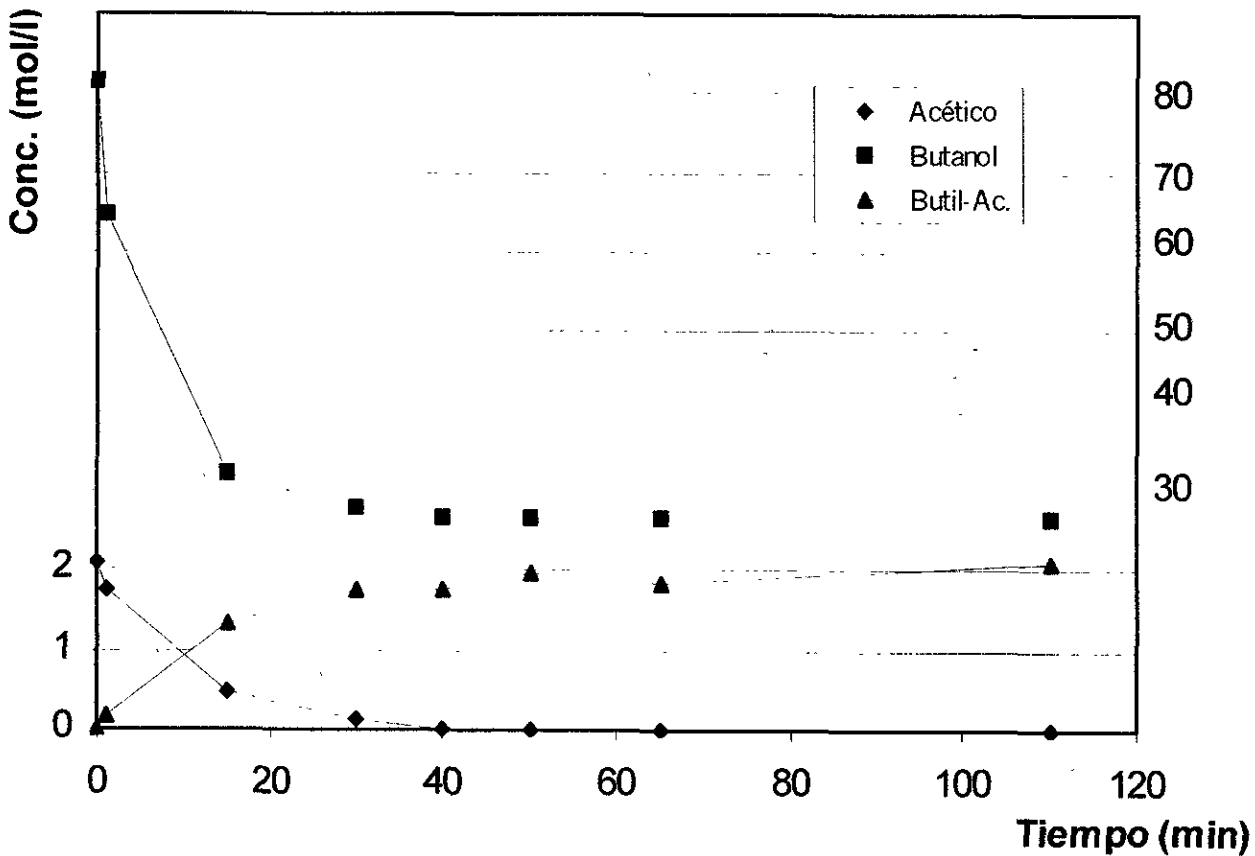
**Reacción con Destilación únicamente**  
**Temperatura del termorregulador: 120 ° C;**  
**Tiempo de carga: 7 minutos**  
**Tiempo de precalentamiento : 30 minutos**

<b>Tiempo (minuto)</b>	<b>Acido Acético Mol/l</b>	<b>Butanol Mol/l</b>	<b>Butil-Acetato Mol/l</b>	<b>Temp. (°C) Aceite</b>	<b>Temp. (°C) reactor</b>	<b>Temp. (° C) Cabeza</b>
0	2.1000	81.5013	0.0	116	92.0	20.5
1.2	1.7781	64.6245	0.1656	116	93.0	20.5
15	0.4597	32.3237	1.3413	119	101.3	21.6
30	0.1155	27.9863	1.7609	119	102.0	84.6
40	0.0022	26.7433	1.7730	119	102.7	84.7
50	1.0E-5	26.7200	1.9665	121	104.0	84.7
65	0.0	26.7199	1.8629	119	105.9	84.7
110	0.0	26.7199	2.1009	120	109.8	84.7

Tabla 15.

