

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DE LA FORMA TAUTOMÉRICA ENOL,  
DE LA ACETONA, MEDIANTE ANÁLISIS DE DATOS CINÉTICOS EN LA  
HALOGENACIÓN DE UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA DE ORDEN UNO,  
CON CATÁLISIS BÁSICA UTILIZANDO UN REACTOR TUBULAR ESCALA  
LABORATORIO EN CONDICIONES ISOTÉRMICAS.

TESIS

PRESENTADA A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA

FACULTAD DE INGENIERÍA

POR

ELBA LUCILA MORALES MASSELLA

AL CONFERIRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, AGOSTO DE 1997.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE  
Biblioteca Central

08  
TC(4095)  
C.4

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

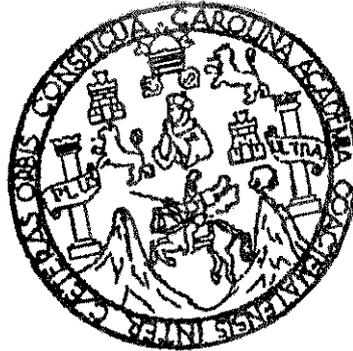
Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de tesis titulado:

VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DE LA FORMA TAUTOMÉRICA ENOL, DE LA ACETONA, MEDIANTE ANÁLISIS DE DATOS CINÉTICOS EN LA HALOGENACIÓN DE UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA DE ORDEN UNO, CON CATÁLISIS BÁSICA UTILIZANDO UN REACTOR TUBULAR ESCALA LABORATORIO EN CONDICIONES ISOTÉRMICAS.

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 22 de mayo de 1997.

  
ELBA LUCILA MORALES MASSELLA

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERIA

MIEMBROS DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO

Ing. Herbert René Miranda Barrios

VOCAL 1o.

Ing. Miguel Anguel Sánchez Guerra

VOCAL 2o.

Ing. Jack Douglas Ibarra Solórzano

VOCAL 3o.

Ing. Juan Adolfo Echeverría Méndez

VOCAL 4o.

Br. Víctor Rafarel Lobos Aldana

VOCAL 5o.

Br. Wagner Gustavo López Cáceres

SECRETARIA

Ing. Gilda Marina Castellanos de Illescas

TRIBUNAL QUE PRACTICO EL EXAMEN

GENERAL PRIVADO

DECANO

Ing. Julio I. González Podszueck

EXAMINADOR

Ing. Telma Maricela Cano Morales

EXAMINADOR

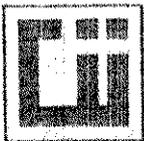
Ing. Julio Alberto Rivera Palacios

EXAMINADOR

Ing. Rodolfo Francisco Espinosa Smith

SECRETARIO

Ing. Francisco Javier González López



Guatemala, 15 de julio de 1997.

Ing. Julio Chavez  
Director de la Escuela de Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería  
Universidad de San Carlos de Guatemala

Ing. Julio Chavez:

Por la presente me dirijo a usted para hacer de su conocimiento que, habiendo revisado y asesorado al estudiante Elba Lucila Morales Massella, carnet No. 9112065 en el trabajo de tesis titulado: **VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DE LA FORMA TAUTOMERICA ENOL, DE LA ACETONA, MEDIANTE ANÁLISIS DE DATOS CINÉTICOS EN LA HALOGENACION DE UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA DE ORDEN UNO, CON CATÁLISIS BÁSICA UTILIZANDO UN REACTOR ESCALA LABORATORIO A CONDICIONES ISOTÉRMICAS,** me permito darle aprobación al presente Informe.

Atentamente,

Ing. Cesar Alfonso García.  
No. colegiado 145



**FACULTAD DE INGENIERIA**

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería  
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,  
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica  
y Regional de Post-grado de Ingeniería  
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12  
Guatemala, Centroamérica

Guatemala, 28 de julio de 1,997.

Ingeniero  
Julio Chávez Montúfar  
Director Escuela Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería  
Presente

Estimado Ingeniero Chávez.

Hago de su conocimiento que he revisado el Informe Final de Tesis del estudiante Elba Lucila Morales Massella, titulado: VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DE LA FORMA TAUTOMERICA ENOL, DE LA ACETONA, MEDIANTE ANÁLISIS DE DATOS CINÉTICOS EN LA HALOGENACION DE UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA DE ORDEN UNO, CON CATÁLISIS BÁSICA UTILIZANDO UN REACTOR TUBULAR ESCALA LABORATORIO A CONDICIONES ISOTÉRMICAS, deo constancia de aprobación del respectivo trabajo.

Agradeciendo la atención que se sirva dar a la presente, le saluda.

Atentamente,

ID Y ENSEÑAD A TODOS



Dr. Adolfo Gramajo Antonio  
REVISOR



**FACULTAD DE INGENIERIA**

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería  
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,  
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica  
y Regional de Post-grado de Ingeniería  
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12  
Guatemala, Centroamérica

El Director de la Escuela de Ingeniería Química, Ing. Julio Chávez Montúfar, después de conocer el dictamen del Asesor con el Visto Bueno del Jefe de Departamento, al trabajo de Tesis de la estudiante Elba Lucila Morales Massella, titulado: **VERIFICACION EXPERIMENTAL DE LA FORMA TAUTOMERICA ENOL, DE LA ACETONA, MEDIANTE ANALISIS DE DATOS CINETICOS EN LA HALOGENACION DE UNA REACCION HOMOGENEA DE ORDEN UNO, CON CATALISIS BASICA UTILIZANDO UN REACTOR TUBULAR ESCALA LABORATORIO EN CONDICIONES ISOTERMICAS**, procede a la autorización del mismo.

Ing. Julio Chávez Montúfar  
DIRECTOR  
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA



Guatemala, 26 de agosto de 1,997.

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS  
DE GUATEMALA



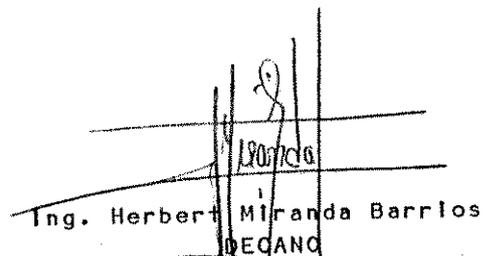
**FACULTAD DE INGENIERIA**

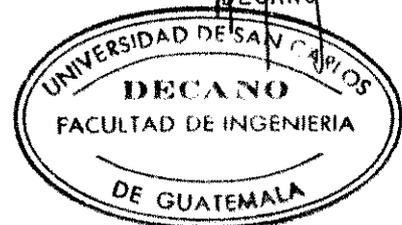
Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería  
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,  
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica  
y Regional de Post-grado de Ingeniería  
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12  
Guatemala, Centroamérica

El Decano de la Facultad de Ingeniería. luego de conocer la autorización por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de Tesis de la estudiante Elba Lucila Morales Massella, titulado: **VERIFICACION EXPERIMENTAL DE LA FORMA TAUTOMERICA ENOL, DE LA ACETONA, MEDIANTE ANALISIS DE DATOS CINETICOS EN LA HALOGENACION DE UNA REACCION HOMOGENEA DE ORDEN UNO, CON CATALISIS BASICA UTILIZANDO UN REACTOR TUBULAR ESCALA LABORATORIO EN CONDICIONES ISOTERMICAS**, procede a la autorización del mismo.

IMPRIMASE:

  
Ing. Herbert Miranda Barrios  
DECANO



Guatemala, 26 de agosto de 1,997.

## DEDICATORIA

**A Dios.** Por permitirme existir y darme la oportunidad de prepararme para la vida; sintiendo su presencia en todo momento.

**A la Virgen de la Medalla Milagrosa.**

Por ser ella un ejemplo de virtudes, por ser mi amiga en mis noches de desvelo y sentir su presencia en los momentos más difíciles de mi carrera.

**A mis padres:**

**A mi papá:** Que este triunfo que Dios nos da; es también gracias a su sacrificio, responsabilidad y apoyo, ya que, en todo momento sus palabras de aliento me ayudaron a salir adelante y culminar satisfactoriamente lo que un día fue un sueño para él.

**A mi mamá:** Dios y la Virgen la bendigan por sus preocupaciones y desvelos junto al reloj de su cama, siempre pendiente de mi sueño y de mi salud física como también de cada uno de mis retos, hoy este esfuerzo quiero que sea un premio para usted y dure para toda la vida.

**A mis hermanos:**

**Oscar:** por ser él quien me encaminó en el cumplimiento de los anhelos de mis papás, por ser mi amigo y compañero; siga adelante.

**Marlene:** por ser mi hermana, mi amiga, compañera y confidente, por brindarme siempre su apoyo incondicional y su ayuda profesional, por mostrarme el camino para cumplir lo que uno desea alcanzar en la vida.

**César:** por preocuparse por mí siempre, por brindarme su apoyo y escucharme siempre que lo necesité y estar al pendiente de todas mis dificultades.

**A Orlando Sánchez.** Por brindarme su amistad, apoyo y por demostrarme su cariño.

**A mi Mama Chila.** Por estar siempre al pendiente de nosotros sus nietos.

**A Luis Gómez.** Quien con paciencia, respeto, sinceridad y en una palabra amor, ha estado presente en el momento indicado; ésta meta que hoy culmino también es parte suya. Gracias.

**A mis tíos (as).** Por su cariño y apoyo siempre.

**A mis primos (as).** Para que esta meta que hoy alcanzo los motive a luchar por lo ellos quieren lograr para su vida.

**A mi tía Elba y a mi mama Tona: (Q.E.P.D.),** personas que físicamente no están hoy presentes pero en mi pensamiento viven por siempre, sé que desde donde estén comparten mi alegría.

**A mis amigos (as):** Ana, Blanca, Claudita, Flori, Karla, María del Carmen, Alex, Chito, y Sergio, por mostrarme siempre su amistad.

## **AGRADECIMIENTOS**

**A: Ing. César Alfonso García, por brindarme su tiempo para asesorarme en la elaboración del informe de tesis, y lograr de esta manera la culminación de mi carrera universitaria.**

**Dr. Adolfo Gramajo, por el tiempo dedicado a la revisión de esta tesis y por sus enseñanzas académicas.**

**Deseo agradecer el apoyo moral que he recibido de mi familia, en especial de mis padres y hermanos, de las familias Aldana Massella, Vallar Massella y Lara Massella.**

**Finalmente deseo agradecer a todas las personas que no mencioné, y que de una u otra forma han colaborado en mi formación profesional .**

# ÍNDICE

## CONTENIDO

Lista de ilustraciones.....	i.
Lista de tablas.....	ii.
Lista de gráficas.....	iii.
Glosario .....	iv.
Introducción.....	vi.
Resumen.....	vii.
Justificación .....	viii.
Objetivos.....	ix.
Hipótesis .....	ix.
Hipótesis Estadística .....	x.
<b>I. ANTECEDENTES.....</b>	<b>1.</b>
A. Historia sobre estudios realizados .....	1.
<b>B. MARCO TEÓRICO.....</b>	<b>2.</b>
1. Mecanismos de reacción y velocidad de reacción .....	2.
2. Clasificación de las reacciones orgánicas .....	2.
3. Mecanismo de Reacción .....	2.
4. Cinética .....	3.
5. Catálisis .....	6.
6. Catálisis en fase líquida .....	6.
7. Soluciones Amortiguadoras .....	8.
8. Reactores Químicos .....	9.
9. Sistemas de Reacción .....	10.
<b>10. TIPOS DE REACTORES.....</b>	<b>11.</b>
11. Reactores Intermitentes .....	11.
12. Reactores Tubulares Continuos .....	12.
13. Reactores Continuos Tipo Tanque .....	12.
14. Reactores Continuos de Flujo de Pistón Isotérmico .....	13.
15. Tiempo Espacial .....	15.
<b>17. DETECCIÓN DE LA CONVERSIÓN.....</b>	<b>16.</b>
18. Métodos de Absorción .....	16.
19. Espectroscopia de Absorción .....	17.
20. Transmitancia .....	17.

21. Absorbancia.....	17.
22. Espectrofotómetro .....	18.
<b>II. METODOLOGÍA.....</b>	<b>20.</b>
A. Localización .....	20.
B. Reactivos .....	20.
C. Materiales .....	20.
D. Equipo .....	20.
E. Recurso Humanos .....	21.
<b>F. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>21.</b>
1. Diseño de Tratamientos .....	21.
2. Diseño Experimental .....	21.
3. Unidad Experimental .....	21.
4. Manejo del Experimento .....	22.
5. Variable Respuesta .....	23.
6. Modelo Estadístico .....	23.
<b>III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....</b>	<b>25.</b>
<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>xi.</b>
<b>RECOMENDACIONES.....</b>	<b>xiii.</b>
Referencias .....	xiv.
Bibliografía.....	xv.
<b>A. APÉNDICE.....</b>	<b>xvi.</b>
Muestra de cálculo.....	xvii.
Datos Originales .....	xx.
<b>B. Resultados.....</b>	<b>xxii.</b>

## LISTADO DE TABLAS

No.	DESCRIPCIÓN	PÁG.
1.	TRATAMIENTOS UTILIZADOS EN EL DISEÑO EXPERIMENTAL.....	xx
2.	TRATAMIENTOS EN TRIPLICADO UTILIZADOS PARA LA REALIZACIÓN DEL EXPERIMENTO.....	xx
3.	DATOS PARA CURVA DE CALIBRACIÓN DEL CAUDAL EN FUNCIÓN DE LA ALTURA DE LOS DEPÓSITOS QUE CONTIENEN LOS REACTIVOS.....	xxii
4.	DATOS PARA CURVA DE CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTOMETRO SPECTRONIC 20 MARCA BASCH AND LOMB, PARA UNA LONGITUD DE ONDA DE 355 nm.....	xxiii
5.	LECTURA DEL PORCENTAJE DE TRANSMITANCIA PARA LA HALOGENACION DE LA ESTRUCTURA ENOL DE LA ACETONA.....	xxiv
6.	LECTURA DEL PORCENTAJE DE TRANSMITANCIA PARA LA HALOGENACION DE LA ESTRUCTURA ENOL DE LA ACETONA.....	xxiv
7.	LECTURA DEL PORCENTAJE DE TRANSMITANCIA PARA LA HALOGENACION DE LA ESTRUCTURA ENOL DE LA ACETONA.....	xxv
8.	LECTURA DEL PORCENTAJE DE TRANSMITANCIA PARA LA ESTRUCTURA ENOL DE LA ACETONA.....	xxv
9.	LECTURA DEL PORCENTAJE DE ENOL OBTENIDO POR MEDIO DE LA HALOGENACION DE LA ESTRUCTURA ENOL DE LA ACETONA.....	xxxiv
10.	PORCENTAJE DE TRANSMITANCIA MEDIOS OBTENIDOS EN EL EXPERIMENTO 1 Y EXPERIMENTO 2.....	xxxiv
11.	TIEMPO DE RESIDENCIA EN EL REACTOR TUBULAR ESCALA LABORATORIO A TEMPERATURA CONSTANTE.....	xxxvii

## LISTA DE GRÁFICAS

No.	DESCRIPCIÓN	PÁG.
1.	CURVA DE CALIBRACIÓN PARA FLUJO DE REACTIVOS EN FUNCIÓN DE LA ALTURA DE LOS DEPÓSITOS.....	xxii
2.	CURVA DE CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTOMETRO SPECTRONIC 20, LONGITUD DE ONDA 355 nm.....	xxii
3.	LONGITUD DEL REACTOR VRS. CONCENTRACIÓN DE ENOL (CORRIDA No. 1).....	xxvi
4.	LONGITUD DEL REACTOR VRS. CONCENTRACIÓN DE ENOL (CORRIDA No. 2).....	xxvi.
5.	LONGITUD DEL REACTOR VRS. CONCENTRACIÓN DE ENOL (CORRIDA No. 3).....	xxvii
6.	BARRAS DE CONCENTRACIÓN CONSTANTE DE ACETONA PARA EL PORCENTAJE DE ENOL EN FUNCIÓN DE LA LONGITUD DEL REACTOR....	xxviii
7.	PORCENTAJE DE ENOL VRS CONCENTRACIÓN DE ACETONA CONSTANTE VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxviii
8.	DIAGRAMA DE SUPERFICIE PARA EL PORCENTAJE DE ENOL VRS NUMERO DE CORRIDAS VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxix
9.	LONGITUD DEL REACTOR VRS CONCENTRACIÓN DE ENOL. (CORRIDA No. 1).....	xxx.
10.	LONGITUD DEL REACTOR VRS CONCENTRACIÓN DE ENOL. (CORRIDA No. 2).....	xxx
11.	LONGITUD DEL REACTOR VRS CONCENTRACIÓN DE ENOL. (CORRIDA No. 3).....	xxxi
12.	BARRAS DE CONCENTRACIÓN DE ENOL DE LA ACETONA EN FUNCIÓN DE LA LONGITUD DEL REACTOR.....	xxxii
13.	PORCENTAJE DE ENOL VRS CONCENTRACIÓN CONSTANTE DE ACETONA VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxxii
14.	DIAGRAMA DE SUPERFICIE PARA EL PORCENTAJE DE ENOL VRS NUMERO DE CORRIDAS VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxxiii
15.	PORCENTAJE DE HALOGENACION DEL TAUTOMERO ENOL VRS ACETONA CONSTANTE VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxxv
16.	PORCENTAJE DE HALOGENACION DEL TAUTOMERO ENOL VRS YODO CONSTANTE VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxxv
17.	PORCENTAJE DE TRANSMITANCIA MEDIA PARA EL EXPERIMENTO 1 Y 2 VRS LONGITUD DEL REACTOR.....	xxxvi
18.	LONGITUD DEL RECTOR VRS TIEMPO DE RESIDENCIA.....	xxxvii

## 1. GLOSARIO

**Acetal:** clase de compuestos orgánicos que se produce cuando se combina un aldehído con dos moléculas de alcohol. La fórmula general es  $RCH(OR')$ .

