

EQUIPO DIDACTICO PARA EL ESTUDIO DE REACTORES TANQUES AGITADOS

E. R. Benvenuto*
 M. R. Sad*
 C. R. Apesteguía*

BENVENUTO, E. R. et alii. Equipo didactico para el estudio de reactores tanques agitados. *Rev. Ensino Eng.*, São Paulo, 4 (2): 106-109, 2.º sem. 1985.

La operación de reactores químicos constituye un aspecto esencial en la enseñanza de la ingeniería química. En este trabajo se detalla el desarrollo de un equipo didáctico de laboratorio para el estudio de reactores tanques agitados. En una primera parte se analizan los conceptos de diseño y las características del equipo construido. Posteriormente, se dan los resultados obtenidos en la realización de trabajos experimentales relacionados con: a) Estudios en estado estacionario. Influencia de las variables operativas sobre la conversión; interpretación de datos cinéticos; b) Estudios en régimen transiente: Puesta en marcha y cambio del caudal de alimentación; c) Flujo no ideal. Desviaciones del modelo de mezcla perfecta.

Reactores químicos. Reactor tanque agitado. Diseño de reactores. Operación de reactores.

BENVENUTO, E. R. et alii. Laboratory equipment to study stirred tank reactors. *Rev. Ensino Eng.*, São Paulo, 4(2) 106-109, 2nd. sem. 1985.

The operation of chemical reactors is an essential aspect of the chemical engineering teaching. In this work, a laboratory equipment to study stirred tank reactors is described. In a first part, the main characteristics of design and of the experimental system are analysed. Thereafter, the results obtained in the following experimental works are discussed: a) Studies in steady-state. Effect of the operation parameters on the conversion. Interpretation of kinetic data; b) Studies in transient. Startup and changes on the feed flow rates; c) Non ideal flow. Deviations of the perfect mixing model.

Chemical reactors. Stirred tank reactors. Reactor design. Reactor operation.

INTRODUCCION

La operación de reactores químicos constituye un aspecto esencial en el entrenamiento de los estudiantes de ingeniería relacionada con los procesos químicos. El tanque agitado es uno de los tipos más importantes de reactor, dado que frecuentemente representa la parte principal en las plantas industriales de proceso. La construcción y utilización de un reactor tanque agitado de laboratorio para la enseñanza experimental permite, además del estudio específico de la influencia del cambio de variables operativas en el comportamiento del sistema, la aplicación por parte del estudiante de conceptos básicos en la ingeniería química, tales como cinética química, transferencia y balance de calor y materia, fluidodinámica, etc.

En este trabajo se detalla el desarrollo de un equipo didáctico de laboratorio para el estudio experimental de reactores tanques agitados. En una primera parte se analizan los conceptos de diseño y las características del equipo construido, en relación con los criterios de economía de funcionamiento,

simplicidad de manejo y versatilidad operativa. Posteriormente, se dan los resultados obtenidos en la implementación de los siguientes trabajos experimentales: a) estudio en estado estacionario: influencia de las variables operativa sobre la conversión; b) estudio en estado estacionario: interpretación de datos cinéticos; c) estudio en régimen transiente: puesta en marcha y cambio del caudal de alimentación; d) estudio de desviaciones del modelo ideal de flujo.

PARTE EXPERIMENTAL

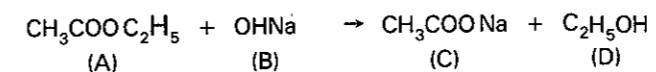
El diseño inicial del equipo a construir se efectuó teniendo en cuenta los siguientes aspectos: 1) Economía de reactivos: el tipo de reactor, los caudales normales de trabajo y el lapso de tiempo necesario para completar las experiencias determinan un consumo elevado de reactivos. En consecuencia, debe elegirse una reacción química que involucre la utilización de reactivos de bajo costo y de fácil adquisición en el mercado. 2) Bajo costo de inversión: el desarrollo de este equipo integra el Programa de Equipamientos Didácticos para Ingeniería Química y Afines que realiza el Centro de Tecnología Educativa Aplicada (CETEA). Un objetivo importante de este Programa es concretar la posterior extensión de los equipos desarrollados a otros centros de enseñan-

* Cátedra de Ingeniería de la Reacción Química. Facultad de Ingeniería Química. Centro de Tecnología Educativa Aplicada (CETEA). Universidad Nacional del Litoral. Santa Fé (Argentina).

za, lo cual es facilitado cuando no se requiere erogación económica significativa. 3) Sencillez analítica y simplicidad de control: fundamentalmente la atención del estudiante debe estar dirigida al seguimiento del fenómeno en estudio. Por lo tanto, se trata de disminuir el consumo de tiempo en el manejo de las técnicas complementarias utilizadas. 4) Duración del trabajo práctico: se fijó 4 h como tiempo adecuado para la realización del trabajo práctico. En consecuencia, las experiencias a efectuar deben ser factibles de concretar en el límite de tiempo señalado.