En esta reacción a los 50 minutos de iniciada se alcanzó completamente la cuantitatividad siendo este el tiempo ideal para los fines que se requiere; las variaciones que se observan en la gráfica 13. se atribuyen a los vapores que suben a través de la columna de destilación.

Reacció 5:1 Butanol Ác. Acético 0.10% w/w catalizador  
agregado con reactivos precalentados a 92.0 ° C



Gráfica 13.

---

## 4. Guión a implementar

### 4.1. Guión

#### ESTABLECIMIENTO DE LA SECUENCIA DE OPERACIÓN DE UN REACTOR INTERMITENTE.

##### Problema:

Establecer la secuencia de operación para una producción de 0.4 Kg/hr de Acetato de Butilo en un reactor intermitente basándose en las siguientes condiciones.

##### Condiciones de operación:

- Equipo:

1. Relación molar Butanol:Ác. Acético de 5:1 respectivamente.
2. Volumen total de reactivos 4 a 5 litros máximo.
3. Concentración del catalizador ( $H_2SO_4$  conc.) 0.1% en peso.
4. Temperatura del termorregulador 120 ° C.
5. Temperatura de reacción 94 °C.



---

- Cromatógrafo de gases:

1. Flujo de Hidrógeno 55 cc/min.
2. Flujo de Nitrógeno 35 cc/min.
3. Flujo de Aire 300 cc/min.
4. Temperatura de la columna 170 ° C.
5. Temperatura del Detector 170 ° C.
6. Temperatura del Inyector 180 ° C.

**Procedimiento:**

1. Revisar que la válvula de la descarga del reactor esté perfectamente cerrada.
2. Cargar el reactor con los volúmenes establecidos reservando una pequeña cantidad de butanol.
3. Programar la temperatura del termorregulador e iniciar agitación.
4. Agregar catalizador (previamente mezclado con el butanol reservado) cuando el reactor alcance una temperatura de 80 ° C.
5. De la válvula de descarga purgar el reactor desperdiciando 1 ml de solución y tomar muestras de aprox. 1 ml. para efectuar análisis, colocado las muestras en hielo para detener la reacción.
6. Para iniciar el enfriamiento, programar temperaturas del termorregulador en forma escalonada en 60 y 20 ° C respectivamente.

---

## Material:

- 1 probeta de 2 litros.
- 1 probeta de 500 ml.
- 1 probeta de 50 ml.
- 1 pipeta graduada de 2 ml.
- 1 propipeta.
- 1 cronómetro.
- 1 microjeringa de inyección.
- 10 frascos de vidrio de 1 ml.
- 1 cubeta.
- 1 recipiente con hielo.

## Ecuaciones de las curvas de calibración del cromatógrafo de gases:

Ác. acético:

$$\text{Conc.} = 0.005 * \text{Area} - 0.0197$$

Butanol:

$$\text{Conc.} = 0.005 * \text{Area} - 0.0197$$

Butil-Acetato:

$$\text{Conc.} = 0.0014 * \text{Area} - 0.1502$$

---

## 4.2. Cuestionario

### Cuestionario

1. Describa las características de un reactor batch.
2. Escriba el esquema de la reacción que se efectuó.
3. ¿Cuál es el tiempo que se emplea para agregar las cargas iniciales de reactivos?
4. ¿Cuál es la temperatura de ebullición de la mezcla y el tiempo empleado para llegar a dicha temperatura?
5. ¿En que momento se inicia la reacción?
6. Si el catalizador se agregara a temperatura ambiente ¿qué sucedería con la energía de activación?
7. Describa el comportamiento cinético de las especies presentes en la reacción
8. Para la reacción en estudio existe o no el equilibrio termodinámico y como se presenta.
9. ¿Cuál es el tiempo empleado para efectuar la reacción?
10. ¿Que tiempo se emplea para llevar a cabo la destilación?
11. ¿Cuáles son los pasos que empleaste para llevar a cabo el proceso?
12. ¿Cuál es la secuencia de operación para la producción de Acetato de Butilo para la producción requerida?