**Actividad óptica:** propiedad de una sustancia de rotar el plano de luz polarizada.

**Base fuerte:** base que se ioniza y se disocia cerca de 100% en soluciones acuosas diluidas, base que adiciona una gran cantidad de OH al agua.

**Calorímetro:** instrumento usado para medir el cambio calorífico que acompaña a las reacciones químicas.

**Catalizador:** una sustancia que aumenta la velocidad de una reacción química disminuyendo su energía de activación, generalmente, un catalizador se recupera después de la reacción.

**Cetona:** derivado de hidrocarburo en el que un oxígeno con enlace doble reemplaza a dos hidrógenos en una posición que no sea un carbono quiral terminal de la cadena.

**Cinética química:** el estudio de las velocidades y los mecanismos de las reacciones químicas.

**Compuesto intermedio:** compuesto que se forma en una reacción, pero que reacciona de inmediato en las condiciones prevalecientes.

**Concentración:** la relación de la masa o el volumen de un soluto a una masa o un volumen específicos de un disolvente o solución.

**Constante de equilibrio:** para una reacción en equilibrio a una temperatura dada, la relación del producto de las concentraciones de los productos de la reacción al producto de las concentraciones de los reactantes, con cada término elevado a una potencia igual al coeficiente estequiométrico de la especie en la reacción.

**Constante de velocidad:** (k) la constante de proporcionalidad entre la velocidad de una reacción y los términos de concentración en la ecuación de velocidad.

**Densidad:** la masa de una sustancia por unidad de volumen.

**Ecuación química:** representación de una reacción química en la que se muestra en orden, las fórmulas de los reactantes, una flecha y las fórmulas de los productos, con números iguales de átomos de cada elemento a la izquierda y a la derecha de la flecha.

**Enlace sigma:** el enlace que resulta de los electrones de una orbital molecular sigma y que es simétrico con respecto del eje internuclear.

**Equilibrio:** el estado de un sistema se obtiene un balance de las fuerzas o velocidades opuestas.

**Mecanismo de reacción:** serie de pasos consecutivos que ocurren cuando las moléculas de un reactante chocan y forman productos.

**Mezcla homogénea:** mezcla de sustancias puras que tienen la misma composición general; una solución.

**Polarímetro:** instrumento que se utiliza para medir la rotación observada de las sustancias ópticamente activas.

**Reacción de primer orden:** reacción para la que la velocidad es proporcional a la primera potencia de la concentración de un solo reactante.

**Reacción reversible:** reacción en la cual los productos se pueden combinar para producir los reactantes.

**Solución buffer:** solución que está compuesta por un ácido débil y su sal o por una base débil y su sal y que resiste cambios en el pH (También se le conoce como solución amortiguadora).

**Solución básica:** solución en la que la concentración de iones OH es mayor que la de iones H.

**Solución reguladora:** solución de un ácido débil y una sal del mismo ácido, o de una base débil y una sal de dicha base, solución que puede reaccionar con pequeñas cantidades de ácidos o bases fuertes sin que su pH cambie sensiblemente.

**Temperatura:** la propiedad de un cuerpo que determina la dirección del flujo espontáneo de calor.

### 3. RESUMEN

En el presente estudio se ha evaluado el efecto de la variación de la concentración inicial de yodo molecular, acetona y distancia recorrida en un reactor tubular isotérmico, en el porcentaje de yodación del enol de la acetona en la reacción homogénea de orden uno, en un reactor tubular isotérmico escala laboratorio. Se utilizaron tres concentraciones iniciales de yodo molecular, con tres concentraciones de acetona, y cinco distancias recorridas a lo largo del reactor tubular isotérmico.

Para cada tratamiento experimental con los tres factores de variación antes mencionados se hicieron tres repeticiones y, para cada uno, se ha calculado el porcentaje de yodación del enol de la acetona en la reacción, a partir de la medición de la concentración de yodo residual por medio de técnicas espectrofotométricas. A estos resultados se les ha hecho un análisis de varianza en el que se ha utilizado la prueba de los intervalos de Duncan.

Los datos obtenidos indican que existe variación significativa en el porcentaje de yodación del enol en la acetona, como consecuencia de la variación en la concentración inicial de yodo molecular, acetona acuosa, y distancia recorrida en el reactor tubular isotérmico escala laboratorio. La concentración inicial de yodo molecular y acetona variable presenta el mayor efecto del porcentaje de enol de la acetona en la reacción homogénea para el sistema yodo molecular - acetona.

## 4. JUSTIFICACIÓN

El presente trabajo de tesis pretende desarrollar una referencia teórico-práctico útil para fines experimentales, la cual, consiste en el análisis del grado de halogenación de la forma enólica de la acetona catalizada por una base, en un reactor continuo tubular escala laboratorio, a diferentes concentraciones de los reactantes.

En el reactor continuo tubular escala laboratorio, se han realizado una serie de investigaciones de varios sistemas químicos, los cuales pueden ilustrar, describir e identificar las variables involucradas en un proceso con reacción química, como lo son: la determinación de la velocidad de la reacción, orden de la reacción ( que es de orden uno), influencia de la temperatura, concentración inicial de los reactantes, y la longitud del reactor en el grado de conversión a productos.

La enolización es definida como la especie que en equilibrio existe por tautomería entre la forma ceto y dicha forma enol, ésta última, al ser halogenada con catálisis básica catalizada nos da como resultado la halohidrina en el hidrógeno alfa, la que permite confirmar la existencia del enol en el modelo de tautomería.

El reactor tubular escala laboratorio es un prototipo de modelo didáctico, al que, se le han realizado una serie de modificaciones para poder obtener mejores porcentajes de conversión de la forma enol a la forma enol halogenado, en éste tipo de reactor una de las variables fundamentales para la conversión es la longitud del reactor para la obtención del producto deseado.

## 6. HIPÓTESIS

Es posible establecer experimentalmente el grado de enolización de la acetona por medio de halogenar en medio básico, dicha forma tautomérica , utilizando un reactor continuo tubular escala laboratorio a condiciones isotérmicas y adiabáticas.

### HIPÓTESIS ESTADÍSTICA

**H1:** Sí existen variaciones significativas en la halogenación de la acetona, para la reacción homogénea de primer orden, a diferentes puntos de muestreo a lo largo del reactor continuo tubular, escala laboratorio.

**H2:** No existe variación significativa.

## 7. ANTECEDENTES

### 7.1. Historia sobre estudios realizados.

El estudio e investigación de este trabajo surge por la iniciativa del ingeniero César García Guerra de aportar nuevos temas científico práctico para los estudiantes del curso de Cinética de los Procesos Químicos Industriales, es por ello, que este trabajo de tesis titulado, **Verificación experimental de la forma tautomérica enol de la acetona, mediante análisis de datos cinéticos en la halogenación, de una reacción homogénea de orden uno, con catálisis básica utilizando un reactor tubular escala laboratorio a condiciones adiabáticas e isotérmicas**, demuestra e ilustra como es posible experimentar un modelo teórico, postulado en la química orgánica en una cinética de reacción de orden uno, en la práctica experimental de Química.

Antecedente a éste trabajo de investigación varias tesis, las cuales han aportado temas específicos para sirvan de referencia en el laboratorio de Cinética de los Procesos Químicos Industriales.

Es así, como el primer trabajo de tesis efectuado sobre un reactor tubular, fue en 1,984 por Lisely Teresa de León Arana, con el título **EVALUACIÓN DEL DISEÑO DE UN REACTOR QUÍMICO TUBULAR TIPO LABORATORIO COMO RECURSO DOCENTE PARA LA PRACTICA DEL CURSO DE CINÉTICA DE LOS PROCESOS QUÍMICOS**. En dicho trabajo evaluó los parámetros de concentración, temperatura y longitud del reactor para obtener una mayor conversión en los reactantes; en un rango de temperatura de 20 a 60 °C, concentración de yoduro de potasio en un rango comprendido entre 0.1 a 0.4 M. Llegando a obtener los resultados: conversión máxima de 0.065 mol<sup>-1</sup>, tiempo de residencia 1.53 segundos en una longitud del reactor de 120 cm.

En 1,986 el estudiante Francisco Aben Rosales Cerezo realiza el trabajo de investigación titulado: **HIDRÓLISIS DE LA SACAROSA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO DILUIDO EN CONDICIONES ISOTERMAS, ADAPTADA AL REACTOR TUBULAR TIPO LABORATORIO**. El cual, ejemplifica e ilustra la hidrólisis (inversión) de la SACAROSA en sus componentes, fructuosa y glucosa, por medio de ácido clorhídrico.

Trabajó con diferentes temperaturas , con concentración constante de azúcar y ácido clorhídrico. Obteniéndose una temperatura óptima de 65 °C, con una concentración de sacarosa de 1.9476 M, inversión máxima de sacarosa de 1.98%, con una velocidad espacial de 0.063 min. , para una longitud del reactor de 120 cm .

Francisco Rosales Cerezo, desarrolló también el trabajo de tesis titulado, **OPTIMIZACION DE LA OPERACIÓN DE UN REACTOR DE LABORATORIO A TEMPERATURA Y CONCENTRACIÓN CONSTANTE PARA UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA DE PRIMER ORDEN.** Trabajó la hidrólisis de la sacarosa, con ácido clorhídrico diluido, con una reacción de Seudo Primer Orden. Obtuvo una temperatura óptima de operación de 70 °C , concentración de sacarosa de 0.29844 M . Alcanzó una conversión máxima de 91.78% con un tiempo de residencia de 1.59 seg. , para una longitud total del reactor de 360 cm .

Walter Oswaldo Zelada Sánchez publica en 1,988 el trabajo de tesis titulado, **EVALUACIÓN DE UN REACTOR TIPO TUBULAR DE LABORATORIO PARA UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA E IRREVERSIBLE DE SEGUNDO ORDEN (SISTEMA ACETATO DE ETILO-HIDROXIDO DE SODIO).** Trabajó en un rango de concentración de 0.05 a 0.15 mol - 1, obteniendo como resultado una constante de velocidad de reacción de  $K= 0.1547 \text{ mol seg.}$  , con un orden de reacción de  $n = 2.055$ , un tiempo de residencia de 13.0 seg. y un porcentaje de conversión máxima de 38.06%.

El trabajo de tesis titulado , **EVALUACIÓN DEL GRADO DE CONVERSIÓN PARA UNA REACCIÓN DE SEGUNDO ORDEN (SISTEMA YODURO PERSULFATO) , CATALIZADA, A DIFERENTES CONCENTRACIONES, REALIZADA EN UN REACTOR TUBULAR, ESCALA LABORATORIO, A DIFERENTES TEMPERATURAS DE OPERACIÓN.** Es realizado por Telma Maricela Cano Morales en 1,989.

Utilizó para la realización de este trabajo un reactor tipo tubular, con un sistema químico redox yoduro de potasio-persulfato de potasio, siendo ésta una reacción de segundo orden, operando en un rango de temperatura de 22 a 60 °C, concentraciones iniciales de reactivos de 0.01 a 0.03 M. Como resultado de su investigación obtuvo una conversión máxima de 51.6% con una concentración de 0.03 M, para una longitud total del reactor de 318.5 cm .

En 1,991, el estudiante Willy Vidal Pirir Rojas efectúa el trabajo de tesis con el título, **EVALUACIÓN DEL GRADO DE CONVERSIÓN EN EL SISTEMA QUÍMICO CLORURO FERRICO-CLORURO ESTAÑOSO CATALIZADO CON ÁCIDO CLORHÍDRICO.**

Utilizó un reactor tubular escala laboratorio, con una cinética de tercer orden, operando su sistema a diferentes concentraciones y temperaturas. Se obtuvo como resultado de esta investigación un porcentaje de conversión máxima, para un reactor tubular de una longitud determinada.

Claudia Cristina Urizar Pérez en 1994 publica el trabajo de tesis titulado, **EFFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR EN EL GRADO PARA UNA REACCIÓN HOMOGÉNEA DE SEGUNDO ORDEN (SISTEMA YODURO-PERSULFATO) A DIFERENTES CONCENTRACIONES DE REACTANTES, EN UN REACTOR TUBULAR ISOTÉRMICO ESCALA LABORATORIO.**

Utilizó un rango de concentración de reactivos de, 0.01 a 0.03 M , y una concentración de catalizador de, 0.2/0.267 M a 0.6/0.8 M . Obteniendo como resultado un porcentaje de conversión máxima de 89.93%, para una longitud del reactor de 359.60 cm .

## **7.2 MARCO TEÓRICO:**

### **7.2.1 Mecanismos de reacción y velocidad de reacción.**

#### **7.2.2 Clasificación de las reacciones orgánicas:**

Las reacciones orgánicas pueden clasificarse en los siguientes cuatro grupos:

1. Sustituciones (a veces llamadas desplazamientos)
2. Adiciones
3. Eliminaciones
4. Reordenamientos (a veces llamada isomerización).

**Breslow** (p. 35) Una reacción compleja puede caer en más de estas categorías, pero los pasos individuales que la componen siempre pueden ubicarse en una de las categorías enunciadas.

La enolización de la acetona representa un ejemplo de reordenamiento (éstos incluyen todos los casos en los cuales el cambio sólo afecta a la posición de los átomos en la molécula). La clasificación que antecede es descriptiva, pero no implica prácticamente nada con respecto al mecanismo.

### **7.2.3 Mecanismo de reacción.**

**Breslow** (p. 37) Para describir el mecanismo de cualquier reacción real se requiere un conocimiento mucho más detallado que el proporcionado por estas clasificaciones. Conocer el

mecanismo significa el conocimiento exacto de la posición de cada uno de los átomos que desempeñan un papel, tanto en las moléculas del solvente como en las de los reactivos, durante el tiempo que dura la reacción.

También tendríamos que conocer la naturaleza de las interacciones o uniones entre estos átomos, la energía del sistema en todo momento y la velocidad con la cual ocurren los diversos cambios durante la reacción. Esto significa conocer más de lo que hasta ahora se sabe de cualquier reacción de manera que no nos queda más remedio que fijarnos objetivos más limitados. Consideraremos que hemos hecho un buen comienzo si conocemos todos los compuestos intermedios que se forma y podemos decir, en términos generales, cómo se produce cada uno de los pasos de la reacción total. La descripción general deberá contener todo lo que podemos afirmar acerca del ataque de unos átomos por otros, la facilidad con que tal cosa sucede y la clase de uniones que se encuentran a medida que este paso de la reacción progresa. Se observará que en un número muy limitado de casos se logra cumplir con este objetivos, a pesar de sus limitaciones.

El estudio de los mecanismos de las reacciones es uno de los campos donde la investigación es más activa, pero queda aún mucho por hacer. Los criterios que siguen son importantes y deben tenerse en cuenta en estos ensayos.

1. El mecanismo propuesto debe explicar la aparición de los productos de la reacción. Este parece un requerimiento trivial, pero se reconoce su importancia si se incluye la exigencia de explicar la estereoquímica de la reacción, y de los resultados obtenidos si la reacción se realiza con átomos marcados.
2. Si se postulan sustancias intermedias en un mecanismo, es deseable que se las pueda detectar por métodos físicos o químicos, pero, en todo caso, si se agregan a la reacción estas sustancias intermedias, ellas deben formar los productos correctos.
3. El mecanismo debe ser capaz de explicar los efectos de un cambio en las condiciones de la reacción. Esto incluye los efectos de las variaciones del medio y de la temperatura o los efectos producidos por el agregado de catalizadores sobre la naturaleza de los productos y sobre la velocidad de la reacción.
4. El mecanismo debe explicar la cinética de la reacción. En realidad este criterio constituye un caso particular del requerimiento 3, pero es muy importante.

