



UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA Y MANUFACTURERA

**OBTENCION DEL ACIDO ESTEARICO
A PARTIR DEL SEBO DE CARNERO**

**TESIS PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL
DE INGENIERO QUIMICO**

Aylas Orejon Edwin Javier

Chauca Rosales Marlene Alicia

*“...dedicado al esfuerzo de nuestros padres y
A la Mas Original Relación que nos une...”*

J & M

INDICE

	Pág.
I. INTRODUCCION	6
II. ESTUDIO DE LA MATERIA PRIMA	8
2.1 Definición de grasa	8
2.2 Procedencia	10
2.3 Naturaleza química de la grasa	11
2.4 Naturaleza química de los ácidos grasos	12
2.5 Factores que influyen en la descomposición de la grasa	14
2.6 Tratamiento Previo	15
2.6.1 Reconocimiento de impurezas. Contaminantes	15
2.6.2 Requerimientos previos de la materia prima para la prueba	16
2.6.3 Operaciones de tratamiento previo	16
2.6.4 Resultado.	17
III. ANALISIS FISICO-QUIMICOS	19
3.1 Determinación del punto de fusión	19
3.2 Determinación del punto de solidificación	19
3.3 Determinación de impurezas	20
3.4 Determinación del peso específico	21
3.5 Determinación de Humedad	21
3.6 Determinación del Índice de Acidez	22
3.7 Determinación del Índice de Saponificación	23
3.8 Determinación de la Materia Insaponificable	24
3.9 Determinación de los Acidos Grasos Saturados y No Saturados	25

IV. PROCESO A NIVEL PLANTA PILOTO	28
4.1 Principios de extracción	28
4.2 Alternativas para el desdoblamiento de la grasa	28
4.2.1 Desdoblamiento a presión	29
4.2.2 Desdoblamiento con ácido sulfúrico	29
4.2.3 Desdoblamiento por medio del reactivo de Twitchell	31
4.2.4 Desdoblamiento de la grasa por medio enzimático	32
4.3 Desarrollo del proceso seleccionado	34
4.3.1 Descripción del equipo utilizado	37
4.3.2 Descripción de la operación	37
4.3.3 Determinación de la relación óptima agua/grasa.....	38
4.3.4 Determinación de la presión óptima	42
4.3.5 Determinación del porcentaje óptimo de catalizador	45
4.3.6 Parámetros óptimos de operación	50
4.3.7 Cálculo del volumen de agua necesaria para generar vapor	51
4.3.8 Cálculo del peso de catalizador utilizado	52
4.3.9 Determinación de la cantidad de jabón formado	52
4.3.10 Determinación de la cantidad de HCl para la acidificación	53
4.3.11 Determinación del peso de cloruro de calcio	55
4.4 Purificación de los Acidos Grasos	56
4.4.1 Obtención del Acido Esteárico	56
4.4.2 Obtención del Acido Oleico	57
4.5 Purificación de la Glicerina	57
4.6 Resultados de Operación	58

V. ESTUDIO CINETICO DE LA REACCION	60
5.1 Diseño del modelo cinético	60
5.2 Estimación de parámetros del modelo cinético	67
VI. ESTUDIO DE MERCADO	75
6.1 Introducción	75
6.2 Producción de Grasa en Lima Metropolitana	75
6.3 Pronóstico de la Producción de Grasa para el año 2000	76
6.4 Demanda del Acido Esteárico por parte de la Industria Nacional	79
6.5 Pronóstico de la Demanda de Acido Esteárico para el año 2000	81
6.6 Demanda proyectada para 10 años de operación	83
VII. CALCULOS Y DISEÑO DE PLANTA	85
7.1 Descripción del proceso	85
7.2 Balance de Masa	91
7.3 Balance de Energía	111
7.4 Diseño de Equipos	135
VIII. COSTO DE EQUIPOS Y COSTO DE TRANSFORMACION DEL PRODUCTO	163
8.1 Costo de los equipos	164
8.2 Costo de transformacion del producto.....	165
IX. DISCUSION DE RESULTADOS	171
X. CONCLUSIONES	177
XI. RESUMEN	181
XII. BIBLIOGRAFIA	183
XIII. APENDICE	185

I. INTRODUCCION

Dos puntos importantes son los que nos han motivado a realizar el siguiente trabajo.

Primero, en la actualidad es ampliamente conocido que la grasa de los animales está compuesta de triglicéridos de los ácidos grasos. En especial el sebo de carnero está formada por ácido esteárico, palmítico y oleico. La grasa es barata, abundante y presenta un creciente potencial como materia prima en la industria química. Cuantitativamente, es uno de los principales componentes de los animales, para el cual pueden diseñarse procesos de aprovechamiento químico alternativos.

Segundo, la necesidad del uso del ácido esteárico en la industria nacional, ha originado una gran demanda de este producto importado.

El ácido esteárico es un producto que se usa como aditivo en la industria del caucho como activador y acelerador de la vulcanización, como insumos en la elaboración de:

Velas, abrasivos, lubricantes, cajas de cartón, papel, carbón, cerámica, cremas frías, crayones, polvos cosméticos, desodorantes, emulsificantes, depresores de espuma, pigmentos metálicos, jabones metálicos, pinturas, industria papelería, crema para afeitar, plásticos, industria farmacéutica, pulidores, betún para calzados, estabilizadores de resina, champús, industria textil, en productos repelentes al agua, en compuesto para tratamiento de agua, ceras para pisos, puede sustituir a la parafina para el alumbrado doméstico en un 20%.

Es utilizado principalmente como activador y reacelerador de vulcanización en la industria de llantas, neumáticos y productos de jebe, como lubricante en la industria de moldeo de plásticos como regulador de dureza en la industria de velas y como materia prima en la elaboración de jabones especiales. Además tiene usos múltiples en la industria cosmética, fabricación de baterías, etc.

De aquí la importancia del aprovechamiento industrial de la grasa de carnero. En tal sentido, el objetivo del presente estudio es obtener el ácido esteárico a partir de la grasa de carnero mediante hidrólisis, teniendo como subproductos principales el ácido oleico y la glicerina.

II. ESTUDIO DE LA MATERIA PRIMA

2.1 Definición de Grasa

La grasa de los animales terrestres son las más de las veces sólidas a la temperatura ordinaria. La alimentación y el género de vida influyen en la composición de las grasas de manera que por ejemplo los animales alimentados con tortas oleaginosas darán grasa más blanda que aquellos a los que no se proporciona esta alimentación. De igual manera la grasa de los animales domésticos tiene menos glicérido de ácidos grasos fluidos que la obtenida de los que viven en estado salvaje. En los mamíferos se distinguen la grasa del cuerpo y la grasa de la leche, cuya composición es esencialmente diferente.

La grasa de carnero se obtiene por la fusión del sebo bruto, el cual se separa en dos partes en los mataderos, núcleo bruto que consiste en masas de grasa unidas, p.ej., grasa de pulmones, riñones, redcilla, corazón, etc. y en recortes brutos, tejidos grasos atravesados por piel, músculos, sangre, etc. Ullman (1). Ambas partes se trabajan por separado. La grasa que no se puede trabajar para usarla como comestible se emplea para uso industrial. Como materia lubricante, no puede contener más de 5% a 8% de ácidos grasos libres. La mayor parte se saponifica para la preparación de la glicerina, y los ácidos grasos se destinan a la fabricación de jabones o de bujías. Si se funden a 55°C o 60°C como máximo los tejidos grasos y las partes escogidas de los

recortes, se obtiene del sebo fino llamado precomestible. Naturalmente ambos productos sólo pueden obtenerse con grasa completamente fresca, pues la que no es del todo impecable o procede de animales fallecidos o enfermos, en ningún caso debe ser utilizada para obtener grasa comestible.

Las constantes físico-químicas de los sebos, como generalmente las de las grasas animales, presentan entre sí ciertas discordancias, ya que la grasa no tiene la misma composición en todas las partes del cuerpo. El sebo de carnero que tiene gran importancia comercial, es más duro que el de buey. Las mejores calidades son apropiadas para ser usadas en la fabricación de margarina, y las clases inferiores que poseen a veces sabor y olor desagradables, solamente se usan en la fabricación de jabones y estearina.

El análisis de los aceites y grasas tienen los siguientes pasos; primero el ensayo de las primeras materias y segundo el ensayo de las grasas y aceites mismos. Un tercer grupo de ensayos lo constituyen los de aquellos productos para cuya obtención se emplean los aceites y grasas.

En general los aceites y grasas vegetales están localizados preferentemente en las semillas y en las carnes de ciertos frutos, pero también se encuentran en las raíces, ramas, troncos y hojas de las plantas. En algunas semillas, por ejemplo en las de la mayor parte de cereales, la grasa se halla casi exclusivamente en el germen. También las producen ciertas bacterias, hongos y fermentos.

En cambio las grasas de origen animal se encuentran en el tejido subcutáneo, en la cavidad abdominal, en el hígado y en el tejido conjuntivo intermuscular. Los huesos y en especial los de las patas y piel del ganado vacuno y otros animales, también contienen cierta cantidad apreciable de grasa.

Evidentemente, las grasas en general son muy abundantes en los reinos animal y vegetal. En los animales se encuentran contenidas en células especiales y en los vegetales se presentan en forma de gotitas o glóbulos distribuidos por todo el vegetal o acumulados en determinados órganos del mismo.

Las grasas provenientes de animales contienen siempre una pequeña dosis de colessterina, mientras que en los vegetales se encuentran la fitosterina, isómero de la colessterina y la observación microscópica de este producto permite determinar la mezcla eventual de grasa animales y vegetales.