### Bibliografía

Charles E. Leyes and Donald F. Othmer; Industrial and Engineering Chemistry; 40,968,(October 1945).

J.M. Smith ; Chemical Engineering Kinetics; Edit. Mc-Graw-Hill; p.p. 132-133; Third Edition.

### 4.3. Problema Propuesto

#### Problema

- a) De los datos experimentales obtenidos ¿cual es la mejor secuencia de operación del reactor para la producción de Acetato de Butilo?

#### Toma de muestras en el reactor

Tiempo (minutos)	Ácido Acético mol/l	Butanol mol/l	Butil-Acetato mol/l	Temperatura Reactor (°C)

Tabla 1.

**Tabla de resultados**

<b>Tiempo de proceso</b>	<b># Cargas día</b>	<b>Butil-Acetato mol/l</b>	<b>Butil-Acetato Kg./día</b>

Tabla 2.

b) Considerando que la reacción se realiza bajo las mismas condiciones efectuadas en la práctica y tomando en cuenta que el volumen máximo (operable) del reactor es de 10 litros.

¿Cuál es la máxima producción posible (Kg/día) de Acetato de Butilo que se puede obtener?

---

## 4.4. Ejemplo numérico

a) De los datos experimentales obtenidos ¿cual es la mejor secuencia de operación del reactor para la producción de Acetato de Butilo?

Datos experimentales

- Tiempo de carga del reactor: 7 minutos
- Tiempo de precalentamiento: 30 minutos
- Tiempo de reacción "X"
- Tiempo de enfriamiento: 29 minutos
- Tiempo de descarga: 1 minuto

7 minutos carga

+30 minutos precalentamiento

+29 minutos enfriamiento

+ 1 minuto de carga

---

67 minutos

67 minutos + tiempo de reacción = tiempo de proceso

### Toma de muestras en el reactor

Tiempo (minutos)	Ácido Acético mol/l	Butanol mol/l	Butil-Acetato mol/l	Temperatura Reactor (°C)
0	2.100	81.5013	0.0	92.0
1.2	1.7781	64.6245	0.1656	93.0
15	0.4597	32.3237	1.3413	101.3
30	0.1155	27.9863	1.7609	102.0
40	0.0022	26.7433	1.7730	102.7
50	1.0E-5	26.7200	1.9665	104.0

Tabla 1

67 minutos + 30 minutos de reacción = 97 minutos de proceso

$$97 \text{ minutos de proceso} \times \frac{1 \text{ hora de proceso}}{60 \text{ minutos de proceso}} = 1.616 \text{ horas de proceso}$$

1.616 horas de proceso = 1 carga del reactor

$$\frac{24 \text{ horas de proceso}}{1 \text{ día}} \times \frac{1 \text{ carga al reactor}}{1.616 \text{ horas de proceso}} = 14.85 \approx 14 \frac{\text{Cargas al reactor}}{\text{día}}$$

Kg. de Butil-Acetato en 1 carga

$$1.7609 \frac{\text{mol}}{\text{litro}} \times \frac{116.16 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ Kg.}}{1000 \text{ g.}} \times \frac{4 \text{ litros}}{1 \text{ carga}} = 0.8181 \frac{\text{Kg}}{\text{carga}}$$

$$14 \frac{\text{cargas}}{\text{día}} \times \frac{0.8181 \text{ Kg.}}{\text{carga}} = 11.453 \frac{\text{Kg.}}{\text{día}}$$

**Tabla de resultados**

<b>Tiempo de proceso</b>	<b># Cargas día</b>	<b>Butil-Acetato mol/l</b>	<b>Butil-Acetato Kg./día</b>
1.116	0	0.0	0.0
1.136	21	0.1656	1.6136
1.366	17	1.3413	10.580
1.616	14	1.7609	11.453
1.783	13	1.7730	10.694
1.950	12	1.9665	10.9494

Tabla 2.

De los datos obtenidos en la tabla anterior se puede observar que la máxima producción de Butil-Acetato se logra a 1.616 horas de proceso, esto significa que la secuencia de operación del reactor para la máxima producción de Butil-Acetato es precalentar los reactivos a 92°C y agregar catalizador a los 30 minutos de reacción e iniciar el enfriamiento del reactor para la carga siguiente.



b) Considerando que la reacción se realiza bajo las mismas condiciones efectuadas en la práctica y tomando en cuenta que el volumen máximo (operable) del reactor es de 10 litros.