Se decidió utilizar la hidrólisis alcalina del acetato de etilo, reacción química de cinética conocida y efecto térmico despreciable. Este último aspecto permite inicialmente la construcción de un reactor sin intercambio térmico.

La reacción:



ha sido ampliamente estudiada (1). Es prácticamente irreversible y responde a la expresión cinética $r = k C_A C_B$. Además, el método analítico para seguir su evolución es sencillo (detención de la reacción por agregado de exceso de HCl y titulación por retorno, o seguimiento continuo por conductimetría).

Considerando un volumen de reactor $V = 2000 \text{ cm}^3$ y una concentración equimolecular de acetato de etilo e hidróxido de sodio ($C_{A0} = C_{B0} = 0,01 \text{ gmol/lit}$), se pueden calcular los caudales y tiempos de residencias necesarios para alcanzar distintas conversiones en estado estacionario a varias temperaturas a partir de la ecuación de balance de masa

$F_{v0} = k C_{A0} V \frac{(1-x_A)^2}{x_A}$, donde $k \left(\frac{\text{lit}}{\text{mols}} \right) = 3.38 \cdot 10^7 \text{ exp. } (-5817/T)$, de acuerdo a (1). Los valores obtenidos se dan en la Tabla 1.

TABLA 1
 Caudales y tiempos de residencia para alcanzar distintas conversiones

x _A	TEMPERATURA							
	15		25		35		45	
	F _v ^a	θ _R ^b	F _v	θ _R	F _v	θ _R	F _v	θ _R
0,1	555,6	3,6	1094,2	1,8	2062,2	1,0	3734,8	0,5
0,2	219,5	9,1	432,3	4,6	814,7	2,5	1475,5	1,4
0,3	112,0	17,9	206,6	9,1	415,8	4,8	753,1	2,7
0,4	61,7	32,4	121,6	16,4	229,1	8,7	415,0	4,8
0,5	34,3	58,3	67,5	29,6	127,3	15,7	230,5	8,7
0,6	18,3	109,3	36,0	55,6	67,9	29,5	123,0	16,3
0,7	8,8	227,3	17,4	114,9	32,7	61,2	59,3	33,7
0,8	3,4	588,2	6,8	294,1	12,7	157,5	23,1	86,6
0,9	0,8	2500,2	1,5	1333,3	2,8	714,3	5,1	392,2

a: Caudales en cm³/min
 b: Tiempos de residencia en min.

Las zonas comprendidas por las líneas punteadas indican valores de los caudales donde la medida por medio de los rotámetros utilizados es imposible o poco confiable. Se observa que es factible trabajar en un rango amplio de conversiones, permitiendo así determinar con claridad el comportamiento del reactor ante cambios de tiempos de residencia y/o temperatura de operación.

Otro cálculo previo necesario está en relación con la extensión total fijada inicialmente para el trabajo práctico (4h). El tiempo para completar el trabajo experimental está dado por la suma de los tiempos de estabilización del sistema correspondientes al comportamiento del reactor en régimen transiente y a la cantidad de pares de valores conversión/tiempo de residencia necesarios para obtener la curva experimental. Para ello, se calcularon los tiempos de estabilización a partir del comienzo del llenado del reactor. Las ecuaciones de balance (1) y (2) correspondientes al llenado del reactor y a la estabilización a distintos caudales, fueron integradas por el método de Runge-Kutta de cuarto orden.

$$\text{Ecuación (1): } F_{A0} - k \frac{n_A n_B}{V(t)} = \frac{dn}{dt} \quad t = 0 \quad \begin{matrix} n_A = 0 \\ C_A = C_{A0} \\ C_B = C_{B0} \end{matrix}$$

$$\text{Ecuación (2): } F_{A0} - k C_A C_B V - F_{v0} C_A = V \frac{dC_A}{dt}$$

$$t = 0 \quad \begin{matrix} C_A = C_A^* \\ C_B = C_B^* \end{matrix}$$

donde:
 $V(t) = F_{v0} t =$ volumen variable de llenado de reactor
 $n_A, n_B =$ moles de A y B
 $F_{A0} =$ caudal molar de alimentación de A
 C_A^* y $C_B^* =$ concentración de A y B al completar el llenado del reactor o al alcanzar el estado estacionario luego de cambio de F_{v0} .