2.2 Procedencia

El sebo de carnero a utilizar para el desarrollo de este estudio, es procedente del camal de Yerbateros correspondiente a la variedad blackbelly. El sebo de carnero se encuentra tanto en la carcaza, menudencia, cueros y residuos de la estructura del ovino. El sebo a utilizar se ha extraído de la menudencia, puesto que el mejor sebo es el que se encuentra rodeando a los riñones e intestinos de los ovinos y se

separa del tejido subcutáneo que produce una materia grasa de calidad inferior, que se elabora separadamente y se utiliza para la preparación de productos comestibles.

2.3 Naturaleza Química de la Grasa

Todas las grasas tienen una densidad inferior a la del agua, comprendida generalmente entre 0,90 y 0,95 son poco solubles en el alcohol frío, excepto el aceite de ricino, pero se disuelven fácilmente en el éter, cloroformo, sulfuros de carbono, etc. Las grasas por sí solas arden con dificultad, pero lo hacen con llama clara y brillante por medio de una mecha sumergida en ellas.

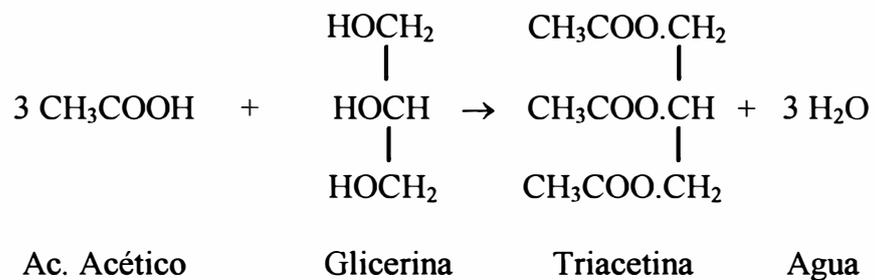
Químicamente, las grasas, sean animales o vegetales están formadas de carbono, hidrógeno y oxígeno, a diferencia de las llamadas grasas y aceites minerales, que únicamente contienen carbono e hidrógeno. Así el sebo de carnero contiene unas 78 partes de carbono, 12,5 partes de hidrógeno y 9,5 partes de oxígeno. La composición elemental no es igual para todas las grasas incluso cabe la duda de que la misma grasa de los animales no siempre tenga la misma composición. Esto se explica por el exacto conocimiento de la composición de las grasas, pues las que se hallan en la naturaleza no son sencillas combinaciones químicas, sino mezclas de ellas.

Casi todas las grasas existentes en la naturaleza son ésteres de glicerina de los ácidos grasos elevados, es decir combinaciones derivadas de

glicerina y ácidos grasos por el mismo proceso de formación de sales entre base y ácido. La glicerina es un alcohol trivalente de fórmula:



Es decir un hidrocarburo saturado, con tres átomos de carbono ($\text{CH}_3.\text{CH}_2.\text{CH}_3$) en el que un átomo de hidrógeno de cada uno de los grupos correspondientes a los tres átomos de carbono ha sido sustituido por un grupo hidroxílico. Por ejemplo:



Si en vez de ácido acético, entran en reacción ácidos grasos más elevados como ácido palmítico, esteárico, oleico, etc. se obtienen los triglicéridos correspondientes a las grasas naturales.

2.4 Naturaleza Química de los Ácidos Grasos

Los ácidos grasos que se encuentran combinados en las grasas naturales pueden clasificarse con arreglo a su composición en tres grupos principales:

1. Ácidos cuya composición corresponde a la fórmula $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O}_2$ y son ácidos no hidroxilados, monobásicos, saturados en la serie del ácido acético.

2. Los de composición $C_nH_{2n-2}O_2$, $C_nH_{2n-4}O_2$, $C_nH_{2n-6}O_2$ y $C_nH_{2n-2}O_2$ que son ácidos no hidroxilados, monobásicos, linolénico y clupanodónico y correspondiendo a las fórmulas señaladas tienen uno, dos tres, y cuatro dobles enlaces.
3. Ácidos de composición $C_nH_{2n-2}O_3$ que son ácidos hidroxilados, monobásicos, no saturados, de la serie del ácido ricinoleico y que además del doble enlace poseen como sustituyente un grupo hidróxilo.

De la serie del ácido acético se encuentran en las grasas los ácidos:

Butírico	$C_4H_8O_2$
Caproico	$C_6H_{12}O_2$
Caprílico	$C_8H_{16}O_2$
Cáprico	$C_{10}H_{20}O_2$
Láurico	$C_{12}H_{24}O_2$
Mirístico	$C_{14}H_{28}O_2$
Palmítico	$C_{16}H_{32}O_2$
Estearico	$C_{18}H_{36}O_2$
Araquídico	$C_{20}H_{40}O_2$
Behénico	$C_{22}H_{44}O_2$
Cerotínico	$C_{26}H_{52}O_2$

Los cuatro primeros son líquidos a la temperatura ordinaria, con excepción del ácido butírico oleaginoso. En general presentan un

desagradable olor a rancio o a sudor, como consecuencia de haber sido expuestos al ambiente se puede destilar sin descomposición y hervidos con agua. A pesar que su punto de ebullición es más elevado que el del agua, se desprende sus vapores junto con el vapor de agua, por lo cual pueden llamarse también ácidos volátiles. Los restantes ácidos grasos arriba mencionados son sólidos a la temperatura ordinaria. Inodoros e insípidos, dejan sobre el papel manchas que no desaparecen y únicamente destilan sin alteración en vacío o con vapor de agua recalentado (salvo el ácido láurico). Son completamente insolubles en el agua, solubles en alcohol hirviente, de donde se separan en cristales al enfriarse. Sus soluciones enrojecen sólo débilmente al tornasol. Se inflaman y arden con llama luminosa y fuliginosa.

2.5 Factores que influyen en la descomposición de la grasa

Las grasas se descomponen por el calor puesto que no son volátiles, produciéndose acroleína, cuyo olor picante es característico, como consecuencia de la deshidratación de la glicerina.

En particular, las grasas puras son inodoras, incoloras, insípidas y de reacción neutra, pero mediante el aire y la luz ayudados por las pequeñas cantidades de impurezas, determinan pronto el fenómeno de su enranciamiento, junto con una oxidación simultánea que le comunica olor y sabor desagradables. Debido a esta alteración, se forman aldeídos y toman las grasas un color amarillento, con presencia de reacción ácida.

Además, el oxígeno del aire es absorbido por las grasas líquidas de diversas maneras: mientras en unas la absorción es lenta, otras por el contrario, se combinan rápidamente con él, dando productos sólidos. Debido a este fenómeno, deriva la clasificación de los aceites secantes y no secantes. Los aceites finamente divididos absorben el oxígeno del aire, produciéndose a veces una elevación de temperatura suficiente para inflamarlos.

2.6 Tratamiento Previo

2.6.1 Reconocimiento de impurezas. Contaminantes

Por su origen el sebo de carnero no se puede utilizar directamente en la extracción de los ácidos grasos, debido a que estos presentan cantidades considerables de materiales extraños.

Los tejidos orgánicos que presentan resultan agentes contaminantes en el futuro desdoblamiento del sebo, por lo que es importante la separación de los albuminoides, mucílagos suciedad mezclada, etc. estas sustancias dificultan la marcha de la descomposición, dan un color oscuro a la grasa y producen mucha espuma; también ocasionan en particular después de terminar la descomposición, una separación defectuosa del ácido graso y de la mezcla agua-glicerina por la formación de emulsiones difícil de deshacer. De este modo resultan pérdidas considerables de glicerina.

El tratamiento previo que se realiza es principalmente con la finalidad de eliminar los materiales diferentes al sebo.

El agua es sólo muy ligeramente soluble en la grasa y por lo tanto, su presencia, no es corriente excepto en pequeñas cantidades.

2.6.2 Requerimientos previos de la materia prima para la prueba.

La materia prima que se utilizará en la prueba debe recibir un tratamiento preliminar de manera de purificar el sebo.

El sebo debe estar limpio, esto quiere decir libre de sangre, residuos sólidos (lana, tierra, etc.), para ello se realiza un lavado con abundante agua, las veces que sea necesaria.

El sebo debe estar libre de la membrana citoplasmática que envuelve a los triglicéridos (grasa neutra), para ello se somete a un picado, precalentamiento y posterior separación por prensado.

Otro requisito importante en el tratamiento de la materia prima es la homogeneidad que debe presentar, para ello se somete a su temperatura de fusión y se agita moderadamente.

2.6.3 Operaciones de tratamiento previo

Al sebo extraído de las vísceras del carnero, inicialmente se le realizó un lavado con agua para eliminar los residuos de materias extrañas. Enseguida se colocó el sebo a temperatura moderada en baño maría hasta el inicio de la fusión del mismo. Luego se retiró y

se procedió a prensarlo, hasta que sólo quede materia mucilaginosa y residuos sólidos en la malla. Todo el líquido extraído se calentó hasta aproximadamente 47-50°C, dejándose posteriormente en reposo. Luego de enfriado el sebo (aproximadamente 24 horas) se extrajo la torta oleaginosa del residuo líquido, de esta torta se separa las interfaces para obtener un sebo más puro.

El sebo se lleva a su temperatura de fusión, y en caliente se filtra en vacío en papel Wathman. Posteriormente se realiza el secado del sebo llevando a la estufa a una temperatura de 100-102°C, se pesa cada media hora hasta que la diferencia de peso entre dos muestras continuas sea cero.

2.6.4 Resultado

Al final del proceso de tratamiento, la grasa neutra se separa de todas sus impurezas. Quedando así 97,62% de la grasa proveniente del camal. Esta grasa neutra es clara, homogénea, seca, y libre de impurezas. Así esta grasa queda listo para el desdoblamiento y los análisis fisico-químico.