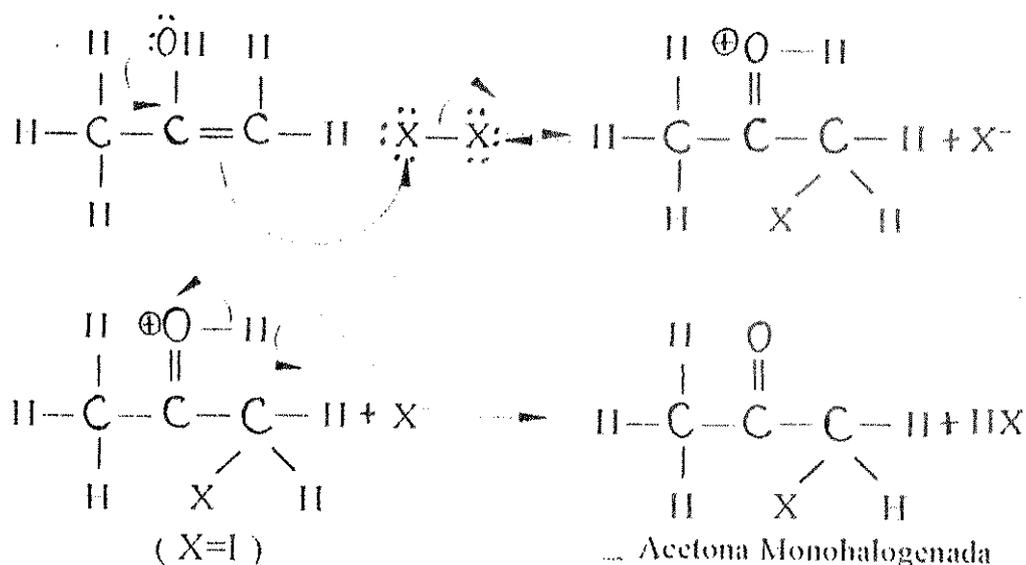
#### 7.3.4 Cinética.

**Breslow** (p. 50) La velocidad de una reacción dependerá en general, de alguna manera de las concentraciones de los reactivos y catalizadores. La expresión de la velocidad describe el **orden cinético** de la reacción.

La gran utilidad de la cinética proviene de una regla importante: **el orden cinético de cada paso individual es igual a la molecularidad de ese paso**. Desde luego esto es razonable, porque la frecuencia de los choques entre las moléculas A y B debe depender de las concentraciones de ambas. Esta regla significa que al sugerir un mecanismo se está enunciando una predicción cinética que puede ser sometida a la verificación experimental.

Consideremos ahora la reacción de la acetona con yodo en solución acuosa a pH constante. Siempre que exista cierta cantidad de yodo, la velocidad de esta reacción es independiente de la concentración de yodo, y resulta de primer orden en la concentración de la acetona.

Esta observación experimental puede explicarse mediante el siguiente mecanismo



Cada paso elemental de la reacción obedece a la regla de que el orden es igual a la molecularidad, así la velocidad de formación de la forma enólica de la acetona (paso 1) será de orden uno en acetona, mientras que la velocidad de la yodación de la forma enólica será de orden uno tanto en la forma enólica como en yodo. El mecanismo estará de acuerdo con la cinética observada, siempre que se suponga que la segunda reacción es muy rápida en comparación con la primera. En este caso, toda la forma enólica es convertida de inmediato en yodoacetona, cualquiera sea la concentración del yodo (siempre que no sea despreciable). En consecuencia, la velocidad de la reacción total dependerá solamente de la velocidad de

formación de la forma enólica. El paso lento, que en este caso es la enolización, es el paso que determina la velocidad de la reacción ; el paso siguiente, que es más rápido, no afecta la velocidad de la reacción total, porque todo aquello que consigue atravesar el cuello de botella del paso lento es convertido inmediatamente en producto de reacción.

La cinética es de orden uno en **acetona**, pero es su forma **enólica** ,la especie química que interviene en el paso que determina la velocidad. Como la formación enólica está en equilibrio con la acetona, su concentración es proporcional a la de la acetona. Se dice por ello que la acetona y su forma enólica son **cinéticamente equivalentes**. La ley cinética observada experimentalmente a muy pequeñas concentraciones de yodo puede ser interpretada como si fuera la acetona o su forma enólica la especie química que reacciona con el yodo, y sólo es posible demostrar que se trata de la forma enólica, mediante el empleo de otros argumentos.

**Breslow** (p. 51) La yodación de la acetona ocurre por enolización, seguida por la yodación del enol. Si la reacción se lleva cabo en una solución de pH regulado, la expresión cinética indica que, tanto los ácidos como las bases, catalizan el proceso. Con ácidos parece claro que se forma el enol, en cambio para el proceso catalizado por la base, el intermediario reactivo probablemente sea el ion enolato.

La distinción es real, pero difícil de realizar experimentalmente, de modo que frecuentemente no distinguimos entre enoles y enolatos en la discusión de los procesos catalizados por bases.

Al estado de equilibrio, la acetona solo contiene 0.00025% de enol. Como puede verse en la tabla siguiente otras cetonas son mucho mas enolicas.

Tabla No. 1

Compuesto	% enol
Acetona	0.00025
Ciclohexanona	0.020
Acetilacetona	80.0
Éster acetoacetico	7.5
Biacetilo	0.0056
1,2-ciclohexanodiona	100.0

Esta estabilización resulta menos efectiva en el enol del éster aceto-acetico, porque el grupo éster posee menos capacidad para atraer electrones.

Las velocidades relativas de enolización tienen más interés que los valores de equilibrio que terminan de discutirse. Los mejores datos de que se dispone son los de la velocidad de formación del ion enolato, que serán útiles al considerar procesos catalizados por bases.

Las velocidades resultaran por supuesto, mayores, pero las relaciones entre las velocidades de compuestos diferentes no serán, en general, afectadas.

### 7.2.5 Catálisis:

Perry (p. 4) Denomina: catalizador a una sustancia capaz de acelerar una reacción sin sufrir cambios en el proceso total. Para que esto sea posible es necesario que el catalizador disminuya la energía del estado de transición del proceso no catalizado, o que posibilite un nuevo paso cuya energía de activación sea pequeña. Los casos más importantes de catálisis homogénea en química orgánica están relacionados con la acción de ácidos y bases.

**7.2.6 Catálisis en fase líquida.** La mayoría de las catálisis homogéneas ocurren en la fase líquida. La catálisis de ácido-base es el tipo de reacción catalítica en fase líquida que se ha estudiado más minuciosamente. Entre los ejemplos de reacciones orgánicas importantes cuyas velocidades se controlan mediante la catálisis de ácido-base se incluyen:

1. Inversión de azúcares
2. Hidrólisis de ésteres y amidas
3. Halogenación de la acetona y nitroparafinas
4. Mutarrotación de la glucosa
5. Esterificación de alcoholes
6. Enolización de aldehídos y cetonas

En el caso de reacciones catalizadas mayormente con ácido o con base, la relación entre la efectividad del catalizador ( en lo que respecta a la constante de velocidad) y la fuerza del ácido o la base (constante de ionización), se ha expresado a menudo por medio de la ecuación de Bronsted,

$$k = CK^a$$

en donde k representa la constante de velocidad ( o constante catalítica) K es la constante de ionización ya sea del ácido o de la base, C y a son constantes empíricas gobernadas por el tipo de la reacción, la temperatura y el disolvente. Los valores observados de a se mantienen dentro

de la gama 0.3 a 0.9. Se ha encontrado que la ecuación de Bronsted se aplica de un modo notable a muchas reacciones catalizadas ácido-base.

Según el concepto general de ácidos y base propuesto por Bronsted y Lowry, los ácidos y bases no disociados son tan eficaces como catalizadores como los son los iones H u OH. Por lo tanto la catálisis como ácido comprende la transferencia de H al reactivo que se está catalizando, en tanto que en la catálisis como base, lo que prevalece es la recepción de H por parte de esta última. Esto implica que los reactivos actúan como base durante la catálisis ácida, mientras que sirven de ácido en las catálisis básica.

Las velocidades relativas de enolización tienen más interés que los valores de equilibrio que terminan de discutirse. Los mejores datos que se disponen de son los de la velocidad de formación del ion enolato, que serán útiles al considerar procesos catalizados por bases. En el caso de la catálisis básica se aplica un razonamiento, la constante de ionización de la base ( $K_b$ ) es inversamente proporcional a la constante de ionización ( $K_a$ ) del ácido conjugado. Esto se deduce del hecho de que en solución acuosa

$$K_a * K_b = K_w$$

donde  $K_w$  es el producto iónico del agua.

La existencia de la catálisis básica general puede deducirse a partir de la evidencia cinética típica obtenida en la descomposición de la nitramida.

La catálisis general acidobásica se estableció originalmente a partir de estudios cuidadosos de la cinética de yodación de la acetona en solución acuosas amortiguadoras de acetato. Se halló experimentalmente que en una solución amortiguadora dada, la velocidad de reacción es proporcional a la concentración de acetona, y está dada exactamente por la ecuación:

$$\text{velocidad} = k [\text{acetona}] \quad (1)$$

donde  $k$  es la constante de velocidad de la reacción de primer orden determinada experimentalmente. Debe recordarse que esta reacción es de orden cero respecto del yodo.

La constante catalítica de H es mucho mayor que la de HA y la constante catalítica de OH es mucho mayor que la de A. Por tanto, en solución acuosa, los efectos catalíticos de H y OH superan con frecuencia en forma abrumadora a aquellos debidos a otros ácidos y bases en solución. La catálisis general sólo puede demostrarse mediante experimentos realizados cuidadosamente en soluciones amortiguadoras, donde las concentraciones de H y OH se controlan con gran exactitud.

La velocidad de formación del enol depende en parte, del grado de protonación del carbonilo, la reducción de basicidad del carbonilo que produce el átomo de halógeno en posiciones alfa (es un extractor de electrones) reduce la velocidad de enolización y por tanto la velocidad de introducción del segundo átomo de halógeno. Los factores energéticos que

favorecen la formación cetónica están más que compensados por factores energéticos, mucho más favorables en el enol, que permiten la estabilización por resonancia. Por tanto, el equilibrio cetoenólico de la acetona es tan favorable a la forma enólica que la formulación adecuada de la estructura es la del enol.

**Syker** (p. 20) El oxígeno tiene mayor densidad electrónica que el carbono en la escala de Pauling. Esto se manifiesta por un momento dipolar permanente y por una propensión a ceder electrones, es decir, el grupo carbonilo actúa como un centro nucleófilo. Un compuesto carbonilo dado en presencia de un ácido se protona, el grado de protonación depende de la fuerza del ácido. Aunque los compuestos carbonílicos son moderadamente básicos, su basicidad es débil comparada con la de los compuestos generalmente clasificados como bases. Las adiciones catalizadas por bases se asocia después del ataque nucleófilo. En la reacción catalizada por base el paso limitante de la velocidad es el ataque del ion hidróxido (especie nucleófila) al grupo carbonilo libre.

El ion carbonilo resultante no parece un intermedio muy convincente para la yodación.

- a) porque no parece existir ninguna razón por lo que el yodo deba atacarlo fácilmente en una etapa rápida.
- b) las protonaciones sobre el oxígeno, como la que conduce a su formación son generalmente rápidas y no lentas tal como requeriría.

Por lo tanto se ha sugerido que el intermedio real podría obtenerse por pérdida lenta de un protón del carbono para dar la forma enólica de la acetona, cuyo doble enlace activado carbono-carbono debe esperarse que reaccione con el yodo en una etapa rápida.

### 7.2.7 Soluciones amortiguadoras:

**Fritz** (p. 105) Una solución amortiguadora es una mezcla compleja que, al añadirse a la solución, ayuda a mantener un pH determinado. Una solución amortiguadora soporta los cambios de pH que se producirían si se diluyese la solución o si se añadiese un ácido fuerte o una base fuerte a la solución, y mantiene el pH constante. Las soluciones amortiguadoras son de gran importancia en numerosos sistemas químicos y bioquímicos.

El catalizador básico es un buffer utilizado así para que no exista variación en la capacidad catalizada.

Una solución amortiguadora consta de un ácido débil y la sal de dicha base, o bien de una sal ácida, como el ftalato ácido de potasio. Cuando se titula un ácido débil con base fuerte se forma una solución amortiguadora.

Por ejemplo, cuando se titula ácido acético se produce acetato en solución y éste, junto con el ácido acético no neutralizado, forma una solución amortiguadora. Cuando se añade base, como NaOH, a la solución el punto intermedio de la titulación, el pH aumenta en muy poco. Si se añade un ácido fuerte, como HCL, el pH también disminuirá muy poco.

Se puede añadir mucho ácido o mucha base, de forma que el pH rebase la región amortiguadora, y se eleve o disminuya con más rapidez. La cantidad de ácido o base que puede soportar una solución amortiguadora manteniendo el pH en un intervalo muy pequeño, se denomina **capacidad amortiguadora** de la solución. Desde el punto de vista cuantitativa capacidad amortiguadora se define como el número de moles de un ácido fuerte que se necesitan para disminuir el pH de un litro de solución amortiguadora una unidad de pH. Evidentemente la capacidad amortiguadora será mayor si hay más cantidad de solución amortiguadora presente. Una cantidad determinada de solución amortiguadora, tendrá más capacidad amortiguadora cuando las concentraciones del ácido conjugado y la base de dicha solución sean equimolares.

El pH al cual opera la solución amortiguadora dependerá de la proporción de ácido y base conjugada en solución y de la constante de ionización del ácido débil o de la base que forma la solución amortiguadora ( y su base conjugada) deberá ser lo más cercano posible al pH en el cual funcionará la solución amortiguadora. El  $pK_b$  de la base que se emplea en la solución amortiguadora ( y su ácido conjugado) deberá ser tales que el término  $14 - pK_b$  sea aproximadamente igual al pH en el cual se desea amortiguar la solución.

La proporción de sal y ácido o sal y base que se necesita para amortiguar una solución a un pH determinado puede calcularse mediante el  $pK_b$  del ácido o el  $pK_b$  de la base.

Cuando es necesario amortiguar una solución a un pH determinado, deberá comprobarse el pH de la solución con un potenciómetro después de haber agregado la solución amortiguadora. A menudo será necesario añadir un poco más de ácido o de base.

### **7.2.8 Reactores químicos:**

**De la Peña ( p. 17)** El diseño y análisis de los reactores químicos se puede lograr siguiendo dos criterios en esencia. Primero implica usar técnicas y métodos de escalamiento. El segundo implica hacerlo utilizando ecuaciones cinéticas de diseño. La ecuación de diseño del reactor se obtiene a partir de balances de materia y energía. El último es necesario cuando la temperatura del sistema reactivo no es constante.

Para poder analizar y/o diseñar un reactor químico es necesario tener conocimientos previos de disciplina tales como:

- Balance de materia
- Termodinámica
- Fenómenos de transporte
- Cinética química
- Economía
- Optimización

El balance y la termodinámica contestan la pregunta ¿Qué cambios pueden ocurrir?. La cinética química y fenómenos de transporte contestan la pregunta: ¿Qué tan rápido es el cambio?, y ¿Cómo procede dicho cambio y de dónde?. La economía y la optimización dicen si la operación del reactor es la óptima económica.

Utilidad del balance de materia. El balance de materia sirve para calcular o ayudar a calcular lo siguiente:

1. Balance estequiométrico.
2. Independencia de reacciones.
3. Números estequiométricos.
4. Selección de mecanismos de reacción.

Utilidad de la termodinámica, sirve para calcular lo siguiente

1. Cambios de entalpía.
2. Calores de reacción.
3. Constantes de equilibrio químico.
4. Conversiones de equilibrio.
5. Producción de entropía en el sistema.

Fenómenos de transporte.

Comprende :

1. El transporte de cantidad de movimiento.
2. El transporte de energía
3. El transporte de masa.

El objetivo principal de fenómenos de transporte enfatiza la comprensión de principios básicos y a la vez disminuye el empirismo basado en poca teoría. Se puede concluir que fenómenos de transporte puede crear una mentalidad ingenieril analítica, útil indudablemente en la fase creativa del diseño.

### 7.2.9 Sistemas de reacción:

De la Peña (p. 25) Los sistemas de reacción son generalmente divididos en dos grandes grupos: sistemas cerrados y sistemas abiertos. A los sistemas cerrados se les denomina también con el nombre de sistemas estáticos y su principal característica es la de no tener intercambio de materia con los alrededores. A los sistemas abiertos se les denomina con el nombre de sistemas dinámicos y su principal característica es la de poder tener intercambio de materia y calor con los alrededores.

La cinética química, sin importar si el sistema es abierto o cerrado, tiene dos grandes sistemas de operación: homogéneo y heterogéneo. El sistema heterogéneo, a diferencia del homogéneo, puede tratar con otras disciplinas diferentes a la reacción química en sí.

### 7.3 Tipos de reactores:

A los reactores químicos se les puede dividir en los siguientes tipos:

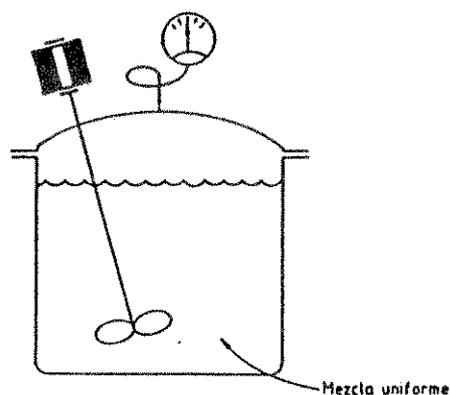
- Reactores intermitentes.
- Reactores continuos.
- Tubulares.
- Tipo tanque.
- Reactores semi-continuos tipo tanque.

#### 7.3.1 Reactores intermitentes:

Las características principales de los reactores intermitentes ( o por lotes o batch como también se les denomina) son las siguientes:

- a) La reacción química se lleva a cabo en un sistema cerrado.
- b) Todos los reactivos son cargados al reactor al inicio de la operación.
- c) Al final de la operación, la carga reactiva se descarga a un mismo tiempo.
- d) Operan a régimen inestable.