Se resumen a continuación en la Tabla 2 los resultados obtenidos para una temperatura de operación de 25 °C, concentraciones iniciales de acetato de etilo e hidróxido de sodio iguales a 0,01 gmol/lit, volumen de reactor de 2000 cm³ y caudal inicial de alimentación de 50 cm³/min.

El tiempo total de la experiencia es de 2,5 h, compatible con la obtención de puntos suficientes para el trazado de la curva $x = f(\theta_R)$ en el lapso de tiempo fijado para la realización del trabajo práctico, incluyendo las tareas previas preparativas (preparación y valoración de soluciones, carga de reactivos, etc.).

TABLA 2.
Tiempos de estabilización del sistema

Operación	F_{vo} (cm ³ /min)	Tiempo ^(a) (min)	C_A^* (b)
Llenado de reactor	50	40	0,00504
	50	30	0,00454
Cambio de F_{vo}	100	25	0,00561
	150	20	0,00635
	250	12,5	0,00714
	350	10	0,00768
	500	10	0,00812

(a): tiempos necesarios para alcanzar un 99% de la concentración correspondiente al estado estacionario
(b): concentración al final de cada etapa

DESCRIPCION DEL EQUIPO

El equipo (Figura 1) consta de 2 recipientes de vidrio para reactivos de 25 lts de capacidad aproximadamente (1), con dispositivo Mariotte para altura de impulsión constante (2). Los caudales de los reactivos se regulan con las válvulas (3) y se miden los valores respectivos con los rotámetros (4).

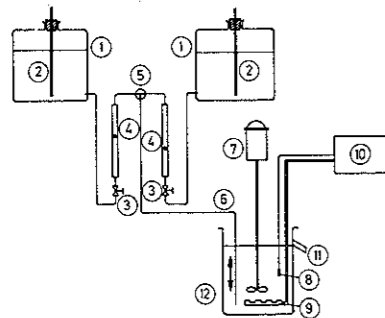


Figura 1 - Esquema del equipo utilizado.

La llave de 3 vías (5) permite seleccionar la alimentación. La entrada del reactor (12) tiene altura variable (6) y una conexión lateral provista de un septum para introducción de pulsos de trazador en el estudio de modelos de flujo. El reactor posee agitador (7), sensor de temperatura (8) y un sistema regulador-medidor de temperatura (9) (10) con el objetivo de realizar la reacción a temperatura controlada. El rebozadero (11) permite mantener el volumen constante y si es necesario, tomar muestras.

RESULTADOS

A continuación se describen en forma resumida algunos resultados típicos obtenidos por estudiantes durante el desarrollo de los distintos tipos de tra-

bajos prácticos, comentándose los mismos suscitadamente.

a) Estudio en estado estacionario. Influencia de las variables operativas sobre la conversión

En la Figura 2 se muestran las conversiones obtenidas para distintos tiempos de residencia en estado estacionario, y la curva teórica de acuerdo a las condiciones operativas y a los datos cinéticos provenientes de la bibliografía (1). Se observa una concordancia aceptable teniendo en cuenta los errores inherentes al método de titulación por retorno, el volumen del reactor estimado y los caudales medidos. Los valores de conversión graficados corresponden a volúmenes de titulación constantes después de cada cambio de caudal. Los caudales de alimentación y las concentraciones de los reactivos fueron previamente seleccionados por los estudiantes en base al volumen del reactor y a la expresión cinética conocida.

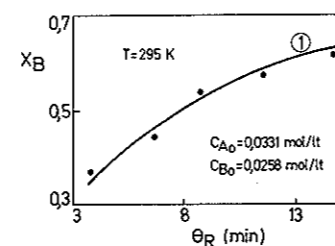


Figura 2 - Estudio en estado estacionario. Influencia del tiempo de residencia sobre la conversión.
(1) Curva teórica de referencia; (*) valores experimentales.

b) Estudio en estado estacionario. Interpretación de datos cinéticos

Los datos obtenidos en experiencias similares a las descritas en a), realizadas a distintas temperaturas, pueden ser utilizados para la deducción de una expresión cinética. En la Figura 3 puede observarse una gráfica de Arrhenius, habiéndose supuesto orden unitario con respecto al acetato de etilo e hidróxido de sodio.

Los valores del factor de frecuencia y de la energía de activación obtenidos a través de la regresión lineal son muy cercanos a los encontrados en la información bibliográfica. Debido a la imposibilidad de obtener datos suficientes en una sola sesión práctica, normalmente fueron utilizados datos provenientes de tres o más grupos de alumnos, los cuales trabajaron a distintas temperaturas. Debido a la alta sensibilidad de la constante cinética a la temperatura, la exploración de niveles comprendidos entre 15 °C y 35 °C es normalmente suficiente para obtener buenos valores de A y E.