Cuadro N° 2-1

Composición de la grasa de carnero

Grasa de carnero	Porcentaje en peso (%)
Membrana	1,45
Agua	0,20
Suciedad	0,35
Grasa neutra	98,0

III. ANALISIS FISICO-QUIMICOS

Para la determinación del análisis físico químico de la grasa se han seguido procedimientos estándares, los cuales se detallan en el apéndice.

3.1 Determinación del Punto de Fusión

El punto de fusión se calcula como el promedio de las temperaturas inicial y final del ensayo realizado.

Cuadro N° 3-1

Punto de fusión de la grasa de carnero

Muestra N°	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Final (°C)	Temperatura Promedio (°C)
1	42	50	46,0
2	41	50	45,5
3	43	50	46,5
Promedio			46,0

3.2 Determinación del punto de solidificación

Para determinar el punto de solidificación de la grasa, se procedió a fundir la muestra preparada. Fundida la grasa se dejó que se solidificara, habiéndose tomado el punto de enturbamiento como el inicio y

considerando el punto final el momento de la opacidad completa; siendo los datos los siguientes:

Cuadro N° 3-2

Punto de solidificación de la grasa de carnero

Muestra N°	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Final (°C)	Temperatura Promedio (°C)
1	38,0	36,0	37,0
2	38,5	35,5	37,0
3	38,0	36,0	37,0
Promedio			37,0

3.3 Determinación de impurezas

El porcentaje de impurezas se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{\text{Peso de impurezas}}{\text{Peso muestra}} \times 100\%$$

Cuadro N° 3-3

Impurezas de la grasa de carnero

Muestra	P. papel filtro (g)	P. papel filtro + impurezas (g)	Diferencia de pesos (g)	Porcentaje (%)
1	0,7751	0,7775	0,0024	0,024
2	0,7742	0,7762	0,0020	0,020
3	0,7695	0,7711	0,0016	0,016
Promedio				0,020

3.4 Determinación del peso específico

Resultado del ensayo:

Peso del picnómetro vacío : 27,9614 g

Peso del picnómetro más la grasa: 36,9741 g

Número de mililitros : 10 ml

$$\text{P.E.} = \frac{\text{Diferencia en peso}}{\text{Número de ml}}$$

$$\text{P.E.} = \frac{36,9741 - 27,9614}{10} = 0,901$$

3.5 Determinación de Humedad

El porcentaje de humedad se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Pérdida en peso}}{\text{Peso de la muestra}} * 100\%$$

Cuadro N° 3-4

Humedad de la grasa de carnero

Muestra	P. crisol seco + grasa (g)	P. crisol seco + grasa seca (g)	Pérdida en peso (g)	Porcentaje (%)
1	19,0264	18,7471	0,2793	5,60
2	17,0621	16,8194	0,2427	4,90
3	18,0324	17,7774	0,2550	5,10
			Promedio	5,20

En el siguiente gráfico se muestra la variación de la pérdida en peso respecto del tiempo.

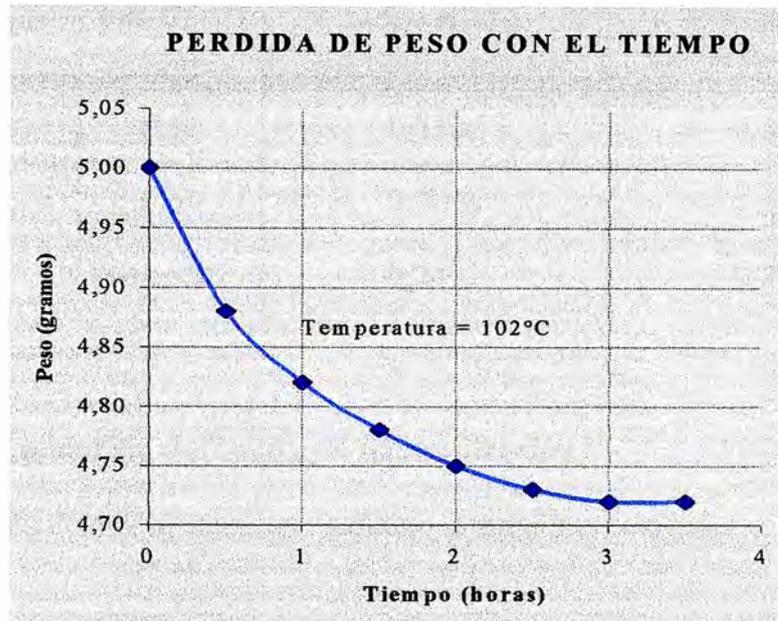


Fig. 3-1

3.6 Determinación del Índice de Acidez

El porcentaje de acidez libre expresada como ácido esteárico-palmitico:

$$\% \text{Acidez libre} = \frac{\text{ml de NaOH} * \text{N} * 26,918}{\text{Peso de la muestra}}$$

Nota: El factor 26,918 es calculado sobre la base del peso molecular promedio de los ácidos grasos existentes en la grasa del camero cuya composición es de 45,5 de ácido esteárico y 55,5 de ácido palmitico.

Por consiguiente el índice de acidez se calcula multiplicando el porcentaje de acidez libre por 2,21.

$$\text{Índice de Acidez} = \frac{\text{ml de NaOH} * \text{N} * 59,2196}{\text{Peso de la muestra}}$$

Cuadro N° 3-5

Indice de Acidez de la grasa de carnero

Muestra	Vol. NaOH (ml)	Indice Acidez (esteárico-palmítico)	% Acidez libre (esteárico-palmítico)
1	0,60	0,7106	0,3230
2	0,65	0,7698	0,3499
Promedio		0,7402	0,3365

3.7 Determinación del Índice de Saponificación

Los resultados se calculan mediante la siguiente ecuación:

$$I.S. = \frac{56,1 (V_1 - V_2) * N}{W}$$

Donde:

I.S.= Índice de Saponificación de la muestra.

V_1 = Volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración del ensayo en blanco, en centímetros cúbicos.

V_2 = Volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración de la muestra, en centímetros cúbicos.

N = Normalidad de la solución de ácido clorhídrico.

W = Peso de la muestra empleada en el ensayo, en gramos.

Cuadro N° 3-6

Indice de Saponificación de la grasa de carnero

Muestra	V ₁ (ml)	V ₂ (ml)	I.S.
1	25,1	9,5	218,79
2	25,1	9,3	221,60
3	25,1	9,3	221,60
		Promedio	220,66

3.8 Determinación de la Materia Insaponificable

De los resultados del ensayo se determina el peso de ácidos grasos y por consiguiente el porcentaje de materia insaponificable.

Peso de ácidos grasos en el extracto (g) = (Vol. ml de NaOH 0,02 N) * 0,0056

% Materia insaponificable = $\frac{\text{Peso del residuo} - \text{Peso de los ácidos grasos}}{\text{Peso de la muestra}} * 100\%$

Cuadro N° 3-7

Materia insaponificable de la grasa de carnero

Muestra	Vol. NaOH 0,02N (ml)	Peso del residuo (g)	Peso de los ácidos grasos (g)	% Materia Insaponificable
1	1,40	0,0179	0,00784	0,252%
2	1,60	0,0192	0,00896	0,256%
3	1,50	0,01856	0,00840	0,254%
			Promedio	0,254%

3.9 Determinación de los Ácidos Grasos Saturados y No Saturados

Cálculo del porcentaje de ácidos grasos saturados:

$$\text{Peso del ácido graso} = 5,1 \text{ g}$$

$$\text{Peso de vaso + parafina} = 17,6820 \text{ g}$$

$$\text{Peso de vaso vacío} = 12,1410 \text{ g}$$

Entonces:

$$\text{Peso de parafina} = 5,5420 \text{ g}$$

$$\text{Peso de parafina + ácidos grasos + vaso} = 22,0639 \text{ g}$$

$$\text{Peso de ácidos grasos saturados} = 4,3809 \text{ g}$$

De donde:

$$\% \text{ Ácidos grasos saturados} = \frac{4,3809}{5,1} * 100 = 86\%$$

Cálculo del porcentaje de ácidos grasos no saturados:

$$\text{Peso del ácido graso + parafina + vaso} = 20,4375$$

$$\text{Peso de parafina + vaso} = 19,7195$$

Entonces:

$$\text{Peso de ácidos grasos} = 0,7118$$

De donde:

$$\% \text{ Ácidos grasos} = \frac{0,7118}{5,1} * 100 = 14,0\%$$

Composición de los ácidos grasos saturados y no saturados:

Puesto que los ácidos grasos saturados están compuestos de ácido esteárico y palmítico. Se determinó entonces su composición basándose en el punto de fusión de la muestra.