La consideración que generalmente se toma en el diseño de reactores intermitentes es la de suponer que la mezcla reactiva está bien agitada y por ende, la concentración de cualquier especie reactiva, al igual que la temperatura y presión, tendrán el mismo valor a un tiempo determinado de reacción en cualquier punto del reactor.



Reactor discontinuo

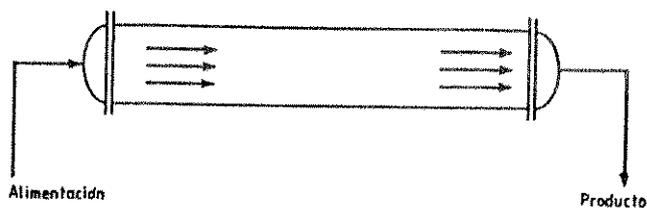
Figura No. 1

### 7.3.2 Reactores tubulares continuos:

Las características principales de los reactores tubulares son las siguientes:

- a) La reacción química se lleva a cabo en un sistema abierto.
- b) Todos los reactantes y productos se añaden y descargan continuamente.
- c) Operan a régimen estable. Por ende, ninguna de las propiedades del sistema varía con respecto al tiempo en un punto dado del reactor.
- d) La temperatura, presión y composición pueden variar con respecto al tiempo de residencia o longitud del reactor.

Una consideración que se toma en el diseño de reactores tubulares es la de suponer que el transporte de masa y calor se efectúa por convección forzada y únicamente en la dirección axial.



Reactor de flujo en pistón

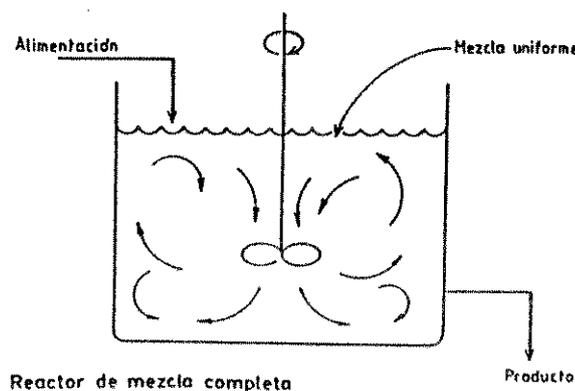
Figura No. 2

### 7.3.3 Reactores continuos tipo tanque.

Las características son las siguientes:

- La reacción química se lleva a cabo en un sistema abierto.
- Los reactantes se añaden y descargan continuamente.
- Operan a régimen estable.

Una consideración que se toma en el diseño de este tipo de reactores es la de suponer que la mezcla reactiva interacciona bien agitada y por tanto la concentración, temperatura y presión son las mismas en cualquier punto del reactor.



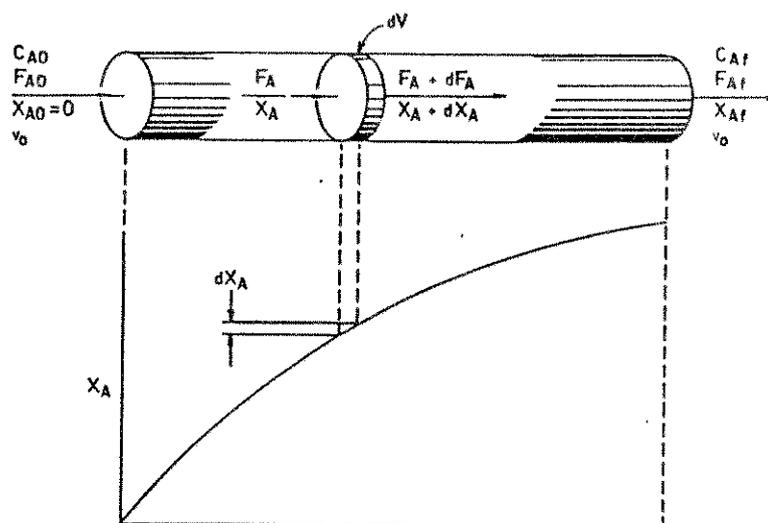
Reactor de mezcla completa

Figura No. 3

### 7.3.5 Reactor continuo de flujo de pistón isotérmico.

Lévespiel (p.110) El reactor continuo tubular se considera como un sistema ideal cuando las sustancias que circulan por su interior se comportan según un esquema de flujo de pistón. La suposición de flujo de pistón pueden interpretar como:

- En cada sección del reactor, perpendicular al flujo, la velocidad másica, presión, temperatura y composición son uniformes; por lo tanto, cada elemento de flujo tardará el mismo tiempo al pasar a través del reactor y seguirá la misma secuencia de temperatura, presión y composición,
- Las moléculas de reactante o producto no se trasladan de un elemento de fluido a otro, en su camino a través del reactor.



Distancia a lo largo de reactor tubular.  
Nomenclatura utilizada en un reactor de flujo en pistón.

Figura No. 4

Los reactores tubulares también se utilizan ampliamente para reacciones catalíticas. En un reactor de flujo de pistón la composición del fluido varía con la coordenada de composición en la dirección del flujo; en consecuencia, el balance de materia para un componente de la reacción ha de referirse a un elemento diferencial de volumen  $dV$ . Así, para el reactantes A, tendrá una ecuación:

$$\text{entrada} = \text{salida} + \text{desaparición por reacción} + \text{acumulación} \quad (2)$$

donde la acumulación es igual a cero, debido a la condición de estado estacionario:

$$\text{Entrada de A, moles/ tiempo} = F_a$$

$$\text{Salida de A, moles/tiempo} = F_a + dF_a$$

Desaparición de A por reacción,

$$\text{moles/tiempo} = (-r_a)dV$$

$$= \frac{\text{moles de A que reaccionan}}{(\text{tiempo})(\text{volumen del fluido reaccionante})} \times (\text{volumen del elemento diferencial})$$

Introduciendo estos tres términos en la ecuación 10 obtenemos:

$$F_a = (F_a + dF_a) + (-r_a)dV \quad (3)$$

Teniendo en cuenta que:

$$dF_a = d[F_{a0}(1 - X_a)] = F_{a0}dX_a \quad (4)$$

Por sustitución resulta:

$$F_{a0}dX_a = (-r_a)dV \quad (5)$$

Por consiguiente, ésta es la ecuación referida a A por el volumen dV en la sección diferencial del reactor; para todo el reactor es necesario integrar esta expresión. Agrupando convenientemente los términos de la ecuación 3, teniendo en cuenta que el caudal molar de la alimentación,  $F_{a0}$  es constante, mientras que  $-r_a$  depende de las concentraciones de las sustancias o de la conversión, tenemos:

$$V/F_{a0} = T/C_{a0} = \int dX_a / -r_a \quad (6)$$

$$T = V/v_0 = C_{a0} \int dX_a / -r_a \quad (7)$$

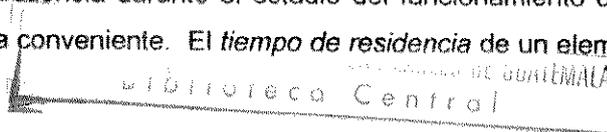
La ecuación anterior permite calcular el tamaño del reactor conociendo el caudal de la alimentación, en éste caso  $r_a$  es variable. Estas ecuaciones de diseño pueden ponerse en función de las concentraciones de reactantes o de las conversiones a productos. Para los sistemas en los que varía la densidad es más conveniente utilizar conversiones, mientras que para los sistemas de densidad constante se pueden emplear indiferentemente las dos formas. Cualquiera que sea su forma, las ecuaciones de diseño interrelacionan la velocidad de reacción, la conversión, el volumen del reactor, y el caudal de la alimentación, de tal manera que si se desconoce una de estas magnitudes puede calcularse a partir de las otras tres.

### 7.3.6 Tiempo espacial:

Levespiel (p.122) Por lo general, el tiempo espacial no es igual al tiempo real que un elemento de fluido reside en el reactor. Las variaciones de temperatura, presión y moles de mezcla reaccionante pueden provocar cambios en la densidad local de algunas zonas del reactor, de que dichas densidades no serán iguales. Además, la velocidad de reacción, generalmente se mide en condiciones muy diferentes a las del reactor, puede existir una distribución de los tiempo de residencia en el fluido que es del reactor, por lo que se requiere usar el concepto de **tiempo medio de residencia**. El tiempo medio de residencia es igual al tiempo espacial solo cuando se cumplen las siguientes condiciones:

- La temperatura y la presión son constantes en todas las partes del reactor,
- la velocidad de alimentación se mide a la presión y temperatura del reactor,
- la densidad de la mezcla reaccionante es constante (para una reacción
- gaseosa, esto requiere además del primer inciso, que no haya cambios en el número de moles).

Estos términos se utilizan con frecuencia durante el estudio del funcionamiento de un reactor y aquí puede examinarse en forma conveniente. El *tiempo de residencia* de un elemento



de fluido que sale del reactor es el intervalo que pasa dicho elemento dentro del reactor. Para un reactor tubular bajo condiciones de flujo tapón, el tiempo de residencia es el mismo para todos los elementos del fluido efluente.

El *espacio-tiempo* se define como el volumen del reactor dividido entre el gasto volumétrico, del fluido y por lo tanto, tiene las dimensiones de tiempo. Si por volumen del reactor se entiende el volumen vacío y por gasto volumétrico el medido a la temperatura y presión del reactor, entonces el espacio-tiempo es igual al tiempo de residencia en un reactor tubular isotérmico en donde no cambia la densidad del fluido en proceso. El *espacio-velocidad* es simplemente el recíproco del espacio-tiempo.

Por lo tanto, hay una interpretación física simple del espacio-velocidad y del espacio-tiempo en este caso particular. Por ejemplo, un espacio-velocidad de 10 h<sup>-1</sup> significaría que el fluido en el reactor se reemplazaba diez veces por hora y cada elemento, en promedio, permanecería seis minutos en el reactor ( un espacio-tiempo de seis minutos).

En casos donde la densidad del fluido sí cambia dentro del reactor, la situación no es tan simple. El gasto volumétrico debe ser referido a alguna condición patrón, que debe corresponder a un valor de temperatura y presión distintos a los que se encuentren en cualquier parte del reactor. Además el volumen del reactor puede ser el volumen total del reactor, incluyendo el del material de catalizador. Entonces los factores espacio-tiempo y espacio-velocidad dejan de tener una interpretación física simple, pero conservan su utilidad para caracterizar el funcionamiento del reactor.

El cálculo de espacio-tiempo proporciona el tiempo que permanecería la corriente del proceso en el reactor si no se acelerara, mientras que el tiempo de residencia toma en cuenta la aceleración y, por lo tanto, es el menor de los dos. Ambos utilizan el volumen real del reactor y esto tiene que tomar en consideración la expansión, y por lo tanto, la dilución. (Referencia No. 10 ).

## 7.4. DETECCIÓN DE LA CONVERSIÓN.

### 7.4.1 Métodos de absorción:

**Fischer y Peters** (p.403) La sola absorción de la luz por un compuesto dado se ha usado ampliamente como un medio para el análisis. Los primeros trabajos se realizaron con comparadores de color que querían comparaciones directas contra estándares. El desarrollo de métodos instrumentales ha hecho posible muchos refinamientos en métodos de calorímetros y ha ampliado el campo para incluir la absorción en muchas regiones del espectro además de las

visibles. Según el compuesto y el tipo de absorción que se esté midiendo, la muestra puede encontrarse en los estados sólido, líquido y gaseoso. En las regiones ultravioletas y visible, la muestra generalmente se disuelve para formar una solución diluida, en la región infrarroja se utiliza una mayor variedad de técnicas para el manejo de las muestras.

Los siguientes términos se usan frecuentemente en los métodos de absorción:

- $P_o$  o  $I_o$  = intensidad de la luz incidente (o sea la luz que entra a la muestra)  
 $P$  o  $I$  = intensidad de la luz transmitida (o sea, la luz que sale de la muestra)  
 $b$  = longitud de la trayectoria de la muestra (normalmente en cm)  
 $c$  = concentración del soluto en el medio de la muestra  
 $T$  =  $P/P_o$  = transmitancia de la muestra (la relación de la potencia radiante transmitida por la muestra a la potencia que incide sobre la muestra)  
 $100T$  = porcentaje de transmitancia de la muestra  
 $A$  =  $\log (P/P_o)$  = absorbancia (densidad óptica) de la muestra.

Hay dos leyes fundamentales en los métodos de absorción. **La ley de Lambert (o de Bouguer)** establece que:

*En una muestra homogénea, la intensidad de la luz monocromática plano-paralela que entra a una muestra en forma normal a su superficie disminuye exponencialmente mientras que la longitud de la trayectoria de absorción aumenta aritméticamente:*

$$P/P_o = e^{-kb} \quad (8)$$

en donde  $k$  es una constante cuyo valor depende de la naturaleza del soluto, de la longitud de onda de la luz, de la concentración de la solución y frecuentemente de la naturaleza del medio. El símbolo  $e$  es la base de los logaritmos naturales.

**La ley de Beer (o de Bernard)** establece que:

*Cuando la luz monocromática paralela pasa a través de una solución, la intensidad de la luz transmitida decrece exponencialmente, mientras que la concentración de la solución aumenta aritméticamente:*

$$P/P_o = e^{-k'c} \quad (9)$$

en donde  $k'$  es una constante cuyo valor depende de la naturaleza del soluto, de la longitud de onda de la luz, de la longitud de la capa absorbente y de la naturaleza del medio.

Estas leyes se combinan con frecuencia en una sola que se conoce comúnmente como **la ley de Lambert-Beer** y que utiliza una sola constante:

$$\log P/P_o = abc \quad \text{o} \quad A = abc$$

La constante se llama **absorbancia** y la concentración  $c$  se expresa en gramos por litro. En los casos en que  $c$  está en unidades molares, se usa el símbolo  $e$  en vez de  $a$  y se llama **absorbancia molar**.

#### 7.4.2 Espectroscopia de absorción:

Los términos y símbolos empleados con mayor frecuencia en espectroscopia son:

#### 7.4.3 Transmitancia:

Representa un haz de radiación paralela antes y después de pasar a través de una capa de solución de  $b$  cm de espesor, y que contiene una especie molecular que absorbe radiación cuya concentración es  $c$ . Como consecuencia de las interacciones entre los fotones y las partículas absorbente, la potencia del haz disminuye de  $P_0$  a  $P$ . La transmitancia  $T$  de la solución, es la fracción de radiación incidente transmitida por la solución.

#### 7.4.4 Absorbancia:

La absorbancia de una solución está definida por la ecuación:

$$A = -\log T = \log P_0/P \quad (10)$$

Obsérvese que a diferencia de la transmitancia, la absorbancia de una solución aumenta a medida que aumenta la atenuación de la luz.

#### 7.4.5 Espectrofotómetros:

**Fischer y Peters** (p.419) Un espectrómetro se diferencia de un fotómetro de filtro porque puede hacerse pasar la longitud de onda deseada a través de la solución de la muestra. Existen muchos tipos de espectrómetros. Uno de ellos abarca la región de luz visible y ultravioleta y está equipado con una costosa fuente de luz ultravioleta.

Otro aparato menos costoso es el espectrofotómetro visible. Este tipo tiene lentes de vidrio y su fuente luminosa es un bulbo con filamentos de tungsteno. La fuente no produce luz constante a todas las longitudes de onda, por lo cual es necesario ajustar el ancho de la rendija o la sensibilidad siempre que se cambia de longitud de onda. El espectrofotómetro visible abarca esencialmente de 380 a 750 nm, pero puede incluir una parte ultravioleta o de la región del cercano infrarrojo. Por ejemplo, el Spectronic 20 de Bausch and Lomb abarca la región de 330 a 950, éste emplea un fototubo de referencia que sirve para compensar las fluctuaciones de la salida de la fuente de luz, que es una lámpara de filamento de tungsteno. Este diseño elimina la necesidad de emplear una fuente de poder estabilizada para la lámpara. La diferencia de señales amplificadas que provienen de ambos fototubos accionan un instrumento de medida que posee una escala de 14 cm., calibrada en transmitancia y absorbancia.

El Spectronic 20 está equipado con un obturador consistente en una plaquita que cae automáticamente entre el haz y el detector toda vez que se retira la cubeta del portacubeta, en esta forma se puede realizar el ajuste de T a 0%. El intervalo de operación del Spectronic 20 es de 340 a 625 nm., con el uso de un fototubo auxiliar se puede extender este intervalo hasta los 950 nm. Entre otras características de este aparato, puede mencionarse su ancho de banda de 20 nm y la exactitud en la longitud de onda es de  $\pm 2.5$  nm.

En un análisis espectrofotométrico la medición de absorbancia se hace ordinariamente en una longitud de onda que corresponda a un pico de absorción, porque el cambio de la absorbancia por unidad de concentración es mayor en este punto, se obtiene así la sensibilidad máxima. Además, la curva de absorción es a menudo plana en esta región; en estas circunstancias, puede esperarse una buena adherencia a la ley de Beer.

Para una medición especial, el control de longitud de onda del instrumento deberá tener un valor determinado, por ejemplo, 512 nm. En realidad la banda de luz entra por la rendija contienen luz con un intervalo de longitudes de onda de varios nanómetros. El valor 512 indica la longitud de onda promedio de la luz que se usa.