¿Cuál es la máxima producción posible (Kg./día) de Acetato de Butilo que se puede obtener?

$$1.7609 \frac{\text{mol}}{\text{litro}} \times \frac{116.16 \text{ g.}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ Kg.}}{1000 \text{ g.}} \times \frac{10 \text{ litros}}{1 \text{ carga}} = 2.045 \frac{\text{Kg}}{\text{carga}}$$

$$14 \frac{\text{cargas}}{\text{día}} \times \frac{2.045 \text{ Kg.}}{1 \text{ carga}} = 28.635 \frac{\text{Kg.}}{\text{día}}$$

La máxima producción posible de Butil-Acetato con la capacidad máxima de volumen del reactor es  $28.635 \frac{\text{Kg}}{\text{día}}$

---

## 5. Discusión de Resultados

*La conversión de Acetato de Butilo se ve favorecida cuando la diferencia entre las concentraciones de Ácido Acético y Butanol es mayor; a mayor concentración de catalizador aumenta la velocidad de reacción, pero no se puede utilizar en exceso porque disminuye el tiempo de vida del reactor.*

*Los resultados obtenidos de las corridas en el reactor **PIGNAT** indican que el tiempo de reacción se ve disminuido al precalentar los reactivos para iniciar la reacción y una vez iniciada ésta destilar en forma continua para que se lleve a cabo cuantitativamente, pues de otra manera existe el equilibrio termodinámico, tardando tiempos muy largos de reacción y no convenientes para la elaboración de una práctica*

---

## 6. Conclusiones

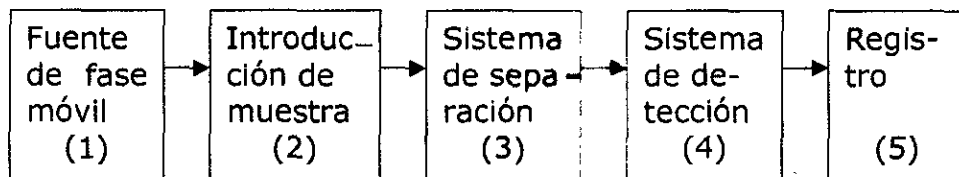
- *Las concentraciones de reactivos y catalizador que disminuyen el tiempo de reacción considerablemente son de una relación molar de 5:1 de Butanol Ácido Acético respectivamente con una concentración de catalizador de  $H_2SO_{4(conc.)}$  de 0.10% en peso.*
- *La mejor secuencia de operación del reactor es:*
  1. *Programar el termorregulador a 120°C.*
  2. *Cargar el reactor con los reactivos.*
  3. *Agregar el catalizador cuando la temperatura del reactor sea de 92°C.*
  4. *Dejar reaccionar durante 30 minutos destilando en forma continua.*
  5. *Iniciar el enfriamiento durante 29 minutos, descargar y realizar la nueva carga.*
- *Con la información obtenida se elaboró un guión experimental para el laboratorio de Ingeniería de Reactores.*

# APENDICE A

## CROMATOGRAFÍA DE GASES

Es una técnica fisicoquímica de separación que consta de una fase móvil que es un gas y una fase estacionaria que puede ser un líquido o un sólido.

### INSTRUMENTACION PRINCIPAL DE UN CROMATOGRAFO DE GASES



#### 1.- Fuente de fase móvil.

Gases {  $H_2$   
 $N_2$   
Aire

Gases Inertes, de alta pureza, ligeros y resistentes a la transferencia de masa (gas acarreador) contenidos en tanques de alta presión.

---

2.- Introducción de muestra:

- a) Jeringa: Microjeringa de inyección que introduce propiamente la muestra al equipo.
- b) Inyector: Gasifica la muestra para poder ser arrastrada.

3.- Sistema de separación.

- a) Horno: Calienta la columna para seguir gasificando.
- b) Columna: Se efectúan las separaciones de los componentes a través del empaque impregnado en su interior.

4.- Sistema de detección: Transforma la señal recibida en un impulso eléctrico.