Punto de fusión de los ácidos grasos saturados = 63,0 °C

Según la gráfica N° 1, para este punto de fusión:

Acido esteárico = 70%

Acido palmítico = 30%

Luego la composición de los ácidos grasos será:

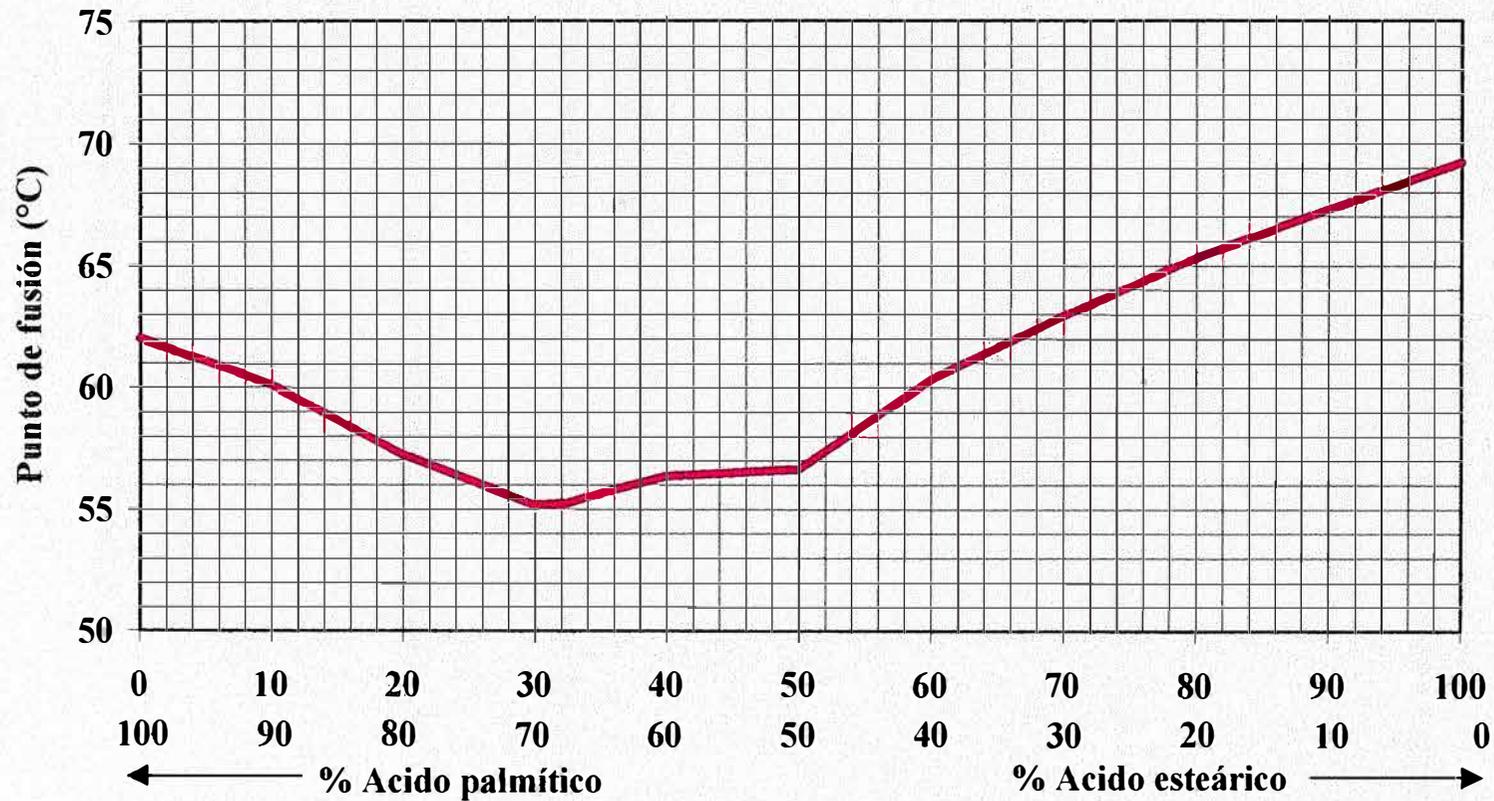
Acido esteárico = $0,7 * 86 = 60,2 \%$

Acido palmítico = $0,3 * 86 = 25,8 \%$

Acido oleico = 14,0%

GRAFICA N° 1

PUNTO DE FUSION PARA MEZCLAS DE ACIDO ESTEARICO Y PALMITICO

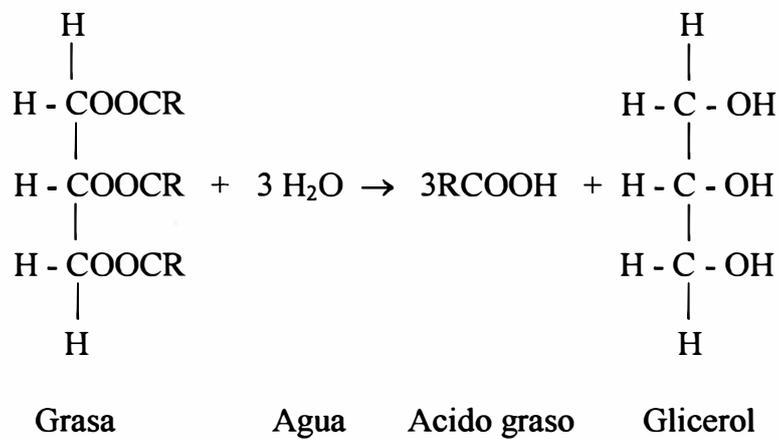


Fuente: F. Sthoman, "Gran Enciclopedia de Química Industrial". Capítulo XXV, Pág. 425.

IV. PROCESO A NIVEL PLANTA PILOTO

4.1 Principios de Extracción

La extracción de ácidos grasos con grasas o aceites naturales se realiza por hidrólisis. La hidrólisis primaria puede representarse como sigue:



4.2 Alternativas para el desdoblamiento de la grasa

Esto se verifica siempre en presencia del agua, y en realidad podemos distinguir:

4.2.1 Desdoblamiento de la grasa bajo presión (procedimiento del autoclave).

4.2.2 Desdoblamiento por el ácido sulfúrico.

4.2.3 Desdoblamiento por medio del reactivo de Twitchell.

4.2.4 Desdoblamiento de la grasa por medio enzimático.

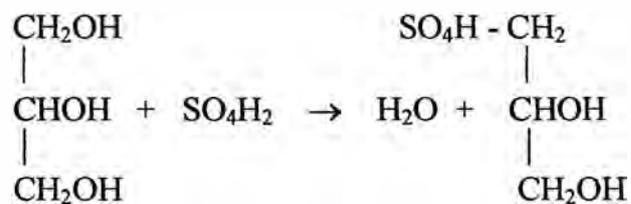
4.2.1 Desdoblamiento a presión

Según este procedimiento llamado del autoclave, las grasas y aceites previamente depurados se calientan con agua adicionando pequeñas cantidades de óxido de zinc, calcio o magnesio a presión, y después se descomponen los jabones formados.

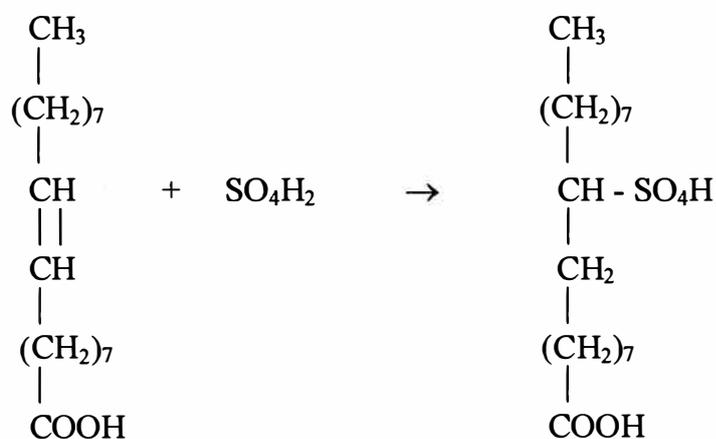
Cuando se usa catalizador la hidrólisis es completada en cinco a diez horas, transcurridas las cuales se descarga el contenido del autoclave en un tanque, del cual se extrae el glicerol dejando el ácido graso. Es esencial el lavado con un ácido mineral para eliminar el catalizador, que está en combinación con el ácido graso. Este método tiene la ventaja de la reducción considerable del tiempo necesario, además de producir un ácido graso de color más claro.

4.2.2 Desdoblamiento con ácido sulfúrico

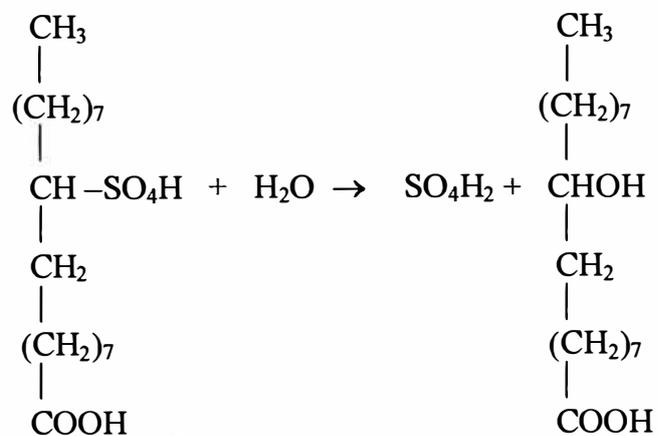
Se aplica con gran ventaja a las grasas oscuras y fundidas, las cuales se colocan estas en una caldera revestidas interiormente de plomo y provistas de camiseta de vapor. La proporción de ácido oscila alrededor del 5% en peso y durante la operación deberá mantenerse la masa en agitación constante, para lo cual suele inyectar aire por medio de un tubo anular. Por este proceso, parte de la glicerina se transforma en ácido glicero-sulfúrico, de acuerdo a las siguientes reacciones:



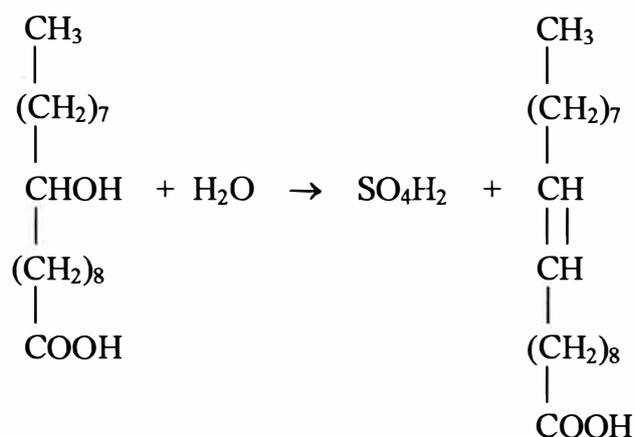
A su vez el ácido oleico absorbe una molécula de sulfúrico convirtiéndose en sulfoesteárico:



El ácido así obtenido, se trata con agua, regenera el ácido sulfúrico transformándose en ácido oxiesteárico:



Los ácidos obtenidos, se destilan a presión reducida en corriente de vapor, obteniéndose un producto de color blanco. A su vez el ácido oxiesteárico se transforma en ácido isooleico que funde a 44° C de acuerdo con la reacción:



4.2.3 Desdoblamiento por medio del reactivo de Twitchell

El procedimiento catalítico de Twitchell constituye en realidad una modificación del anterior y consiste en sustituir el ácido sulfúrico por una combinación del ácido esteárico u oleico con el ácido benceno-sulfónico o naftaleno-sulfónico, llamado respectivamente ácido esterin-benceno-sulfónico y ácido oxiestearin-naftaleno-sulfónico.