**Un espectrofotómetro tiene dos aplicaciones importantes. una de ellas es para medir la absorbancia o transmitancia en una determinación cuantitativa basada en la ley de Beer. La otra es para medir los espectros de absorción de sustancias coloridas.** Como cada sustancia colorida tiene su propio espectro, los espectros son importantes para la identificación cualitativa de sustancias y para elegir una longitud de onda adecuada en una determinación espectrofotométrica cuantitativa. Los datos para los espectros de absorción se obtienen colocando una longitud de onda de 380 nm, y leyendo la absorbancia.

**Fischer y Peters** (p. 419) Describe el esquema óptico del colorímetro de Bausch y Lomb, Spectronic 20 (representado en la figura 1) ,el cual, se emplea como un monocromador más refinado que en el instrumento precedente. La radiación de la fuente incandescente (A) pasa, por la lente B, al sistema monocromador, que consta de una hendidura de entrada ( C), una lente focal (D), rejilla de reflexión (E), regulador de intensidad ajustable (F) y hendidura de salida (G). La radiación monocromática para entonces por la solución de análisis (H) y por un filtro suplementario (I), hasta llegar al detector de fototubo. Se puede hacer con este instrumento mediciones dentro y algo más allá de la región visible del espectro electromagnético. Se puede hacer girar la rejilla manualmente y hacer mediciones a una longitud de onda a la vez. Si se intercala primero una solución de referencia, de ordinario el disolvente solo, se ajusta luego el regulador de la intensidad de luz (F) y se intercala la solución de análisis, se pueden obtener lecturas directas del porcentaje de transmitancia o de la absorbancia de la solución que se analiza.

ESQUEMA ÓPTICO DEL CALORÍMETRO  
DE BAUSCH Y LOMB,  
SPECTRONIC 20.

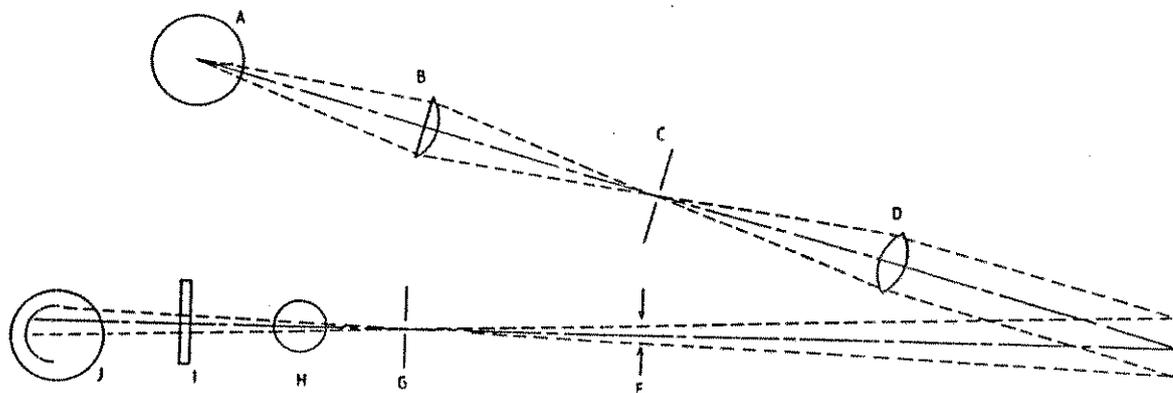


Figura No. 5

## 8. METODOLOGÍA

### 8.1 Localización:

- La parte experimental del presente trabajo de investigación se realizará en el Laboratorio del Área de Química, ubicado en el Escuela de Ingeniería Química, y el Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

### 8.2 Reactivos:

- Cloruro de Sodio, solución acuosa 0.2 M. J.T. Baker Cas. No. 7647-14-5
- Fosfato ácido de sodio, 0.5 M. Central Scientific Company  
Inc. Cas. No. 38732-01-P
- Fosfato de sodio, 0.5 M Merck Cas. No. 1207.
- Acetona , 0.68 M. J.T. Baker Cas, No. 67-64 -1
- Yoduro de potasio, 0.2 M. J.T. Baker Cas. No. 768-11-0
- Yodo molecular,  $2 \times 10^{-4}$  M. Merck Cas. No. 9910

### Equipo y materiales:

### 8.3 Materiales:

- Dos depósitos contenedores de reactivos, cada uno con su válvula reguladora de flujo.
- Cinco condensadores tipo Liebig, Cas.-Núm. 271-286. Cuyo diámetro interno es de 1.2 cm., y con una longitud cada condensador de 51.3 cm.
- Cinco válvulas muestreadoras de teflón.
- Tubería en Y de vidrio pyrex con un diámetro de entrada de 0.5 cm., y diámetro de salida de 1cm.
- Tubería de polipropileno ( No. 5) con un diámetro interno de 1 cm, y 0.5 cm.
- Tubos de ensayo con tapaderas de rosca.

### 8.4 Equipo:

- Espectrofotómetro ( Spectronic 20, marca Bausch and Lomb).

- Equipo de seguridad:
  - Guantes.
  - Bata.
  - Lentes.

## 8.5 Recursos humanos:

- **Coordinador o asesor :** *Ingeniero Cesar Garcia.*
- **Investigador (a) :** Elba Lucila Morales Massella.
- **Personal de Apoyo :** *Karen Floribel Bonilla.*

## 8.6 Metodología experimental.

### 8.6.1 Diseño de tratamientos:

Para evaluar el porcentaje de conversión de la forma ceto a la forma enol , de una reacción homogénea, se utiliza un reactor tubular isotérmico. Se fijará una concentración inicial de acetona y de base, tomando 5 muestras a diferentes longitudes recorridas, en el reactor tubular. Los tratamientos utilizados, se presentan en la tabla No. 1 del apéndice.

### 8.6.2 Diseño experimental:

Se realizará un experimento factorial con un arreglo combinatorio y una distribución completamente al azar, con 30 tratamientos y 3 repeticiones.

Las 90 unidades experimentales , estarán constituidas por los 30 tratamientos presentados en la Tabla No. 1 del Apéndice y 3 repeticiones para cada uno de ellos.

### 8.6.3 Unidad experimental:

La unidad experimental de laboratorio, estará constituida por un reactor tipo tubular escala laboratorio de vidrio pyrex, el cual, está compuesto de cinco condensadores en serie, unidos con una tubería de polipropileno ( No. 5) con un diámetro interno de 1 cm., y cinco válvulas muestreadoras de teflón en dichas uniones.

Los reactivos fluirán por gravedad desde dos depósitos, los cuales, contienen una válvula reguladora respectivamente, partiendo de ellos tuberías de polipropileno, de diámetro interno de 0.5 cm., los cuales, se unen a una tubería en forma de Y para ingresar al reactor

tubular, el otro extremo de la tubería es de un diámetro interno de 0.1 cm., la cual, se une directamente al reactor tubular.

#### 8.6.4 Manejo del experimento:

La realización del experimento se llevará a cabo en un reactor tubular escala laboratorio a temperatura constante, el cual, está compuesto de cinco condensadores tipo Liebig, Cas. Núm. 271-286, con un diámetro interno de 1.2 cm. y un largo de 51.3 cm.

Para su realización se preparan los reactivos ( acetona - yodo molecular), en solución acuosa, en concentraciones de : cloruro de sodio 0.2 M, fosfato buffer compuesto de fosfato diácido de sodio y fosfato ácido de disodio con una concentración de 0.05 M cada una respectivamente; acetona 0.68 M y una solución de yoduro de potasio 0.2 M con yodo molecular  $2 \times 10^{-2}$  M.

De la teoría de Flujo de Fluidos se conoce la relación adimensional:

$$N_{Re} = D \cdot V \cdot d / u$$

El cual se conoce como Número de Reynolds, en donde:

D = Densidad de la solución (g/cm<sup>3</sup>)

V = Velocidad (m/s)

d = Diámetro (m)

u = Viscosidad de la solución (cP)

Por medio de las relaciones :

$$V = Q/A$$

$$A = \frac{1}{4} \pi d^2$$

Se llega a obtener una relación del Número de Reynolds en función del caudal:

$$N_{Re} = 4 \cdot D \cdot Q / (u \cdot \pi \cdot d)$$

Como lo indica la teoría con el valor adimensional Reynolds puede llegar a conocerse si un flujo es de tipo turbulento o laminar. Para Número de Reynolds inferiores a los 2100 se encuentra que el flujo es laminar, el flujo es de tipo turbulento para valores superiores a 4000.

Con el valor de caudal óptimo , el cual, se determina por medio de una curva de calibración para altura vrs, caudal ( Ref. Apéndice gráfica No. 1), se puede conocer el valor adimensional Reynolds para una altura determinada y asegurar de esta forma un flujo laminar o incluso de transición para la realización del experimento.

De estos datos se encontró que la altura necesaria para trabajar a un caudal que permita tener un flujo laminar es a los 100 cms, sustituyendo estos valores en las ecuaciones anteriores se tiene  $N_{Re} = 1500$ , lo que indica un flujo laminar.

Los reactivos fluyen por gravedad, con un Número de Reynolds de 1500, mezclándose en una unión en forma de Y tipo pyrex con un ángulo de 30 grados de abertura y dentro del mismo el flujo es laminar evitando así la turbulencia. Los reactivos se prepararon justo antes de correr la

práctica para evitar cualquier tipo de reacción, haciendo previamente mezclas de los reactivos para utilizar únicamente dos tanques de abastecimiento para el reactor.

Los flujos de los reactivos son controlados por válvulas colocadas a la salida de los depósitos contenedores. Se alcanzará flujo de pistón dentro del reactor tubular a temperatura constante ( temperatura ambiente). La curva de calibración ( caudal vrs. altura), correspondiente a los flujos alcanzados en el reactor . ( Refiérase a la gráfica No. 1 sección apéndice).

Se utilizará un espectrofotómetro (spectronic 20 marca Bausch and Lomb) para determinar la concentración de yodo residual, que para éste caso serán igual a la halohidrina formada en la reacción. Cada lectura se realizará con cada una de las muestras tomados a lo largo de la longitud del reactor dichas muestras en el momento de ser tomadas se colocan en hielo para evitar que la reacción continúe y poder leer lo requerido correctamente.

#### 8.6.5 Variable respuesta:

Corresponderá al porcentaje de enol, en función de la concentración inicial de yodo molecular definido por:

$$X_i = ([C_{i0}] - [C_{if}]) / [C_{i0}]$$

Donde:

$X_i$  = porcentaje de enol en función del yodo residual.

$[C_{if}]$  = concentración final o residual de yodo molecular tomada a diferentes longitudes del reactor.

$[C_{i0}]$  = concentración inicial del yodo molecular en el sistema.

Para la determinación de la concentración inicial de yodo molecular se realiza por medio de una extrapolación de los datos de concentración del yodo molecular, ya que, ésta concentración se conoce al inicio de la reacción, pero no en el punto de mezcla, correlacionando los datos de concentración, a obtener en los diferentes puntos de muestreo a lo largo de la longitud del reactor se puede obtener una ecuación que nos permite conocer la concentración del yodo molecular en el punto de mezcla.

#### 8.6.6 Modelo estadístico:

El porcentaje de enolización de la acetona de la reacción homogénea de orden uno , se evaluará mediante un análisis de varianza para un diseño factorial con un arreglo combinatorio una distribución completamente el azar, con 30 tratamientos y 3 repeticiones.

El modelo estadístico que se utilizará es el siguiente:

- $$Y_{ijk} = \mu + t_i + B_j + T_k + (tB)_{ij} + (BT)_{jk} + (tBT)_{ijk} + E_{ijk}$$
- $Y_{ijk}$  = Variable respuesta (% de enolización de la acetona de la reacción homogénea).
- $\mu$  = Efecto de la media general sobre la variable respuesta.
- $t_i$  = Efecto de la i-ésima proporción del reactivo acetona ( factor fijo con A niveles) A = 3.
- $B_j$  = Efecto de la j-ésima proporción de yodo molecular (factor fijo con B niveles) B = 3.
- $T_k$  = Efecto de la k-ésima longitud del reactor tubular ( factor fijo con L niveles) L = 5.
- $(tB)_{ij}$  = Efecto de la interacción proporción de reactivo acetona- proporción de yodo molecular.
- $(tT)_{ik}$  = Efecto de la interacción proporción de reactivo acetona- longitud del reactor.
- $(BT)_{jk}$  = Efecto de interacción proporción de reactivo yodo molecular-longitud del reactor tubular.
- $(tBT)_{ijk}$  = Efecto de interacción proporción de reactivo acetona-proporción de reactivo yodo molecular- longitud del reactor.
- $E_{ijk}$  = Error experimental asociado a la ijk-ésima unidad experimental (repetición).

Debido a que existirán diferencias significativas considerables entre los factores de variación, se realizará una comparación de medias de Duncan para determinar la significancia de los tratamientos.

## 9. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Conforme a los objetivos e hipótesis planteada, en el presente trabajo de investigación; en el cual, después de haber estudiado, analizado y verificado experimentalmente la existencia del tautómero enol de la acetona halogenada por catálisis básica en el reactor continuo tubular escala laboratorio, variando la concentración inicial de los reactantes en la alimentación del reactor tubular, el cual, fue operado en condiciones isotérmicas, se obtienen los resultados siguientes.

En las tablas No. 5 y No. 6 se presentan los resultados del porcentaje de transmitancia de las corridas realizadas, ya que, para cada uno de los puntos de muestreo a lo largo del reactor se realizan en triplicado y para cada tratamiento la concentración inicial de los reactantes fue diferente.

Para el experimento No. 1, el que, consistió en la variación en la concentración de yodo molecular ( $Y_2 = 2 \times 10^{-4} \text{ M}$ ) y cloruro de sodio ( $\text{NaCl} = 0.68 \text{ M}$ ); con potencial de hidrógeno neutro ( $\text{pH} = 7$ ). Se observó en los datos obtenidos que a largo del reactor disminuye el porcentaje de enol residual en acetona acuosa, y aumenta el porcentaje de yodación de dicho tautómero, esto se puede observar en las gráficas No. 15 y No. 16 (Ref. secc. resultados, tabla No.9).

Las gráficas de resultados ( Gráficas No. 3, 4, 5 y No. 9, 10, 11 del apéndice) que representan concentración de yodo molecular o bien concentración de enol vrs longitud del reactor, describen su comportamiento por medio de un modelo logarítmico.

De acuerdo con los resultados del análisis de varianza referido, el coeficiente de variabilidad es de 43.74, el cual indica que existen errores experimentales significativos, dado que un coeficiente de variabilidad mayor que 20, representa errores experimentales significativos ( ref. 11). La razón por la cual los errores experimentales en las mediciones experimentales son significativos, es el error fotométrico en las mediciones del porcentaje de transmitancia obtenidas en el espectrofotómetro utilizando (spectronic 20, Bausch and Lomb), a causa de fluctuaciones del funcionamiento normal de este instrumento, (ref. 7)

En la curva de calibración del espectrofotómetro spectronic 20 Bausch and Lomb ( transmitancia vrs concentración de yodo residual), el error se vuelve extremadamente grande a cada extremo de la escala del porcentaje de transmitancia. Las determinaciones cuantitativas de máxima exactitud, se encuentran entre 20 y 65 por 100 de transmitancia ( ref. 7), y los

valores de porcentaje de transmitancia experimentales se encontraron en un rango de 85 a 97 % de transmitancia.

La velocidad instantánea de reacción es posible determinarla, ya que, se llega a alcanzar el equilibrio en esta reacción, se necesitaría una longitud mayor del reactor, para que, se establezca completamente el equilibrio; cuando la longitud del reactor es menor ( 51.3 cm) se obtiene un mayor porcentaje de yodación, el cual, es para cada una de las corridas de 66.11 %, 73.20 % y, 73.20 % respectivamente, lo cual, queda descrito por las gráficas No. 15 y 16.

Una de las causas de adicionar en los reactivos el cloruro de sodio ( NaCl 0.68 M), es para que permitan que la solución tenga un carácter iónico mayor, pues de esta forma la reacción ocurrirá con rapidez, al aumentar el pH constante se favorece la formación del enol, lo anterior concuerda con lo descrito con la teoría; según (Ref. 2). " Si la reacción se lleva a cabo en una solución acuosa de pH regulado, la expresión cinética indica que, tanto los ácidos como las bases, catalizan el proceso. Con ácidos es bien claro que se forme el enol, en cambio para el proceso catalizado por la base, el intermediario reactivo probablemente es el ion enolato". El pH de este experimento se mantiene regulado al rededor de la neutralidad.

Conforme las gráficas No. 3,4,5 y 9,10,11 que representan concentración de yodo molecular, para una distancia recorrida en el reactor isotérmico respectivamente, se observan porcentajes de conversión altos (Ref. gráficas No. 6,7,8 y 12,13,14), de 85 a 97 % de yodación del enol en la acetona, esta relación de yodo molecular y enol es posible realizarla, ya que, en la estequiometría existe una relación molar uno a uno entre los reactivos y los productos, respectivamente.