5.- Registro: Transforma el impulso eléctrico a una señal manejable (área) mediante el uso de una computadora (registrador) o un integrador.

## ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO

Para el análisis cromatográfico se utilizó un cromatografo de gases marca GOW-MAC de FID, que utiliza una columna empacada CRS 2'X1/4" con tamaño de malla 80/100 con un número de malla 1400, obteniendo para los compuestos: Ác. acético, butanol y acetato de butilo los resultados correspondientes a las condiciones de operación del cromatografo:

Temperatura °C	Columna 170	Inyector 170	Detector 180
Flujos cc/min	Hidrógeno 55	Nitrógeno 32.5	Aire 300
Compuesto tiempo(min) Retención	Ácido Acético 0.795	Butanol  1.475	Acetato de Butilo 3.524

Tabla 16.

Cabe señalar que el cromatógrafo de gases no detecta las muestras de agua; en la reacción que se efectúa existe la formación de la misma, pero no afecta el análisis de las muestras.

---

# **APENDICE B**

## **CURVAS DE CALIBRACIÓN**

Las curvas de calibración o curvas patrón son representaciones gráficas, que a través de un parámetro experimental (Area) permiten determinar la cantidad de sustancia (Concentración) de interés presente en una solución determinada.

Para la elaboración de estas curvas se procede como sigue:

- 1.- Conocer y manejar una técnica de análisis cuantitativo.
- 2.- Identificación de las sustancias de interés (Tiempos de retención especificados en el análisis cromatográfico)
- 3.- Establecer los intervalos de concentración de los reactivos; en los que puedan ser manejables los resultados que se obtengan:

Para este fin se repartieron en 4 muestras distintos porcentajes en peso, para un total de cada muestra de 3 gramos quedando de la siguiente manera:

**% en peso**

<b>Compuesto # Muestra</b>	<b>Ácido Acético % peso</b>	<b>Butanol % peso</b>	<b>Acetato de Butilo % peso</b>
1	14	85	1
2	10	80	10
3	5	70	25
4	1	59	40

Tabla 17.

4.- Determinación del área representativa de la cantidad de sustancia, para cada muestra:

Se hacen inyecciones de cada muestra, en el cromatógrafo asociando un área a cada componente de la muestra y en consecuencia el área a una concentración específica, de cada componente.

Se realizaron las inyecciones necesarias de cada muestra para asegurar la fidelidad de los resultados, utilizando el promedio de las Áreas que mas frecuencia tuvieron.



## 5.- Obtención de la curva de calibración o curva patrón:

Cada componente de las 4 muestras presentan un Área asociada a la concentración respectiva de la muestra; se realizan regresiones lineales tomando las abscisas el valor del Área y las ordenadas el valor de la concentración, la gráfica obtenida la denominamos curva de calibración o curva patrón y la ecuación nos da la concentración en función del área que se obtenga al realizar una inyección de una muestra experimental.

### Ecuaciones Obtenidas

Area Vs. Concentración	Correlación	Ecuación
Ácido Acético	$r^2 = 1.000$	$A = 1.17E+05 * (\text{Conc.}) + 1.79E+04$
Butanol	$r^2 = 0.990$	$A = 5.52E+03 * (\text{Conc.}) + 2.91E+06$
Acetato de Butilo	$r^2 = 0.999$	$A = 5.26E+05 * (\text{Conc.}) - 4.95E+04$

Tabla 18.

## APENDICE C

### • ORDEN DE REACCIÓN

Se realizaron reacciones de Butanol - Ác. Acético con relación molar 5:1 respectivamente con 0.10 % en peso de  $H_2SO_{4(Conc.)}$  como catalizador; llevadas a cabo a distintas temperaturas: 32,50 y 80 °C; manteniéndola constante a lo largo de la reacción.

El análisis cromatográfico de las muestras nos indica los resultados (Conc.) correspondientes para el Ácido Acético:

#### Ácido Acético (mol/l)

Tiempo (minutos)	Temperatura		
	32 °C	50 °C	80 °C
0	1.7703	2.0410	1.6991
10	1.5597	1.3848	1.3689
20	1.3494	1.2448	0.5292
30	1.2157	1.1039	0.4324
40	1.1850	0.9175	0.2594
50	1.1122	0.7582	0.1813
60	0.9748	0.7018	0.0572

Tabla 19.