Según este método se tratan primeramente las grasas con ácido sulfúrico en la proporción de 1 a 2% en una caldera forrada de plomo, haciendo burbujear en su masa una corriente de vapor recalentado, con lo que se obtiene una purificación inicial de las mismas.

Se decanta el ácido diluido resultante y la grasa se vierte en tinas provistas de tapa, donde se añade 25% de agua de condensación, se calienta la masa hasta ebullición, se agrega el reactivo Twitchell en cantidades que oscila de 10,5 a 1,5%, de acuerdo a la pureza de la grasa, continuándose la inyección de vapor hasta unas 24 horas o saponificación casi completa en ácidos grasos y glicerina. Se suspende la entrada de vapor y se mantiene una atmósfera del mismo en la superficie del líquido para evitar la acción del aire sobre los ácidos grasos, hasta que la emulsión se descomponga y se separen netamente las dos capas. Los ácidos grasos, junto con una pequeña porción de grasa no saponificada, que quedan en las tinas después de expulsar el agua con la glicerina, se usan directamente en la fábrica de jabón o bien se les añade un 10% de agua y se inyecta vapor recalentado. Los ácidos una vez puestos en evidencia, se someten al tratamiento en las prensas hidráulicas, separando el ácido oleico de los otros ácidos grasos sólidos.

4.2.4 Desdoblamiento de la grasa por medio enzimático

El procedimiento biológico está basado en la propiedad que tienen ciertas semillas oleaginosas, como las del ricino, de desdoblar las grasas en ácidos grasos y glicerina gracias a unos fermentos no figurados o enzimas conocidas con el nombre de lipasas.

Las lipasas son notables por su insolubilidad en el agua y actúan

solamente en disolución ácida. La industria prepara extractos activos de lipasa por procedimientos especiales de extracción y concentración fermentativa donde se utilizan adiciones de sustancias que favorecen su actividad, como el sulfato de manganeso, teniendo como temperatura óptima de actuación los 23 y 42°C, perdiendo sus propiedades a temperaturas mayores a 44°C. Los equipos utilizados para realizar esta operación son variables, sin embargo el más simple consiste en una caldera o depósito tronco cónico, provistas de un serpentín de calefacción indirecta y de unas espitas situadas a diferentes distancias del fondo para separar del resto del líquido los ácidos grasos obtenidos. Se trabaja con 30% de agua 5 a 6% de lipasa 0,2% de sulfato manganoso y 0,06% de ácido acético. Se agita el contenido así preparado, dejándose reposar por 30 horas, hasta total desdoblamiento en glicerina y ácidos grasos; se agita con aire y se calienta mediante vapor hasta 80-85° C, luego se añade el ácido sulfúrico diluido en la proporción de 0,2 – 0,3% del peso de grasa.

Los ácidos grasos, separados del agua y glicerina, se hierven con agua para a su vez separar el sulfúrico, se enfrían y solidifican como en casos similares. Por este sistema se produce ácidos grasos muy pocos coloreados exentos de oxiácidos.

4.3 Desarrollo del proceso seleccionado

La grasa proveniente del tratamiento previo, es clara, homogénea, seca y libre de impurezas. Los resultados obtenidos del análisis físico-químicos se muestran en el siguiente cuadro.

Cuadro N° 4-1

Propiedades de la grasa de carnero

Propiedades Físico Químicas	Resultados
Porcentaje de impurezas	0,02
Porcentaje de humedad	5,20
Porcentaje de materia insaponificable	0,253
Porcentaje de acidez libre	0,3365
Punto de fusión (°C)	46
Punto de solidificación (°C)	37
Peso específico	0,901
Indice de acidez	0,7402
Indice de saponificación	220,66

El proceso seleccionado es DESDOBLAMIENTO EN AUTOCLAVE.

Actualmente se emplea, en la hidrólisis de materias grasas de calidad superior, para producción de ácidos grasos poco coloreados que no requieran destilación. Aparte de producir ácidos más claros, el proceso en autoclave es mucho más rápido que el de Twitchell.

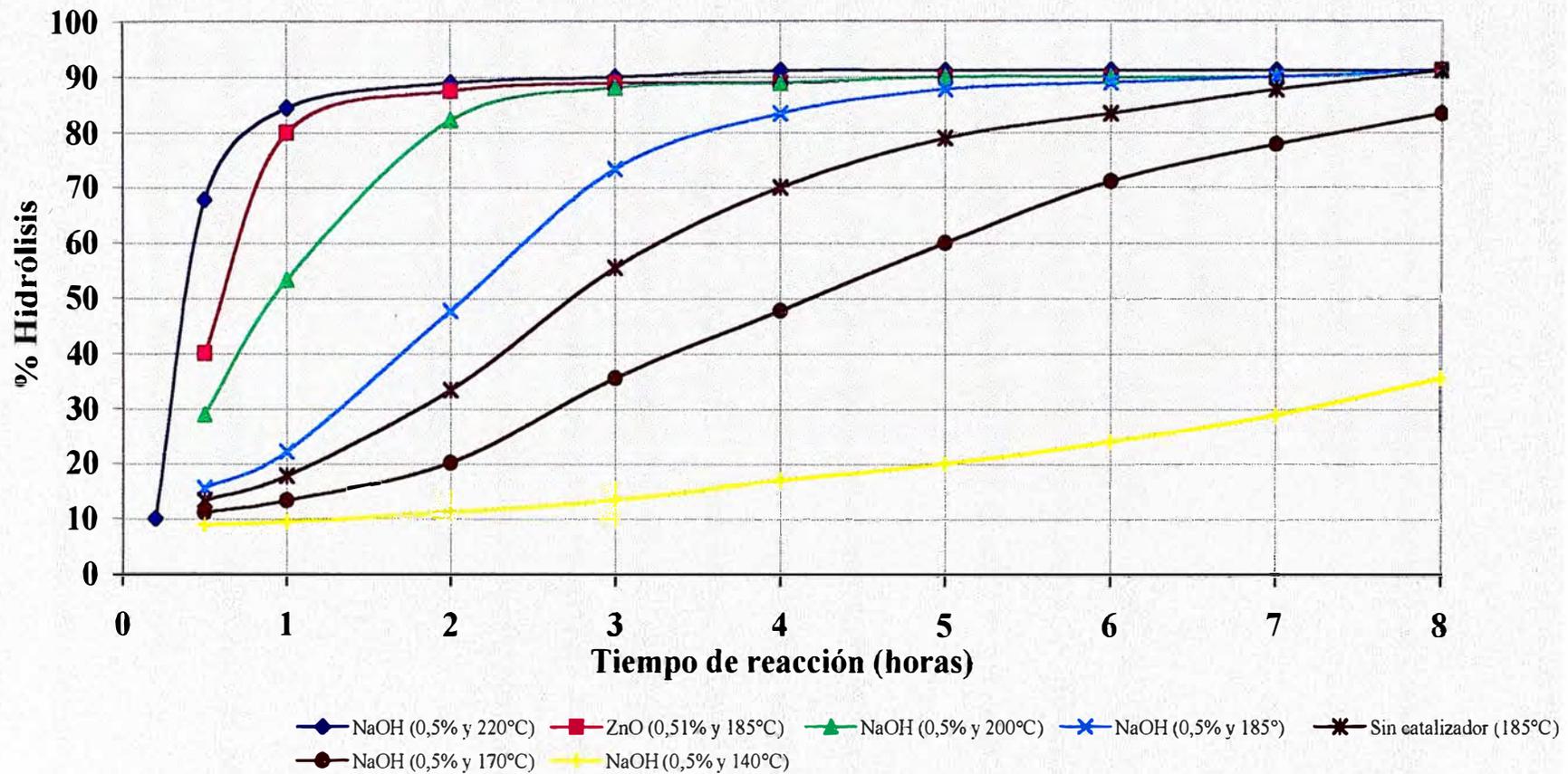
Se afirma que la hidrólisis de grasas en la autoclave, empleando reactivo de Twitchell, es eficaz a temperaturas inferiores a las requeridas empleando catalizadores de cal, óxido de zinc, etc.; pero la necesidad de mantener el sistema en medio ácido, limita el material de construcción del autoclave, lo que hace más o menos impracticable el procedimiento.

El catalizador empleado en la hidrólisis a presión se compone de diferentes óxidos e hidróxidos metálicos, de los cuales los más empleados son los de zinc, magnesio y calcio siendo el de zinc el más activo. Las experiencias de Lascaray(5), la actividad de los siguientes catalizadores decrece, según el orden con que se nombran: ZnO, MgO, CaO, LiOH, NaOH, KOH, NH₄OH (ver gráfica N° 2). Se emplea del 1 al 2% del catalizador sobre el peso de la grasa y se suele añadir además alrededor del 0,5% de polvo de zinc, que no actúa como catalizador sino como reductor, para mejorar el color de los ácidos grasos e impedir su oxidación.