Un argumento que se debe de mencionar en la yodación del enol en la acetona es el tiempo de residencia a lo largo del reactor tubular isotérmico, en la reacción homogénea, este rango es de ( 1.16 a 5.82 seg.), esto permite que se alcance conversiones de yodación altos. Por dicha razón es recomendable aumentar el volumen del reactor tubular isotérmico a través, de un incremento en la longitud del mismo, con la finalidad de obtener un tiempo de residencia mayor y por ende una conversión probablemente del 100 %.

La influencia que ejerce la longitud del reactor sobre el porcentaje de yodación del enol en la acetona, se observa desde la gráfica No. 12 hasta la gráfica No. 14; al aumentar la longitud del reactor, aumenta el porcentaje de yodación del enol en acetona es solución salina,

se alcanza el equilibrio puesto que, los valores de concentración a lo largo del reactor se mantienen constantes en las dos últimas corridas de cada experimento.

Se realiza un análisis de varianza para el porcentaje de yodación del enol residual en acetona acuosa y se estableció que en el mismo existen diferencias significativas altas respectivamente entre los tratamientos, por lo que dichos valores de los tratamientos fueron sometidos a la prueba de Duncan y los resultados obtenidos se presentan en la tabla No. 1.

Tabla No. 1 Análisis de Varianza

Longitud del reactor cm	Media experimento 1	Media experimento 2
51.3	<b>95.444</b>	<b>86.833</b>
102.6	<b>96.444</b>	<b>89.000</b>
153.9	<b>96.778</b>	<b>91.111</b>
205.2	<b>97.333</b>	<b>92.444</b>
256.2	<b>98.222</b>	<b>94.111</b>

En el agrupamiento de medias de Duncan, el porcentaje de yodación del enol residual en acetona acuosa, se observa que el efecto de los factores de variación sobre la variable respuesta es el siguiente: distancia recorrida a lo largo del reactor tubular isotérmico.

El mayor porcentaje de yodación del enol residual en acetona acuosa en el reactor tubular fue de 98.30 % para el experimento 1 y de 76.97 % para el experimento 2. El tratamiento experimental en el que se obtuvo el mayor porcentaje de yodación del enol en la acetona es el correspondiente a la concentración de yodo molecular  $2 \times 10^{-4}$  M, cloruro de sodio 0.2 M y distancia recorrida del reactor de 256.5 cm.

Se realiza este análisis de varianza entre las medias porque los puntos se encuentran todos muy cercanos, realizándose una correlación para cada uno de los experimentos obteniéndose un comportamiento lineal para cada uno de ellos, siendo este de:

Tabla No.4

No. Experimentos	a	b	r
1	<b>98.779</b>	<b>-1.2558</b>	<b>-0.98708</b>
2	<b>96.1035</b>	<b>-3.5126e-2</b>	<b>-0.99548</b>

Estas correlaciones pueden observarse en la gráfica No. 17 en la cual se encuentran los valores estimados y los experimentales, en donde se puede verificar que se obtiene un mayor porcentaje de yodación del enol en la acetona en solución salina, ya que, esto nos permite que exista un carácter iónico mayor para que ocurra la reacción deseada.

Debido a que existen errores significativos en las mediciones de transmitancia por el error fotométrico del espectrofotómetro spectronic 20, Bausch and Lomb, se recomienda diluir las muestras que contienen yodo molecular residual tomadas a lo largo del reactor tubular, para trabajar dentro del rango de porcentaje de transmitancia óptimo en el espectrofotómetro ( 20 % a 65 %), y a partir del valor de dilución conocer la concentración de yodo molecular residual original de las muestras tomadas a lo largo del reactor tubular isotérmico.

ESQUEMA DE LA UNIDAD EXPERIMENTAL  
REACTOR TIPO TUBULAR ESCALA LABORATORIO.

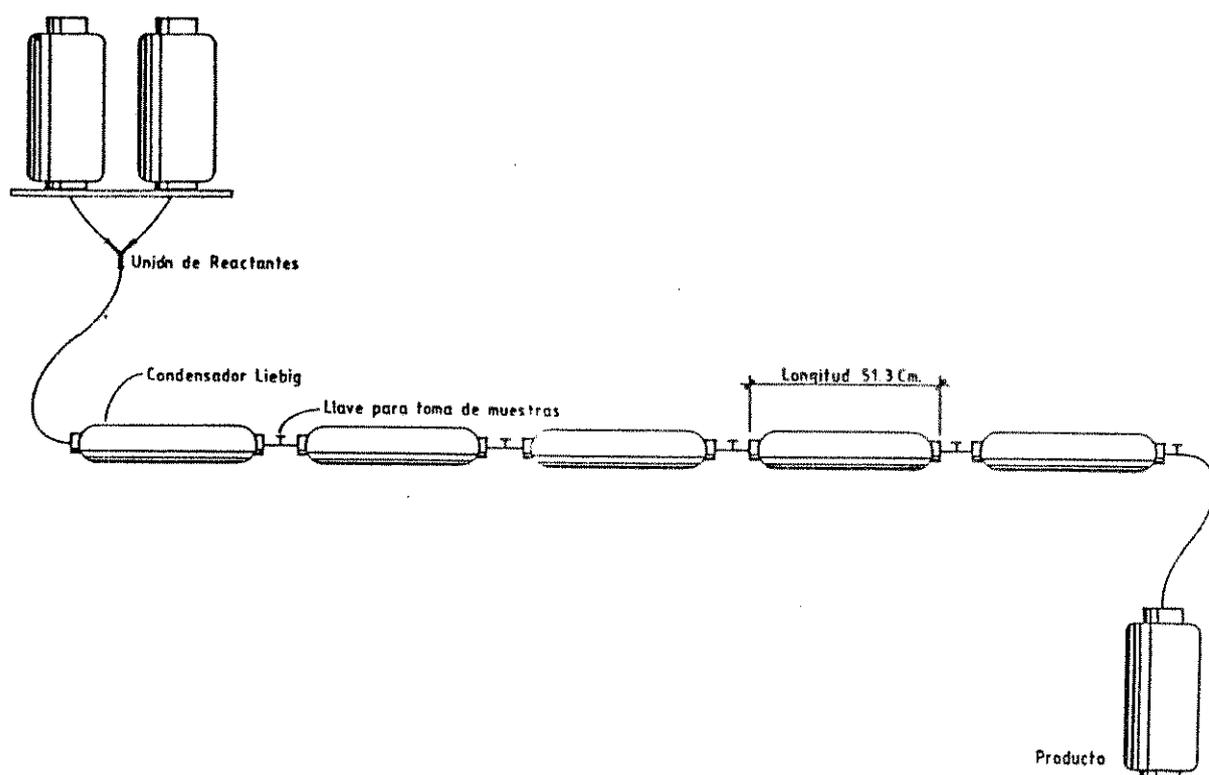


Figura No. 6

## 10. CONCLUSIONES

1. Si es posible estudiar la reacción de yodación del enol en la acetona, a través de mediciones espectrofotométricas de la concentración residual de reactante, a lo largo del reactor tubular isotérmico escala laboratorio.

2. Existe variación significativa en la medición de la yodación del enol en la acetona en la reacción homogénea, a lo largo del reactor tubular, como consecuencia de la variación en la concentración inicial de yodo molecular y acetona, en el estudio realizado.

3. El arreglo combinatorio de concentraciones de yodo molecular y acetona inicial, que permite obtener variaciones apreciables en el porcentaje de yodación del enol en la acetona, en la reacción homogénea, a la misma distancia recorrida en el reactor tubular isotérmico, es el siguiente:

Cuadro No. 1

Corridas	Experimento 1	Experimento 2
1	X	X
2	X	
3		X

El experimento 1 mantiene yodo molecular constante y acetona variable, experimento 2 la acetona es constante y el yodo molecular es variable, la reacción se lleva a cabo a temperatura constante, en el reactor tubular escala laboratorio.

4. El contenido de enol en la acetona en solución salina, a pH constante, estudiado es de un valor promedio de 0.000062 %, para el experimento 1, y para el experimento 2 su promedio es de 0.00092 %.

5. Es posible calcular la concentración inicial del reactivo, en el punto de mezcla por medio de una extrapolación a  $L = 0$  de la ecuación de correlación experimental.

6. Para trabajar en el rango de transmitancia óptimo ( 20 a 65 %), para un mínimo de error fotométrico, se deben recuperar en un volumen conocido de yodo molecular las muestras obtenidas a lo largo del reactor tubular, y considerar el valor de dilución, para conocer la concentración de yodo molecular residual original de dichas muestras.

7. Es posible el análisis estadístico del diseño experimental seleccionado mediante la verificación de diferencias significativas para la reacción homogénea entre los diferentes tratamientos realizados, ya que, para el experimento No. 1 se obtiene un coeficiente de correlación en la diferencias de medias realizadas de  $r = - 0.98708$ ; y para el experimento No. 2 se obtiene un coeficiente de correlación de  $r = - 0.99548$ , respectivamente, por lo que el trabajo de tesis realizado es confiable.

8. El presente estudio aporta información adecuada para servir de referencia en el diseño de un manual de práctica de laboratorio, para el curso de Cinética de los Procesos Químicos.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
Biblioteca Central

## 11. RECOMENDACIONES

1. Se procurar la utilización del rango lineal de error constante del espectrofotómetro Bausch and Lomb Spectronic 20, el cual, tiene un rango de error de 20% a 65%; para la elaboración de la curva de calibración del espectrofotómetro en función de la concentración del reactante (yodo molecular), ya que si los valores de transmitancia obtenidos son fuera de este rango se deben realizar diluciones de la concentración inicial del reactante; en este caso yodo molecular.
2. Se debe enfatizar que para el análisis del porcentaje de yodación del enol residual en acetona acuosa, se proceda a investigar, el sistema químico mediante la variación de la concentración de buffer, así como variar el pH, para observar de esta manera si con éstas condiciones se puede obtener un porcentaje de yodación mayor o bien si se requieren de otras condiciones óptimas para la realización de dicho experimento.
3. Las investigaciones de orden experimental con orientación educativa son de mucha importancia para los estudiantes como una guía de trabajo en el laboratorio, la cual, se puede estructurar con todos los estudios que se han realizado en esta unidad experimental ( Reactor tubular escala laboratorio), por lo que, se debe continuar con este tipo de estudios y así mejorar la orientación teórico-práctico en el curso de Cinética de los Procesos Químicos.
4. Siendo Ingeniería Química una disciplina en la que se hacen, constantemente, investigaciones; se debe implementar en el pensum de estudios un cursos relacionados con diseño experimental.
5. Se deben instalar dos condensadores más para ampliar la longitud del reactor, que es factible para la realización de este experimento.

## REFERENCIAS

1. Claudia Cristina Urizar Pérez, Efecto de la concentración del catalizador en el grado de conversión para una reacción homogénea de segundo orden (sistema yoduro-persulfato) diferentes concentraciones de reactantes, en un reactor tubular isotérmico, escala laboratorio. ( Tesis de la Facultad de Ingeniería. Universidad de San Carlos. Guatemala 1,994. ), p. 74.
2. Francisco Rosales C., Optimización de la operación de un reactor tipo tubular de laboratorio, a temperatura y concentración constante para una reacción homogénea de primer orden. (Tesis de la Facultad de Ingeniería. Universidad de San Carlos. Guatemala 1,986. ), p.9-15, 23.
3. Telma Maricela Cano Morales, Evaluación del grado de conversión para una reacción de segundo orden (sistema yoduro-persulfato) catalizada a diferentes concentraciones, realizada en un reactor tubular escala laboratorio, a diferentes temperaturas de operación. (Tesis de la Facultad de Ingeniería, Universidad de san Carlos de Guatemala, 1989.) p. 62.
4. Teresa De León Arana, Evaluación del diseño de un reactor químico tubular tipo laboratorio como recurso docente para la práctica del curso de cinética de procesos químicos. (Tesis de la Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, 1,984), p. 52.
5. Walter Zelada, Evaluación de un reactor tipo tubular para una reacción homogénea e irreversible de segundo orden (sistema acetato de etilo-hidróxido de sodio). (Tesis de la Facultad de Ingeniería. Universidad de San Carlos. Guatemala, 1,988. ), p. 51.
6. Willy Vidal Pirir Rojas, Evaluación del grado de conversión en el sistema químico cloruro férrico estafioso catalizado con ácido clorhídrico, correspondiente a una cinética de tercer orden, realizado a diferentes concentraciones y temperaturas de operación, en un reactor tubular escala laboratorio. (Tesis de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos. Guatemala, 1,991.), p. 42.
7. David Gutshe, La química de los compuestos carbonílicos. (1a. edición en español; España: Editorial Prentice-Hall. 1,976. Traductor: F. Gómez de las Heras.), p. 19-25.
8. Douglas Montgomery, Diseño y Análisis de experimentos. ( México: Editorial Iberoamericana, 1991.), p. 67
9. Fischer y Peters. Compendio de análisis químico cuantitativo. (México: Editorial Interamericana. Traductor: Dra. María Toral. ), p. 403 -408 y 419 - 431.
10. James S. Fritz, Química analítica cuantitativa. ( México: Editorial Limusa. 1,989.), p. 105 -107.
11. Jesús Blanco Álvarez, Diseño de reactores químicos. (México: Editorial Trillas, 1978.), p. 43 - 47.
12. K. G. Denbigh, Introducción a la teoría de los reactores químicos. (México: Editorial Limusa, 1990.), p. 14-18 y 51-73.
13. Octave Levenspiel, Ingeniería de las reacciones químicas. (México: Editorial Reverté, S.A. , 1993. ), p. 110-124.
14. Peter Sykes, Investigación de mecanismos de reacción en química orgánica.(España: Editorial Reverté. 1,975. ), p. 20-35.
15. Roberto Perry, Biblioteca del ingeniero químico, ( 2a. edición; México: Editorial McGRAW - HILL, 1987. ), p.4-5 - 4-10.
16. Ronald Breslow, Mecanismos de reacciones orgánicas. (México: Editorial Reverté, 1,967 Traductor Rodolfo H.Busch. ), p. 35-51 y 153-167.
17. R. De la Peña Manrique, Introducción al análisis ingenieril de los reactores químicos. (México: Editorial Limusa, 1981.), p. 17-25, 139-145.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Blanco, Jesús y Ricardo Linarte. **Diseño de reactores químicos**. México: Editorial Trillas, 1978.
2. Breslow, Ronald. **Mecanismos de reacciones orgánicas**. México: Editorial Reverté, 1967.
3. Fischer y Peters. **Compendio de Análisis químico cuantitativo**. México: Editorial Interamericana, 1989.
4. Fritz, James S. **Compendio de análisis químico cuantitativo**. México: Editorial Limusa, 1989.
5. Levespiel, Octave. **Ingeniería de las Reacciones químicas**. México: Editorial Reverté, 1993.
6. Montgomery, Douglas. **Diseño y Análisis de experimentos**. México: Editorial Iberoamérica, 1991.
7. Perry, Roberto. **Manual del Ingeniero Químico**. 3a. de., México: Editorial Mc Graw-Hill, 1979

APÉNDICE

## MUESTRA DE CÁLCULO

1. Para determinar la curva de datos para la calibración del equipo, es decir, la medida del caudal en función de la altura de los depósitos que contienen los reactantes se procedió a; tomar

una serie de datos con los cuales se llega a tener los siguientes resultados:

$$Y = 2.49 E-4 * X + 1.07 E-2 \quad (1)$$

$$r = 0.989$$

Con esta ecuación se determina el caudal óptimo, siendo este de **0.036 L/seg.**, para una

altura de los depósitos de **100 centímetros.**( Ref. secc. datos resultados tabla No. 3).

2. Se necesita de la realización de una curva de calibración del espectrofotometro Spectronic 20

marca Bausch and Lomb, para la longitud del onda de 355 nanómetros (nm), para el sistema (acetona-enol yodo molecular), para lo cual, se obtiene una descripción de los datos lineal, siendo la ecuación:

$$Y = - 769679.74 * X + 97.833 \quad (2)$$

$$r = 0.9972$$

Esta curva es descrita por los 5 últimos valores determinados en la calibración del aparato, ( Ref. sección resultados tabla No. 4), debido a que, los valores de transmitancia obtenidos a través del experimento se encuentran localizados en los puntos aproximados a la intersección con el eje y, es decir con transmitancia aproximada a 100.

3. Para determinar la concentración inicial de yodo molecular en la mezcla se procedió a realizar correlaciones entre los porcentajes de transmitancia para cada experimento obteniendo los valores de:

Experimento No. 1

$$\text{Corrida No. 1 } Y = 88.51 + 1.5707 \ln X \quad (3)$$

$$r = 0.9828$$

$$\text{Corrida No. 2 } Y = 89.22 + 1.5485\text{LnX (4)}$$

$$r = 0.9916$$

$$\text{Corrida No. 3 } Y = 90.27 + 1.2921\text{LnX (5)}$$

$$r = 0.9887$$

#### Experimento No. 2

$$\text{Corrida No. 1 } Y = 73.96 + 3.2350\text{LnX (6)}$$

$$r = 0.9767$$

$$\text{Corrida No. 2 } Y = 73.76 + 3.3849\text{LnX (7)}$$

$$r = 0.9273$$

$$\text{Corrida No. 3 } Y = 67.61 + 4.7579\text{LnX (8)}$$

$$r = 0.9889$$

Para cada una de ellas se realiza una curva que describe su comportamiento, (Ref. sección resultados gráficas No. 3, 4, 5, 9, 10, 11 respectivamente)

4. Para determinar el porcentaje de halogenación del tautómero enol se hace uso de la ecuación No. 2 descrita anteriormente, con un dato inicial de la concentración de yodo molecular para cada uno de los experimentos realizados, se hace uso de la ecuación siguiente:

$$\% \text{ halogenado} = (C_o - C_f) / C_o * 100 \text{ (9)}$$

De donde:

$C_o$  = Concentración inicial de yodo molecular.