**Nota:**

**El cálculo del orden de reacción se realiza en base al Ácido Acético puesto que el butanol está en exceso y prácticamente no se ve alterada su concentración.**

Las ecuaciones de velocidad en forma integrada para reacciones de primero y segundo orden son las siguientes:

1<sup>er</sup> Orden :

$$\ln(C_{Ai}) = -K * t + \ln(C_{A0})$$

2<sup>o</sup> Orden :

$$\frac{1}{C_{Ai}} = K * t + \frac{1}{C_{A0}}$$

Donde :

t es el tiempo de reacción en que se tomó la muestra

K es la constante de equilibrio ó pendiente de regresión

C<sub>Ai</sub> es la concentración de Ácido Acético al tiempo " ti "

C<sub>A0</sub> es la concentración de Ácido Acético al tiempo t = 0

**VALORES CORRESPONDIENTES PARA EL CALCULO DE  
ORDEN DE REACCIÓN**

<b>Tiempo (min)</b>	<b>32 °C</b>		<b>50 °C</b>		<b>80 °C</b>	
	$\ln(C_{A0})$	$1/C_{Ai}$	$\ln(C_{A0})$	$1/C_{Ai}$	$\ln(C_{A0})$	$1/C_{Ai}$
<b>0</b>	0.5711	0.5648	0.7134	0.4899	0.5300	0.5885
<b>10</b>	0.4444	0.6410	0.3255	0.7221	0.3140	0.7305
<b>20</b>	0.2996	0.7410	0.2189	0.8033	-0.6363	1.8896
<b>30</b>	0.1953	0.8225	0.0988	0.9058	-0.8384	2.3126
<b>40</b>	0.1697	0.8438	-0.0861	1.0899	-1.3493	3.8550
<b>50</b>	0.1063	0.8991	-0.2768	1.3189	-1.7076	5.5157
<b>60</b>	-0.0255	1.0258	-0.3541	1.4249	-2.8612	17.482

Tabla 20.

Se considera la correlación más alta de la regresión lineal realizada, un criterio para determinar el orden de reacción, obteniendo los resultados que se muestran en la Tabla 21.

## Correlaciones que indican el orden de reacción

Temperatura (°C)	Correlación		Pendiente K
	1 <sup>er</sup> Orden	2 <sup>o</sup> Orden	
80	0.9593	0.9991	0.10331
50	0.9950	0.9980	2.0655E-02
32	-0.9981	0.9992	6.7047E-03

Tabla 21.

*De la tabla anterior se observa que las correlaciones de segundo orden son mas altas, por lo tanto, la reacción es de segundo orden con respecto al Ácido Acético y de orden cero para el Butanol.*

# Bibliografía

1. Charles E. Leyes and Donald F. Othmer; Industrial and Engineering Chemistry; 40, 968, (October 1945).
2. Kirk Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 8, fourth Edition; Ed. John Wiley and Sons; USA 1995; 2<sup>a</sup> Ed.
3. Enciclopedia J. Mcketta p.p. 317-327.
4. R. H. Perry y D. W. Green; Eds.; Perry's Chemical Engineer's Handbook; sexta edición; McGraw-Hill; Nueva York, 1984.
5. H. SCOTT FOGLER; Elements of Chemical reaction engineering; Prentice-Hall international; USA, 1986.
6. J. M. Smith; Chemical Engineering Kinetics; Ed. Mc-Graw-Hill; México, 1991.
7. T. W. G. Solomons; Química Orgánica; Ed. Limusa; México, 1998.
8. Dr. Martín Hernández Luna; Propuesta de reforma de la enseñanza experimental; IMIQ; Julio, 1994 año XXXV Vol.07.
9. Richard M. Felder; Principios elementales de los procesos químicos; Segunda edición; Ed. Addison Wesley Iberoamericana; USA, 1991.

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

- 
10. E. J. Henley; Operaciones de separaciones por etapas de equilibrio en Ingeniería Química; Ed. Reverté; España, 1988.
  11. McCabe/Smith; Operaciones básicas de Ingeniería Química; Ed. Reverté; España, 1988.
  12. Enciclopedia ¿Qué quieres saber de la ciencia?; Ed. Oceano Vol. II; España, 1980.
  13. Enciclopedia Dacheма p.p. 182-183.