El óxido de zinc tiene, comparadas con la cal, la ventaja de formar sulfatos solubles, de manera que al separar del ácido graso el óxido que produce la descomposición se evita la formación de un residuo insoluble, que siempre arrastra consigo algo de grasa. El óxido de zinc que se emplee no es preciso que sea especialmente puro y de color claro; sin embargo, se recomienda que en lo posible este libre de arsénico y que tampoco contenga una gran cantidad de plomo para que en la descomposición con ácido no se formen grandes cantidades de sulfatos

GRAFICA N° 2

COMPARACION DE CATALIZADORES (HIDROLISIS DE SEBO)



Fuente: Bailey A., "Aceites y Grasas Industriales". Pág. 622.

insolubles. Una gran cantidad de hierro también perjudica al color del producto de la descomposición.

El agente de descomposición se agrega después que el aceite ha sufrido en el autoclave un calentamiento previo de 50°C.

4.3.1 Descripción del equipo utilizado

El equipo consta principalmente de un tanque cilíndrico y tapa. El tanque es de fierro dulce, revestido interiormente de aluminio y recubierto exteriormente de lana de vidrio protegido con planchas de latón.

La tapa es también de fierro dulce, recubierto interiormente con aluminio. La tapa se une al tanque mediante 4 mariposas de ajuste. El equipo cuenta con manómetro, termómetro, válvula de seguridad, válvula de purga de vapor, válvula de bola para sacar muestra y dos visores. El calentamiento se efectúa mediante resistencia eléctrica, que vaporiza el agua en el interior del tanque generando la presión necesaria para la hidrólisis.

4.3.2 Descripción de la operación

Para realizar el proceso de hidrólisis se trabaja con la grasa purificada (limpia, exenta de membranas, sangre, pelos, etc.).

Se calienta la grasa neutra hasta 50°C, a continuación se adiciona en caliente (80-90°C), el agua, el ZnO y el polvo de zinc, y se

coloca 3 cancas para la agitación. Se cierra completamente el reactor autoclave, y somete a calentamiento.

Cuando el manómetro comienza a registrar una ligera presión, se abre la válvula de purga de vapor con la finalidad de eliminar el aire contenido en el reactor y evitar la oxidación. Se cierra la llave de purga y continua el calentamiento.

Cuando se registra la presión absoluta deseada, se da por iniciado la hidrólisis. Se controla que la presión se mantenga durante el proceso.

Al final del tiempo de operación, se desconecta la fuente de calor y se purga el vapor, hasta que el manómetro indique 0 kgf/cm² de presión. Se abre la tapa del reactor autoclave y se retira el contenido en recipientes.

Para optimizar el proceso de hidrólisis, se tendrá en consideración, el grado de desdoblamiento (% de ácidos grasos libres) y el tiempo de reacción variando para ello los valores de los parámetros de presión, relación agua/grasa y porcentaje de catalizador.

4.3.3 Determinación de la relación óptima agua/grasa

Por relación estequiométrica, se determina la cantidad de agua necesaria para realizar la hidrólisis de la grasa. A esta cantidad de agua, se le adiciona la cantidad de agua necesaria para generar

vapor y llevar a la presión de trabajo. Entonces se tiene inicialmente en el reactor autoclave lo siguiente:

Peso de Grasa	= 1000 g
Cantidad de agua	= 71 g
% de Catalizador	= 2% (1,4% de ZnO y 0,6% polvo de Zn)
Presión absoluta	= 4 kgf/cm ²

Se somete a calentamiento todo el sistema hasta llegar a la presión de 4 kgf/cm², a partir de este momento se controla el tiempo de hidrólisis. Cada hora se realiza una toma de muestra y se determina la acidez libre mediante titulación, para determinar así el grado de desdoblamiento. Al cabo de 12 horas sólo se llega a un grado de desdoblamiento de 10%. Lo cual nos indica que es demasiado tiempo, produciéndose además la degradación de la grasa lo cual ya no permite que el proceso de hidrólisis continúe. Entonces, se determina variar la cantidad de agua, manteniendo los demás parámetros constantes, para ello se trabaja con los siguientes valores:

Peso de Grasa	= 1000 g
Cantidad de agua	= 250 g
% de Catalizador	= 2% (1,4% de ZnO y 0,6% polvo de Zn)
Presión absoluta	= 4 kgf/cm ²

Al igual que en la operación anterior, se somete a calentamiento, y se efectúa la hidrólisis, llegando a un grado de desdoblamiento de aprox. 10% en de 9 horas, esto nos indica que por el aumento de agua, disminuye el tiempo de hidrólisis.

Posteriormente, se efectúa el aumento de agua a 500 g, 1000 g, 1500 g y 2000 g.

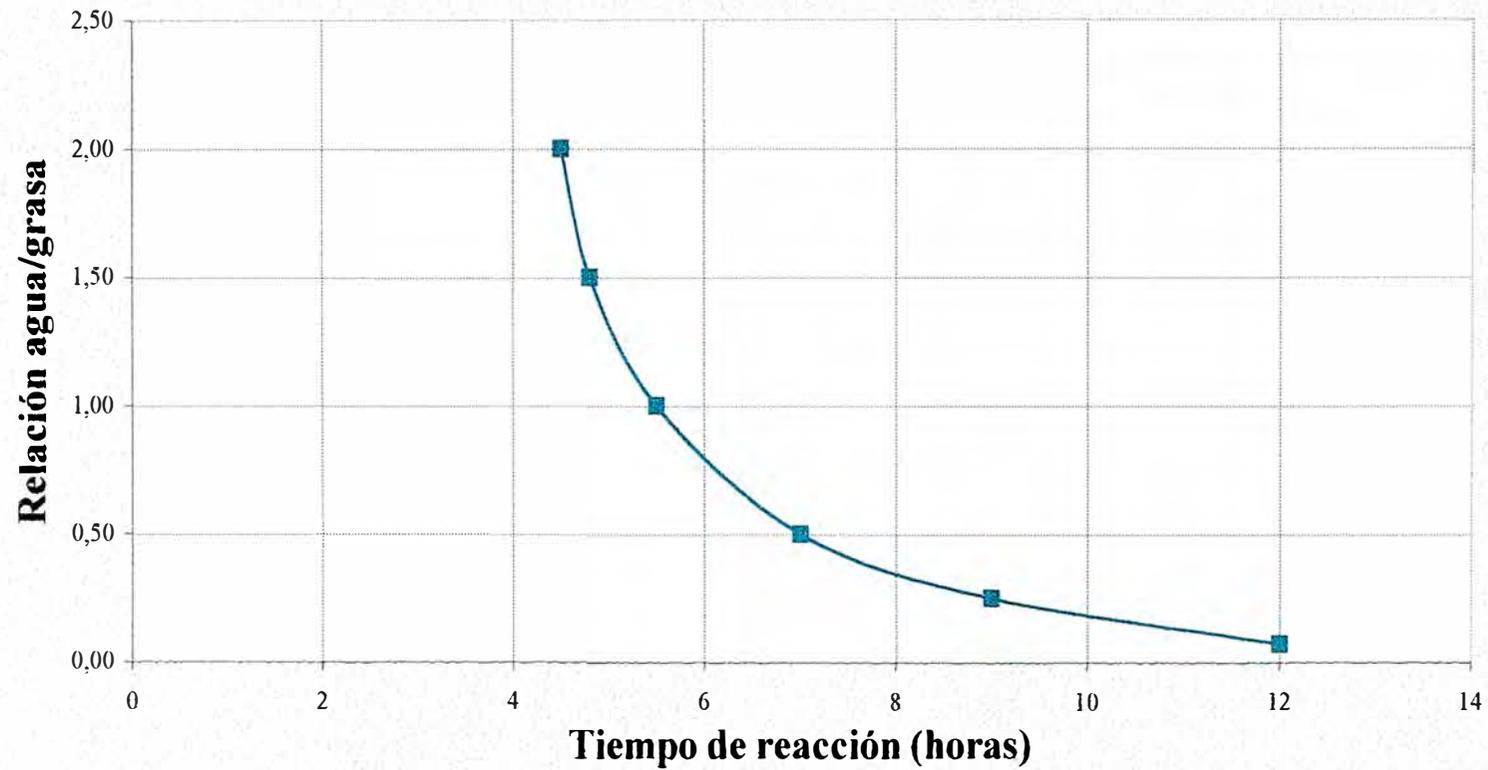
A medida que se incrementa la cantidad de agua, manteniendo los demás parámetros constantes, se observó que la hidrólisis mejora, es decir se obtiene un mayor grado de desdoblamiento en menor tiempo. Pero a su vez, trabajando con cantidades de agua mayores de 1000 g. se dificulta la toma de muestra y se hace necesario requerir de un reactor de mayor tamaño. Por consiguiente, para optimizar el tamaño del reactor y mejorar la toma de muestra, se realiza la hidrólisis mediante reposición de agua fresca.

Por consiguiente la relación óptima de agua/grasa será de 1:1 (es decir 1000 g de grasa y 1000 g de agua), con reposición de 1000 g de agua fresca.

En este proceso de hidrólisis se ha optimizado la cantidad de agua necesaria a utilizar, para mejorar la hidrólisis, se efectuarán cambios de presión y porcentaje de catalizador.

GRAFICO N° 3

EFFECTO DE LA RELACION AGUA/GRASA



Para un desdoblamiento de 10%, se comparó la relación agua/grasa con respecto al tiempo, manteniendo constante la presión (4 kg/cm²), catalizador 2%.

4.3.4 Determinación de la presión óptima

Una vez determinada la relación óptima de agua/grasa, se varía la presión manteniendo los demás parámetros constantes:

En la hidrólisis para la determinación de la presión óptima se trabajó con los siguientes parámetros:

Cuadro N° 4-2

Parámetros de operación con presión variable

Prueba	Primera	Segunda	Tercera
Presión absoluta, kgf/cm ²	4	5	6
Cantidad de agua, g ^(a)	1000	1000	1000
Relación agua/grasa	1:1	1:1	1:1
Catalizador, %	2	2	2

(a) Se efectúa la reposición con agua fresca, 1000 g después de 2 horas de hidrólisis.