$C_f$  = Concentración final de yodo molecular.

La concentración final de yodo se determina por medio de la ecuación No. 2 en la cual se obtiene un porcentaje de transmitancia y por medio de la curva se obtiene la concentración de el mismo. ( Ref. sección resultados tabla No. 5, 6,7 , 8 y 9).

5. Para determinar el porcentaje de enol presente en la acetona, se procede a determinarlo por medio de la ecuación No. 2, ya que, con este valor se obtiene la concentración de yodo residual pero como la relación molar de yodo y enol es de uno a uno, con dicha curva se obtiene la concentración de enol:

$$\% \text{ de enol} = \text{concentración de enol (mol/l)} / \text{concentración de acetona (mol/l)} * 100 \quad (10)$$

De donde:

$$\begin{aligned} \% \text{ de enol} &= 4.10073\text{E-}6(\text{mol/l}) / 0.68 (\text{mol/l}) * 100 \\ \% \text{ de enol} &= 0.000603 \end{aligned}$$

Refiérase sección resultados tabla No. 9

6. Cálculo del tiempo de residencia: El tiempo de residencia se define como:

$$t = V/Q \quad (11)$$

En donde V es el volumen del reactor, y Q es el flujo volumétrico (34.6 cm<sup>3</sup>/s). El volumen se define como:

$$V = A * L \quad (12)$$

donde A es el área del reactor = 0.785 cm<sup>2</sup>, y L es la longitud del reactor tubular.

Después de sustituir la ecuación (12) en la ecuación (11) se obtiene:

$$t = A * L/Q$$

Para una longitud de 51.3 centímetros se obtiene:

$$t = (0.785\text{cm}^2 * 51.3 \text{ cm}) / (34.6 \text{ cm}^3/\text{s})$$

$$t = 1.16 \text{ segundos}$$

Los tiempos de residencia correspondientes a cada una de las distancias recorridas a lo largo del reactor tubular, se encuentran en la tabla No. 10 sección resultados.

5. Prueba de Duncan:

Para realizar la prueba de Duncan se efectúan todas las diferencias posibles entre los 60 tratamientos.

**Datos originales:**

Tabla No. 1

Los tratamientos descritos se utilizarán para la realización del experimento con concentración de los reactantes de [NaCL] = 0.2 M, [KI] = 0.2 M, y [I<sub>2</sub>] = 2\* 10<sup>-4</sup> M.

Código de tratamientos	Proporción de NaCL en mililitros	Proporción de KI con I <sub>2</sub> en ml	Longitud del reactor tubular en cm.
A1Y1L1	1200	800	51.3
A1Y1L2	1200	800	102.6
A1Y1L3	1200	800	153.9
A1Y1L4	1200	800	205.2
A1Y1L5	1200	800	256.5
A2Y2L1	800	1200	51.3
A2Y2L2	800	1200	102.6
A2Y2L3	800	1200	153.9
A2Y2L4	800	1200	205.2
A2Y2L5	800	1200	256.5
A3Y3L1	400	1600	51.3
A3Y3L2	400	1600	102.6
A3Y3L3	400	1600	153.9
A3Y3L4	400	1600	205.2
A3Y3L5	400	1600	256.5

Tabla No. 2

Los tratamientos descritos en triplicado se utilizarán para la realización del experimento a lo largo del reactor tubular para concentraciones de los reactantes : [Acetona] = 0.68 M, Buffer [Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>] = 0.05 M, [NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>] = 0.05 M.

Código de tratamientos	Proporción de Buffer en ml.	Proporción de Acetona en ml.	Longitud del reactor en cm.
B1A1L1	8000	4000	51.3
B1A1L2	8000	4000	102.6
B1A1L3	8000	4000	153.9
B1A1L4	8000	4000	205.2
B1A1L5	8000	4000	256.5
B2A2L1	9000	3000	51.3
B2A2L2	9000	3000	102.6
B2A2L3	9000	3000	153.9
B2A2L4	9000	3000	205.2
B2A2L5	9000	3000	256.5
B3A3L1	10000	1000	51.3
B3A3L2	10000	1000	102.6
B3A3L3	10000	1000	153.9
B3A3L4	10000	100	205.2
B3A3L5	10000	100	256.5

Nota:

El código de tratamientos tiene el significado siguiente:

$A_i$  = Proporción inicial de acetona , (  $i = 1..3$  )

$B_j$  = Proporción inicial de buffer , (  $j = \text{cte.}$  )

$C_k$  = Proporción inicial de cloruro de sodio (  $K = 1..3$  )

$Y_l$  = Proporción inicial de yodo , (  $l = 1..3$  )

$L_n$  = Longitud del reactor tubular , (  $n = 1..5$  )

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
Biblioteca Central

## Resultados:

Tabla No. 3

DATOS PARA CURVA DE CALIBRACIÓN DEL CAUDAL EN FUNCIÓN DE LA ALTURA DE LOS DEPÓSITOS QUE CONTIENEN LOS REACTANTES.

Altura de los reactantes en cm .	Caudal en L/s
25	0.017
50	0.023
75	0.029
100	0.036*
125	0.042
150	0.048
175	0.055
200	0.061
225	0.067
250	0.073
275	0.071

\* Caudal óptimo utilizado para la realización del experimento.

ECUACIÓN DE LA CURVA:

$$Y = b \cdot x + a$$

$$Y = 2.49 \text{ E-4} \cdot x + 1.07 \text{ E -2}$$

$$r = 0.989$$

GRÁFICA No. 1

Curva de calibración para flujo de reactivos en función de la altura de los depósitos

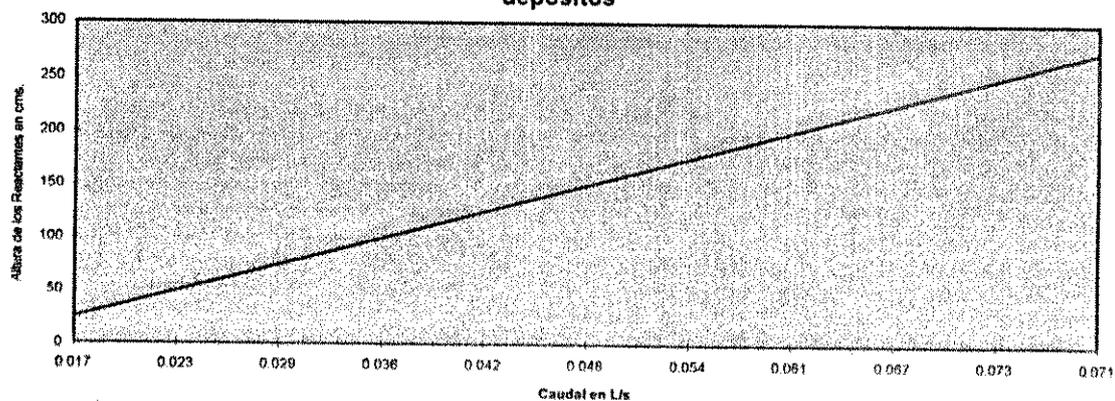


Tabla No. 4

**DATOS PARA CURVA DE CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO SPECTRONIC 20  
MARCA BAUSCH AND LOMB, PARA UN LONGITUD DE ONDA DE 355 nm. PARA EL  
SISTEMA (ACETONA-ENOL YODO MOLECULAR).**

% Transmitancia	Concentración de I <sub>2</sub> M
20	0.0002
24	0.00018
26	0.00016
26.5	0.00014
32	0.00012
41	0.0001
44	0.00008
52.5	0.00006
66.5	0.00004
81	0.00002
96	0.000001
100	0

**Ecuación de la curva:**

$$Y = b \cdot x + a$$

$$Y = -735798.07 \cdot X + 97.833$$

$$r = -0.9996$$

GRÁFICA No. 2

**Curva de calibración del espectrofotómetro Spectronic 20. longitud de onda 355 nm.**

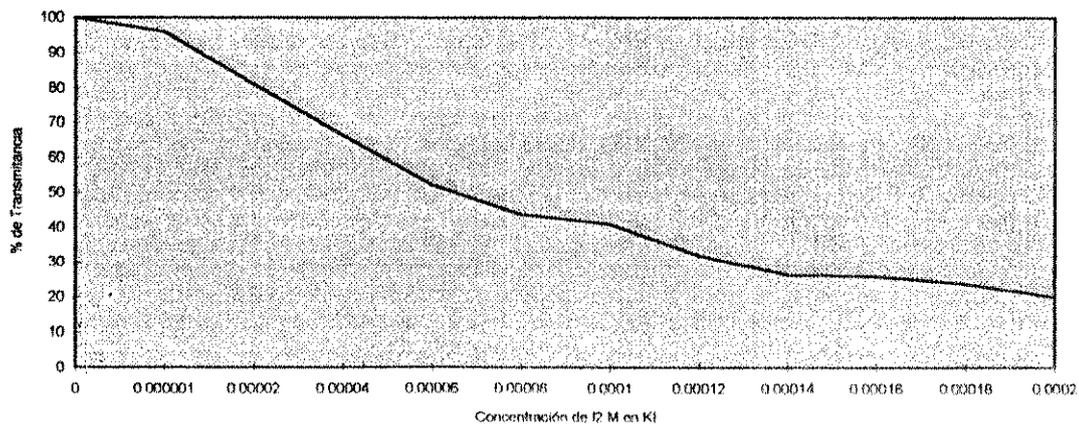


Tabla No. 5

Lectura en porcentaje de transmitancia para la halogenación de la estructura enol de la acetona para el sistema (acetona-enol yodo molecular), a diferentes longitudes del reactor tubular con concentraciones de los reactantes son;  $[\text{NaCl}] = 0.2 \text{ M}$ , solución de Buffer,  $[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 0.05 \text{ M}$  y  $[\text{NaH}_2\text{PO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ,  $[\text{acetona}] = 0.68 \text{ M}$ ,  $[\text{KI}] = 0.2 \text{ M}$ ,  $[\text{I}_2] = 2 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ , a una longitud de onda de 355 nm.

Proporción de Buffer en ml	Proporción de Acetona en ml	Longitud del reactor tubular en cm	Prop. de I <sub>2</sub> en ml	Prop. NaCl en ml	R1 *	R2 *	R3 *	Rp *
10000	2000	51.3	800	1200	95	94	95	94.87
10000	2000	102.6	800	1200	95	95	96	95.67
10000	2000	153.9	800	1200	97	96	97	96.67
10000	2000	205.2	800	1200	96	96	97	97
10000	2000	256.2	800	1200	98	98	97	97
10000	2000	51.3	1200	800	98	95	93	95.33
10000	2000	102.6	1200	800	98	96	97	96.33
10000	2000	153.9	1200	800	97	97	97	97
10000	2000	205.2	1200	800	97	98	98	97.67
10000	2000	256.2	1200	800	98	97	98	97.67
10000	2000	51.3	1600	400	98	95	93	96.33
10000	2000	102.6	1600	400	96	98	96	96.33
10000	2000	153.9	1600	400	96	98	96	96.67
10000	2000	205.2	1600	400	95	97	95	97.33
10000	2000	256.2	1600	400	92	98	96	97.33

Tabla No. 6

Lectura del porcentaje de transmitancia para la halogenación de la estructura enol de la acetona para el sistema (acetona-enol yodo molecular) a diferentes longitudes del reactor tubular, a una longitud de onda de 355 nm. Las proporciones de los reactantes están medidos en mililitros cada una con su concentración respectiva, es así, como para la solución de buffer compuesta por  $[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ,  $[\text{NaH}_2\text{PO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ;  $[\text{acetona}] = 0.68 \text{ M}$ ,  $[\text{KI}] = 0.2 \text{ M}$ , y para,  $[\text{I}_2] = 2 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ .

Long. En cm	Prop. Buffer	Prop. Acetona	Prop. de I <sub>2</sub>	R1 *	R2 *	R3 *	Rp *
51.3	8000	4000	2000	87	87	86	86.33
102.6	8000	4000	2000	88	91	90	89.33
153.9	8000	4000	2000	90	91	91	90.67
205.2	8000	4000	2000	91	91	90	91.33
256.2	8000	4000	2000	91	90	91	91.33
51.3	9000	3000	2000	88	87	87	87.67
102.6	9000	3000	2000	89	87	88	88
153.9	9000	3000	2000	89	96	89	91.3
205.2	9000	3000	2000	94	94	89	92.33
256.2	9000	3000	2000	89	94	94	92.33
51.3	10000	1000	2000	87	87	86	86.6
102.6	10000	1000	2000	88	89	91	89.33
153.9	10000	1000	2000	89	94	91	91.33
205.2	10000	1000	2000	96	93	92	93.67
256.2	10000	1000	2000	92	96	93	93.67

\* Porcentaje de transmitancia

Tabla No. 7

Lectura del porcentaje de transmitancia para la halogenación de la estructura enol de la acetona para el sistema ( acetona-enol yodo molecular) a diferentes longitudes del reactor tubular , a una longitud de onda de 355 nm. Las proporciones de los reactantes están medidos en mililitros cada una con su concentración respectiva, es así , como para la solución de buffer compuesta por  $[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ,  $[\text{NaH}_2\text{PO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ;  $[\text{acetona}] = 0.68 \text{ M}$ ,  $[\text{KI}] = 0.2 \text{ M}$ , y para ,  $[\text{I}_2] = 2 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ .

Proporción de Buffer en ml	Proporción de Acetona en ml	Longitud del reactor tubular en cm .	Prop. de I <sub>2</sub> en ml	Prop. NaCl en ml	R1 °exp.	R2*	% de yodación
10000	2000	51.3	800	1200	98.2	97.7	85.11
10000	2000	102.6	800	1200	99.2	97	76.80
10000	2000	163.9	800	1200	99.2	98.7	87.80
10000	2000	205.2	800	1200	99.2	95.7	91.11
10000	2000	256.2	800	1200	99.2	94.7	91.11
10000	2000	51.3	1200	800	99.2	98.3	73.2
10000	2000	102.6	1200	800	99.2	97.7	83.90
10000	2000	163.9	1200	800	99.2	97	91.11
10000	2000	205.2	1200	800	99.2	98.3	98.30
10000	2000	256.2	1200	800	99.2	98.3	98.30
10000	2000	51.3	1600	400	99.2	99.7	73.20
10000	2000	102.6	1600	400	99.2	97.3	83.90
10000	2000	163.9	1600	400	99.2	98.7	87.50
10000	2000	205.2	1600	400	99.2	96.3	94.70
10000	2000	256.2	1600	400	98.2	95.3	94.70

Tabla No. 8

Lectura del porcentaje de transmitancia para la halogenación de la estructura enol de la acetona para el sistema ( acetona-enol yodo molecular) a diferentes longitudes del reactor tubular , a una longitud de onda de 355 nm. Las proporciones de los reactantes están medidos en mililitros cada una con su concentración respectiva, es así , como para la solución de buffer compuesta por  $[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ,  $[\text{NaH}_2\text{PO}_4] = 0.05 \text{ M}$ ;  $[\text{acetona}] = 0.68 \text{ M}$ ,  $[\text{KI}] = 0.2 \text{ M}$ , y para ,  $[\text{I}_2] = 2 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ .

Long. En cm	Prop. Buffer	Prop. Acetona	Prop. de I <sub>2</sub>	R1° exp.	R2*	% de yodación
51.3	8000	4000	2000	97.308	92.67	51.83
102.6	8000	4000	2000	97.308	91.33	64.39
153.9	8000	4000	2000	97.308	90.67	70.02
205.2	8000	4000	2000	97.308	89.67	72.78
256.2	8000	4000	2000	97.308	86.33	72.78
51.3	9000	3000	2000	97.308	94.33	67.42
102.6	9000	3000	2000	97.308	92.33	68.62
153.9	9000	3000	2000	97.308	91.33	72.78
205.2	9000	3000	2000	97.308	88.00	78.97
256.2	9000	3000	2000	97.308	87.67	78.97
51.3	10000	1000	2000	97.308	94.67	62.64
102.6	10000	1000	2000	97.308	93.67	64.42
153.9	10000	1000	2000	97.308	91.33	72.78
205.2	10000	1000	2000	97.308	89.33	82.68
256.2	10000	1000	2000	97.308	86.50	82.68

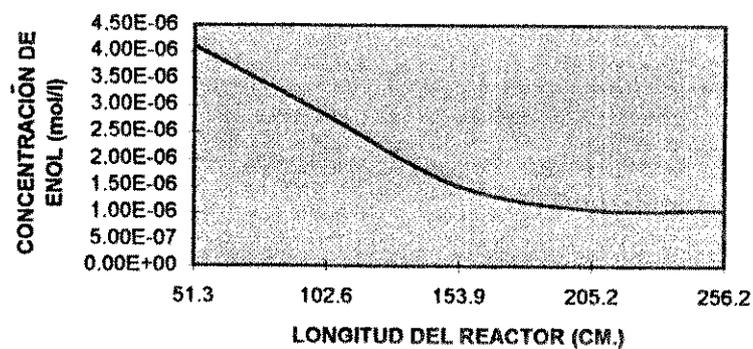
Porcentaje de absorbancia.