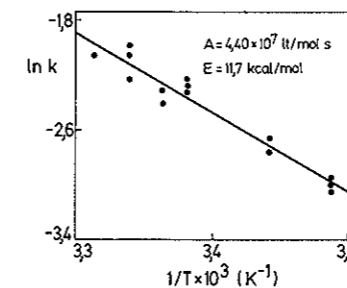


Figura 3 - Interpretación de datos cinéticos. Determinación de la energía de activación y del factor preexponencial.

c) Estudio del régimen transiente. Puesta en marcha y cambios del caudal de alimentación

En la Figura 4 se muestra la evolución temporal de la concentración de NaOH durante el llenado del reactor, inicialmente vacío, a un dado caudal (volumen de reacción variable), la posterior estabilización a dicho caudal (volumen constante), y el efecto de un cambio de caudal realizado a continuación. La curva dibujada representa la evolución teórica predicha mediante la integración numérica de las ecuaciones de balance para las condiciones operativas (caudales, concentraciones, temperatura, etc.) utilizadas. Los puntos corresponden a valores obtenidos mediante muestreos periódicos, observándose nuevamente un buen ajuste a los valores teóricos. La mayor dificultad operativa para este tipo de experiencias es la realización de la toma de muestras en forma adecuada (volumen, intervalo de tiempo, etc.). Otras variantes posibles consisten en operar con el reactor inicialmente lleno con agua, cambiar la relación de concentraciones manteniendo el caudal total constante, etc.

La recolección de datos para este tipo de análisis puede estar incluida dentro del tipo de experiencia descrita en a), por lo cual en la práctica es posible efectuar el estudio del estado estacionario y transiente en una única sesión práctica.

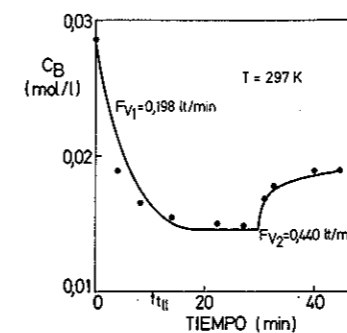


Figura 4 - Régimen transiente. Puesta en marcha y cambio del caudal de alimentación.

d) Estudio de modelos de flujo

Mediante la técnica de estímulo-respuesta y el uso de trazadores, es posible estudiar y modelar las desviaciones del flujo ideal de mezcla completa debidas a agitación deficiente o ubicación inadecuada de la entrada de la alimentación (2). En la Figura 5 se muestran las respuestas ante una señal escalón (cambio de agua desmineralizada por solución de NaOH) para condiciones de buena agitación y agitación deficiente (agitador detenido), tomando muestras periódicas a intervalos regulares y titulándose las mismas con solución de HCl usando fenolftaleína como indicador. Con buena agitación, se verificó una aceptable concordancia con los valores calculados suponiendo aplicable el modelo ideal de mezcla completa. En el caso de suspender la agitación externa, se observa una desviación con acercamiento al modelo de flujo en pistón, la cual puede ser descrita a través de los modelos de tanques en serie o de flujo con dispersión. Las curvas teóricas correspondientes pueden determinarse a través del cálculo de la varianza de la curva diferencial que se obtiene a partir de los valores experimentales graficados en la Figura 5. Otras variantes posibles de este tipo de experiencias consisten en la introducción de una señal impulso y/o la modificación de la posición del tubo de alimentación para provocar la presencia de

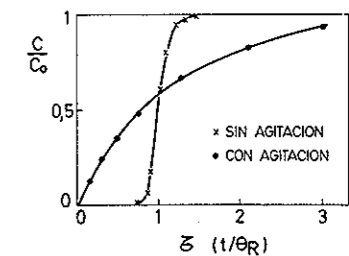


Figura 5 - Estudio de desviación del modelo ideal de mezcla completa.

cortocircuitos y volúmenes muertos. Asimismo puede utilizarse con ventaja para el seguimiento de la señal de salida un conductímetro con un registrador potenciométrico. En este último caso se utiliza normalmente solución diluida de KCl como trazador.

REFERENCIAS

- [1] TSUJIKAWA, H., Inoue, H., Bull. Chem. Soc. Japan, 39, 1937 (1966).
- [2] LEVENSPIEL, O., in "Chemical Reactor Engineering" (John Wiley & Sons ed., 2nd Ed.), Cap. 9, 1962.