Para determinar el grado de desdoblamiento se toma muestras cada hora y se halla la acidez libre. En el cuadro siguiente se muestra el porcentaje de desdoblamiento respecto a la presión y al tiempo.

Cuadro N° 4-3
Porcentaje de desdoblamiento

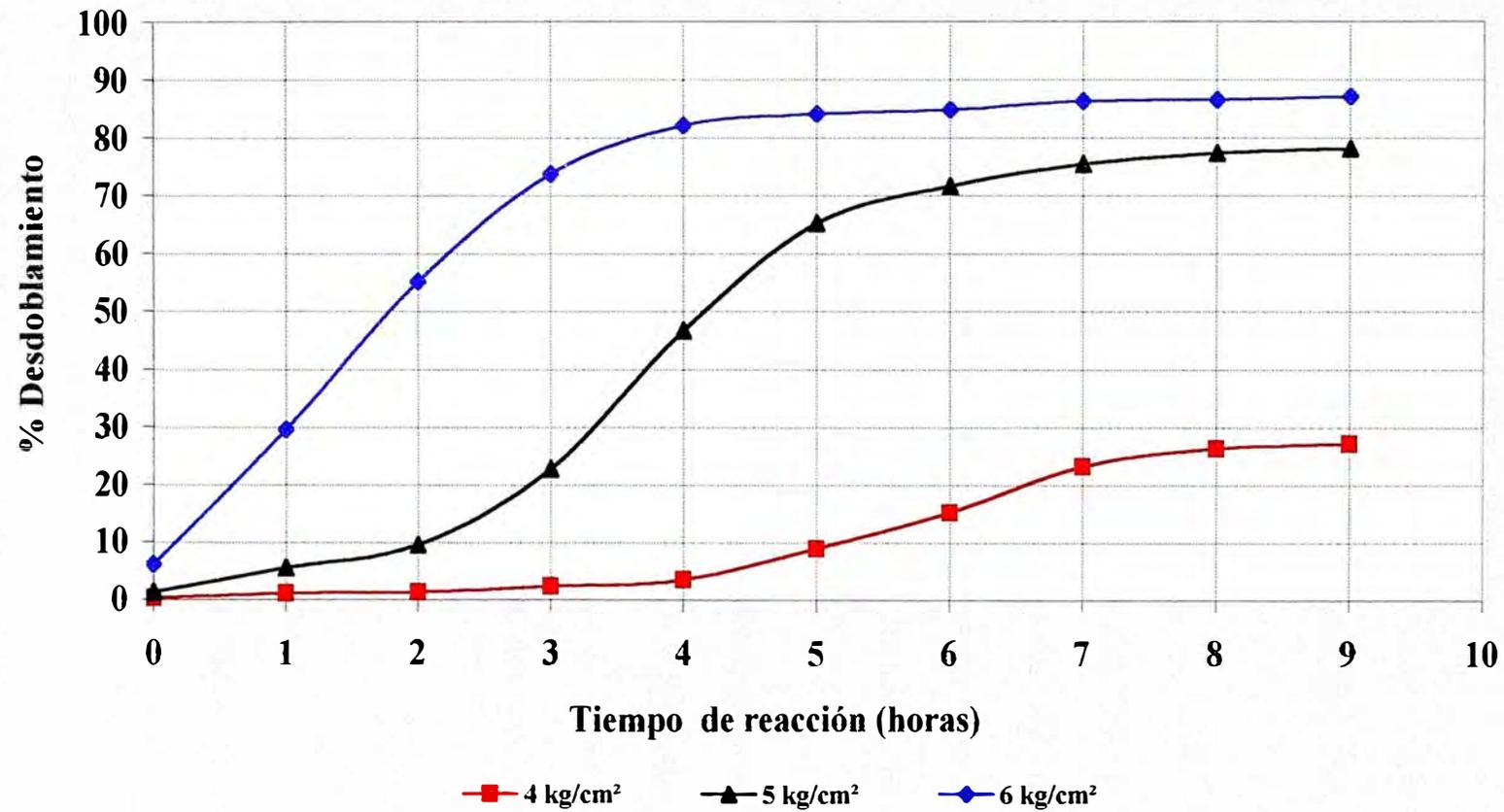
Tiempo de reacción (horas)	4 kgf/cm²	5 kgf/cm²	6 kgf/cm²
0	0,336475	1,278605	6,05655
1	1,144015	5,450895	29,47521
2	1,345900	9,488595	55,18190
3	2,288030	22,67842	73,75532
4	3,499340	46,63544	82,09990
5	8,882940	65,27615	84,11875
6	15,14138	71,66918	84,79170
7	23,21678	75,43770	86,27219
8	26,24505	77,32196	86,54137
9	27,05259	78,12950	87,07973
10	49,12535		
11	51,21150		
12	66,15099		

A partir de estos datos se realiza la gráfica N° 4 del efecto de la presión absoluta sobre la reacción.

Luego de realizar la 1ra, 2da, y 3ra prueba de hidrólisis trabajando con los parámetros mostrados en el cuadro N° 4-2. El porcentaje de desdoblamiento aumenta en las primeras horas, pero luego este incremento es insignificante, lo cual nos indica que el agua se encuentra saturada de glicerina, siendo necesario evacuar la fase acuosa y efectuar la reposición con agua fresca. Al efectuar la

GRAFICA N° 4

EFFECTO DE LA PRESION ABSOLUTA SOBRE LA REACCION DE HIDROLISIS



reposición de agua fresca en igual volumen, se observa que a mayor presión el porcentaje de desdoblamiento aumenta en menor tiempo. Tal como se observa en la gráfica N° 4.

De los resultados obtenidos podemos observar que un aumento considerable en el desdoblamiento se obtiene trabajando a partir de una presión de 5 kgf/cm².

Comprobándose de esta manera que un aumento en la presión influye directamente sobre el tiempo de reacción. Presiones mayores a 5 kgf/cm² son apropiadas para poder realizar hidrólisis en un tiempo operativo favorable, tal como se demuestra cuando se trabajó con una presión de 6 kg/cm² obteniéndose un grado de desdoblamiento de 87,08% en 9 horas.

Si bien es cierto que a mayor presión se obtiene el desdoblamiento de la grasa en menor tiempo, esto también trae como desventajas el hecho de tener un menor factor de seguridad en la operación, además de utilizar un mayor consumo de energía, costo de mantenimiento y diseño de equipos superiores.

4.3.5 Determinación del porcentaje óptimo de catalizador

Para la determinación del porcentaje óptimo de catalizador, se tiene establecido la relación agua/grasa de 1:1 (con reposición de agua fresca), y la presión óptima de 6 kgf/cm².

Entonces se varía el porcentaje de catalizador, considerando 0%,

1% y 2%. Los parámetros de trabajo se muestra en el cuadro siguiente:

Cuadro N° 4-4

Parámetros de operación con porcentaje de catalizador variable

Prueba	Cuarta	Quinta	Sexta
Catalizador, %	0	1	2
Presión absoluta, kgf/cm ²	6	6	6
Cantidad de agua, g ^(a)	1000	1000	1000
Relación agua/grasa	1:1	1:1	1:1

(a) Se efectúa la reposición con agua fresca, 1000 g. Para la cuarta prueba a la tercera hora y para la quinta y sexta prueba a la segunda hora.

Al igual que las pruebas anteriores, se determina el grado de desdoblamiento mediante el análisis de ácidos grasos libres. En el cuadro siguiente se muestra el porcentaje de desdoblamiento respecto al porcentaje de catalizador y al tiempo.

Cuadro N° 4-5

Porcentaje de desdoblamiento

Tiempo de reacción (horas)	Porcentaje de catalizador		
	0	1	2
0	0,06730	4,30688	6,05655
1	1,68238	24,49538	29,47521
2	4,91254	53,29764	55,18190
3	8,41189	86,13760	73,75532
4	15,14138	95,55890	82,09990
5	23,68784	98,38529	84,11875
6	30,35005	99,32742	84,79170
7	34,52234		86,27219
8	35,66635		86,54137
9	36,20471		87,07973