\* Conc. de enol : concentración de enol en mol/ L (1E-4)

## EXPERIMENTO 1

## GRÁFICA No. 3

(Corrida No. 1)

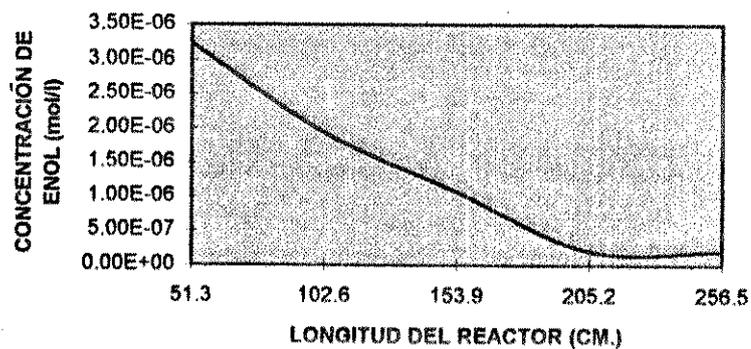
LONGITUD DEL REACTOR VRS  
CONCENTRACIÓN DE ENOL.

$$Y = 88.514 + 1.5707 \ln X$$

$$r = 0.9878$$

## GRÁFICA No.4

(Corrida No. 2)

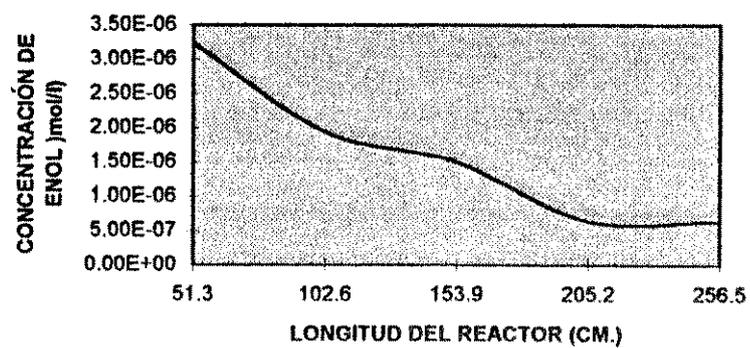
LONGITUD DEL REACTOR VRS  
CONCENTRACIÓN DE ENOL.

$$Y = 89.22 + 1.5485 \ln X$$

$$r = 0.9916$$

## GRÁFICA NO. 5

(Corrida No. 3)

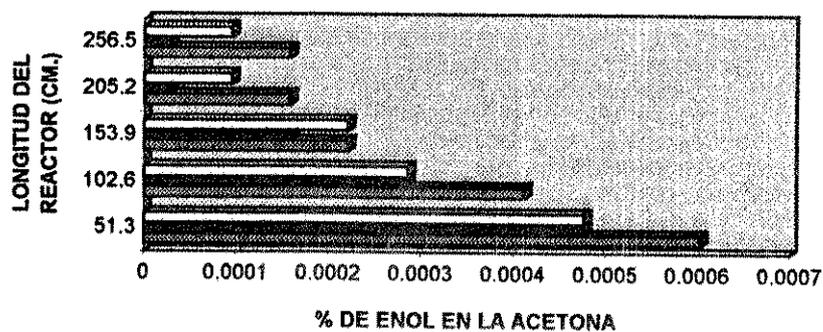
LONGITUD DEL REACTOR VRS  
CONCENTRACIÓN DE ENOL.

$$Y = 90.27 + 1.2921 \ln X$$

$$r = 0.9887$$

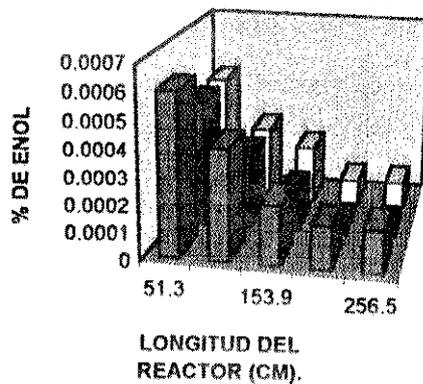
GRÁFICA No. 6

BARRAS DE CONCENTRACIÓN CONSTANTE DE ACETONA PARA EL % DE ENOL EN FUNCIÓN DE LA LONGITUD DEL REACTOR.



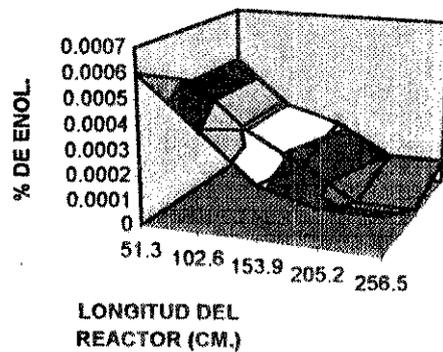
GRÁFICA No. 7

% DE ENOL VRS CONCENTRACIÓN DE ACETONA  
CONSTANTE VRS LONGITUD DEL REACTOR



## GRÁFICA No. 8

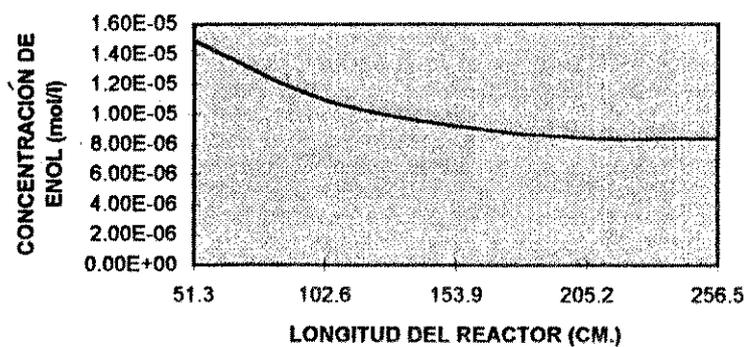
DIAGRAMA DE SUPERFICIE PARA EL % DE ENOL VRS  
NÚMERO DE CORRIDAS VRS LONGITUD DEL REACTOR



## EXPERIMENTO 2

## GRÁFICA No. 9

(Corrida No. 1)

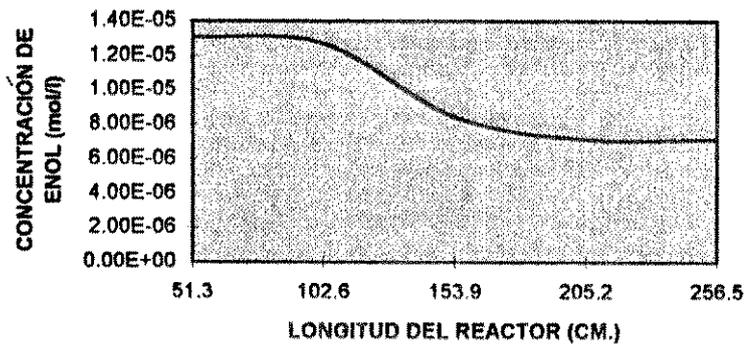
LONGITUD DEL REACTOR VRS  
CONCENTRACIÓN DE ENOL.

$$Y = 73.96 + 3.235\ln X$$

$$r = 0.9767$$

## GRÁFICA No. 10

(Corrida No. 2)

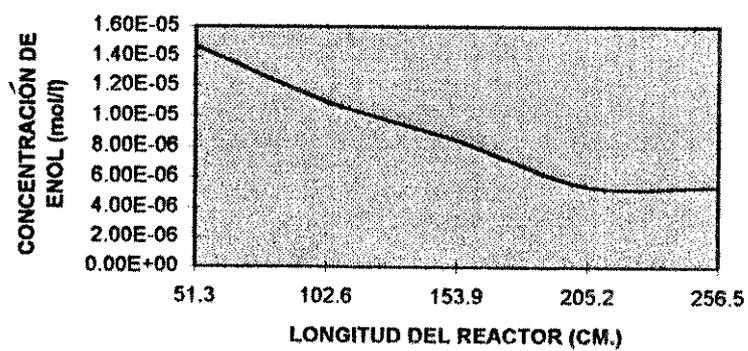
LONGITUD DEL REACTOR VRS  
CONCENTRACIÓN DE ENOL.

$$Y = 73.76 + 3.385\ln X$$

$$r = 0.9273$$

## GRÁFICA No. 11

(Corrida No. 3)

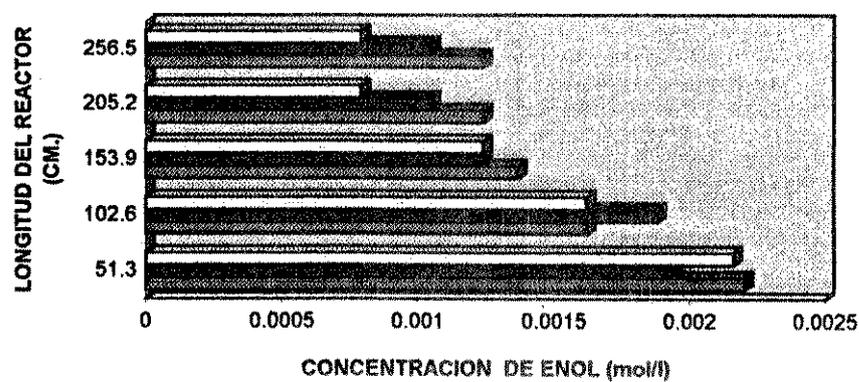
LONGITUD DEL REACTOR VRS  
CONCENTRACIÓN DE ENOL.

$$Y = 67.61 + 4.76 \ln X$$

$$r = 0.9889$$

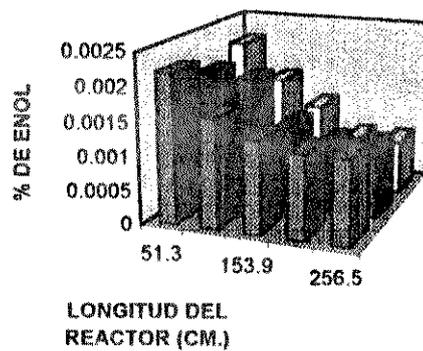
GRÁFICA No. 12

BARRAS DE CONCENTRACIÓN DE ENOL EN LA  
ACETONA EN FUNCIÓN DE LA LONGITUD DEL REACTOR



GRÁFICA No. 13

% DE ENOL VRS CONCENTRACIÓN CONSTANTE DE  
ACETONA VRS LONGITUD DEL REACTOR



## GRÁFICA No. 14

DIAGRAMA DE SUPERFICIE PARA EL % DE ENOL VRS  
NÚMERO DE CORRIDAS VRS LONGITUD DEL REACTOR.

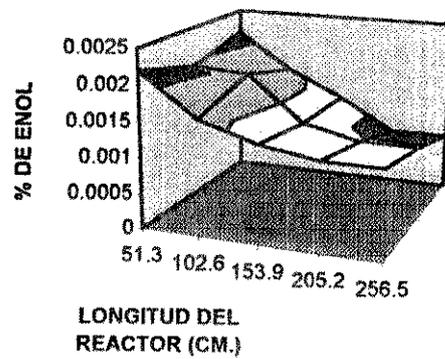


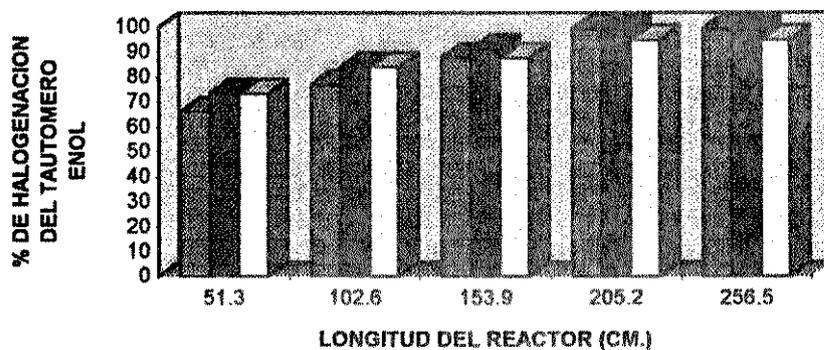
Tabla No. 9

Lecturas de los porcentajes de enol obtenidos por medio de la yodación de la estructura enol de la acetona acuosa, para el sistema (acetona - enol yodo molecular), a diferentes longitudes del reactor tubular, con una longitud de onda de 355 nm.

Long. Del reactor en cm	% de enol con I <sub>2</sub> y NaCl variables Acetona constante	% de enol con Acetona y buffer variables yodo constante
51.3	0.000603	0.00220
102.6	0.000412	0.00162
153.9	0.000221	0.00137
205.2	0.00015 8	0.00124
256.2	0.000158	0.00124
51.3	0.000477	0.00194
102.6	0.000286	0.00188
153.9	0.000159	0.00124
205.2	0.000029	0.00105
256.2	0.000029	0.00105
51.3	0.000477	0.00216
102.6	0.000286	0.00162
153.9	0.000221	0.00124
205.2	0.000095	0.000791
256.2	0.000095	0.000791

GRÁFICA No. 16

**% DE HALOGENACIÓN DEL TAUTOMERO ENOL VRS  
ACETONA CONSTANTE VRS LONGITUD DEL REACTOR**



GRÁFICA No. 17

**% DE HALOGENACIÓN DE TAUTOMERO ENOL VRS  
YODO CONSTANTE VRS LONGITUD DEL REACTOR**

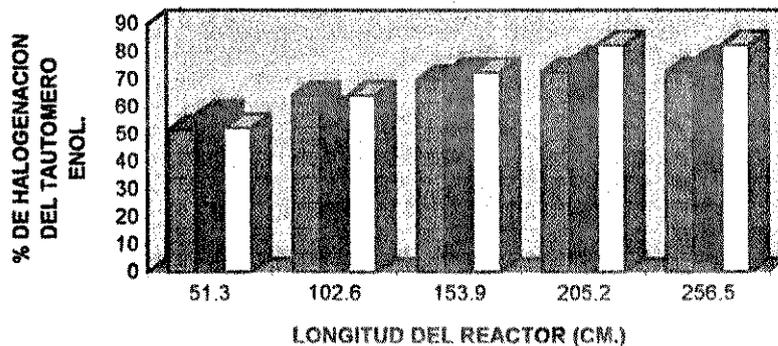


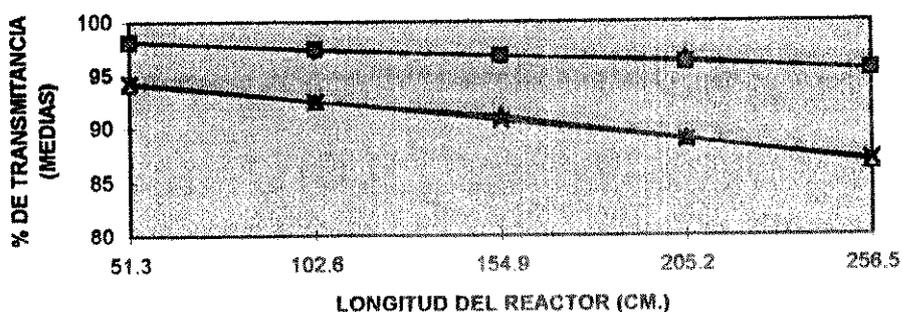
TABLA No. 10

En la tabla que se describe a continuación se presentan los porcentajes de transmitancia media obtenidos en el experimento 1 y experimento 2 en función de la longitud del reactor.

Long. del reactor (cms.)	Experimento 1 Media	Experimento 1 Media calculada	Experimento 2 Media	Experimento 2 media calculada
51.3	98.22	98.14	94.11	94.30
102.6	97.33	97.49	92.44	92.49
153.9	96.78	96.84	91.11	90.69
205.2	96.44	96.19	89.00	88.89
256.5	95.44	95.56	86.83	87.10

GRÁFICA No. 18

% DE TRANSMITANCIA MEDIA PARA EL EXPERIMENTO 1 Y 2 VRS LONGITUD DEL REACTOR



Ecuación de la curva para el experimento No. 1  $Y = -1.256e-2 \cdot X + 98.779$

$r = -0.9871$

Ecuación de la curva para el experimento No. 2  $Y = -3.513e-2 \cdot X + 96.104$

$r = -0.9955$

TABLA No. 11

El tiempo de residencia en el reactor tubular escala laboratorio a temperatura constante, a diferentes longitudes recorridas, para la yodación del tautómero enol de la acetona, medido con yodo residual.

Longitud del reactor en cm.	Tiempo de residencia en seg.
51.3	1.16
102.6	2.33
153.9	3.49
205.2	4.66
256.5	5.82

Área media = 0.785 cm<sup>2</sup>.

Flujo volumétrico = 0.0346 L/s

GRÁFICA No. 19

LONGITUD DEL REACTOR VRS TIEMPO DE RESIDENCIA.