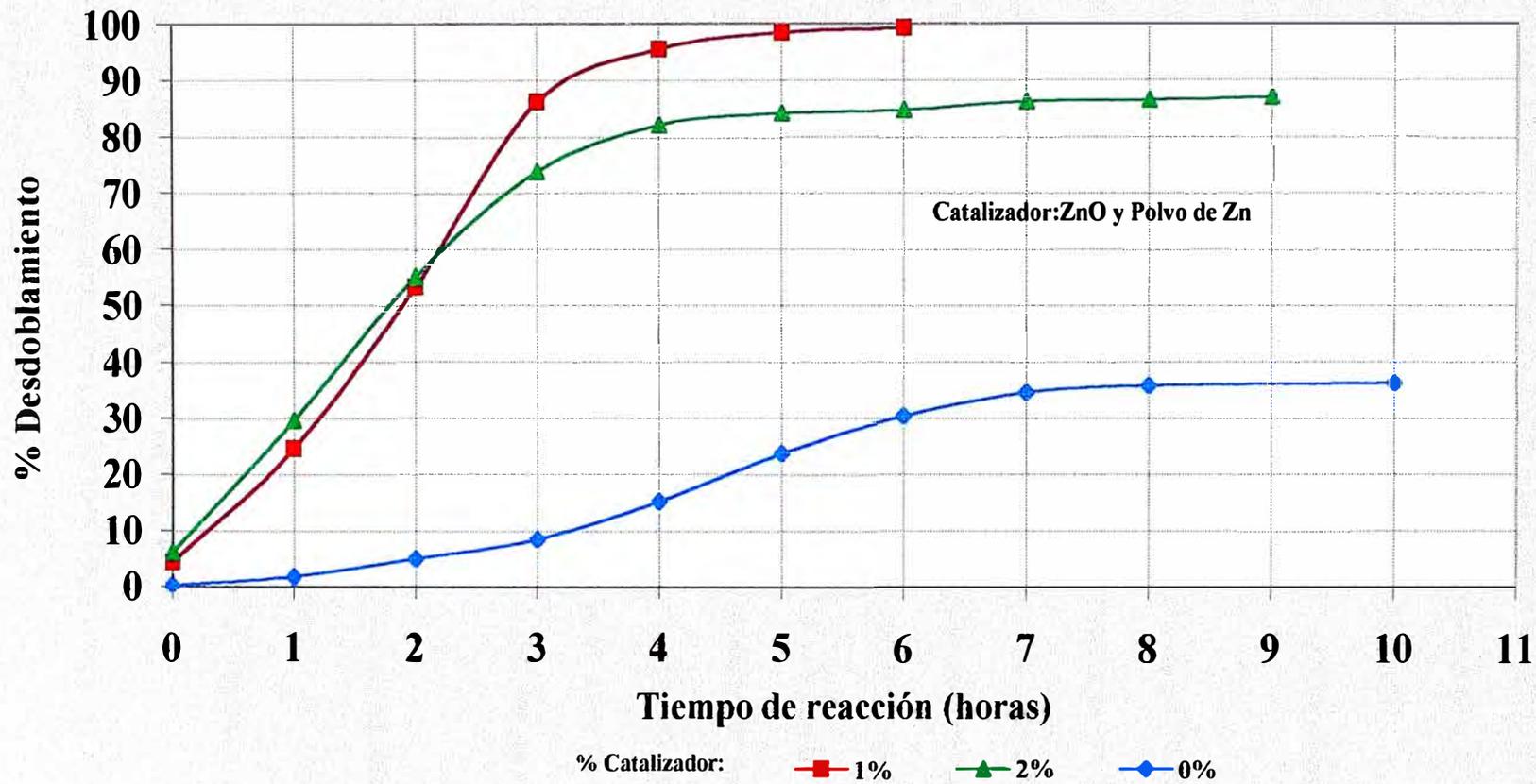
A partir de estos datos se realiza la gráfica N° 5, efecto del catalizador en la reacción.

En la cuarta prueba de hidrólisis, trabajando sin catalizador, se observa que el proceso de hidrólisis es muy lento, por consiguiente se efectúa la reposición de agua a la tercera hora, de tal forma de mantener la relación agua/grasa de 1:1; observándose que el desdoblamiento acelera sólo hasta la sexta hora, tiempo después se hace nuevamente lenta la hidrólisis.

En la quinta prueba de hidrólisis, trabajando con 1% de catalizador, se observa que la hidrólisis acelera hasta las dos primeras horas llegando a un grado de desdoblamiento de 53,3% tiempo después

GRAFICA N° 5

EFFECTO DEL CATALIZADOR EN LA REACCION (P = 6kgf/cm²)



desacelera, manteniendo casi constante el desdoblamiento. Por consiguiente se efectúa la reposición de agua después de la segunda hora. Luego de la reposición el desdoblamiento acelera significativamente hasta la tercera hora llegando a un desdoblamiento de 86,14% y a la sexta hora a un desdoblamiento de 99,32%.

En la sexta prueba de hidrólisis, trabajando con 2% de catalizador, se observa que la hidrólisis es mayor en las dos primeras horas en comparación con la quinta prueba, tiempo después empieza a mantenerse casi constante el desdoblamiento. Al igual que en la quinta prueba se efectúa la reposición de agua luego de la segunda hora. La hidrólisis acelera en las siguientes horas, llegando a la sexta hora a un 84,8% de desdoblamiento. El hecho de tener mayor catalizador sólo hace acelerar la hidrólisis en las primeras horas, pero luego la presencia de mayor catalizador hace que el zinc capture ácidos grasos libres formando mayor cantidad de jabones, desacelerando de esta forma la hidrólisis.

Al variar el porcentaje de catalizador, manteniendo constante los demás parámetros, se comprueba que utilizando el 1% de catalizador se optimiza los resultados de la prueba llegando a un grado de desdoblamiento de 99,32% en 6 horas.

Por consiguiente el porcentaje de catalizador óptimo será de 1% (0,7% de ZnO y 0,3% de polvo de Zn).

4.3.6 Parámetros óptimos de operación

Los parámetros óptimos de operación con los cuales se trabajará en la planta son los siguientes:

Cuadro N° 4-6

Parámetros de operación para el diseño de planta

Presión absoluta, kgf/cm ²	6
Catalizador, %	1 (0,7 ZnO y 0,3 polvo de Zn)
Peso de grasa neutra, g	1000
Relación agua/grasa	1:1 (con reposición de agua)
Tiempo de operación ^(a)	5 horas

(a) El tiempo de hidrólisis se considerará 5 horas, para llegar a un grado de desdoblamiento de 98,4%.

4.3.7 Cálculo del volumen de agua necesaria para generar vapor

Se determinará la cantidad de agua necesaria para generar vapor para alcanzar la presión de: 6 kgf/cm²

Volumen del tanque autoclave = 13,5 L

Masa de grasa = 1000 g

Densidad = 0,901 g/ml

Volumen de grasa = 1,11 L

Volumen de agua = 1 L

Volumen neto = Vol de autoclave – (Vol grasa + Vol de agua)

Volumen neto = 13,5 – (1,11 + 1) = 11,39 L = 0,01139 m³

Volumen específico líquido saturado(V_f) = 1,099 x 10⁻³ m³/kg

Volumen específico líquido-vapor saturado(V_{fg}) = 0,3419 m³/kg

Considerando que el agua adicional debe formar el vapor necesario para alcanzar la presión, se puede considerar que la calidad del vapor es igual a 1:

$$X = \frac{V_m - V_f}{V_g}$$

Donde :

X = calidad de vapor

V_m = Volumen específico total

Como X = 1 $\Rightarrow V_m = V_{fg} + V_f$

$$V_m = 0,32055 + 1,0997 \times 10^{-3} = 0,3217 \text{ m}^3/\text{kg}$$

Luego:

$$V_m = \text{Volumen neto/masa total}$$

$$\text{Masa total} = \text{Volumen neto}/V_m$$

$$\text{Masa total} = 0,01139/0,3217 = 0,03541 \text{ kg}$$

$$\text{Volumen de agua} = 0,03541 \text{ L} = 35,41 \text{ ml}$$

4.3.8 Cálculo del peso de catalizador utilizado

Para el cálculo de peso de catalizador se considera una mezcla de óxido de zinc y polvo zinc en proporción 7 a 3.

Para 1% de catalizador:

$$\text{Óxido de Zinc activado (Bayer)} = 0,7 \%$$

$$\text{Polvo de Zinc} = 0,3 \%$$

$$\text{Peso de ZnO} = 0,7 * 1000 \text{ g} / 100 = 7 \text{ g}$$

$$\text{Peso de Polvo de Zn} = 0,3 * 1000 \text{ g} / 100 = 3 \text{ g}$$

Para 2% de catalizador:

$$\text{Óxido de Zinc activado (Bayer)} = 1,4 \%$$

$$\text{Polvo de Zinc} = 0,6 \%$$

$$\text{Peso de ZnO} = 1,4 * 1000 \text{ g} / 100 = 14 \text{ g}$$

$$\text{Peso de Polvo de Zn} = 0,6 * 1000 \text{ g} / 100 = 6 \text{ g}$$

4.3.9 Determinación de la cantidad de jabón formado

Como se mencionó, los ácidos grasos productos de la hidrólisis son llevados a acidificación para descomponer las trazas de jabón formado por el catalizador usado.

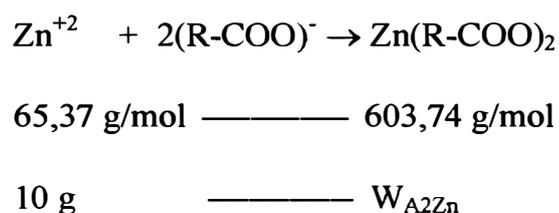
Para el proceso óptimo de desdoblamiento en autoclave se utiliza el 1% de catalizador.

Peso de grasa neutra = 1000 g

Peso de Zinc = 1% * 1000 g = 10 g

Puesto que los ácidos grasos libres forman jabones con el óxido de zinc durante la hidrólisis. Consideraremos por seguridad que todo el zinc reacciona. (Bailey A. "Aceites y Grasas Industriales" Pág. 622)

Luego, por estequiometría:



De donde: $W_{\text{A}_2\text{Zn}} = 10 * 603,74/65,37 = 92,36 \text{ g}$

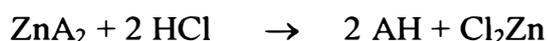
Como 1000 g de grasa neutra (W_{gn}) produce 92,36 g de jabón de zinc. Es decir:

$$W_{\text{A}_2\text{Zn}} = (92,36/1000) * W_{\text{gn}}$$

$$W_{\text{A}_2\text{Zn}} = 0,09236 W_{\text{gn}}$$

4.3.10 Determinación de la cantidad de HCl para la acidificación

El cálculo del HCl empleado se determina de la reacción principal en la descomposición de los jabones de zinc:



Donde : A : Ácidos grasos

$W_{\text{A}_2\text{Zn}}$: Peso del jabón de zinc (g)

W_{HCl} : Peso de HCl (g)

Por estequiometría:



$$603,74 \text{ g/mol} \text{ — } 2 * 36,5 \text{ g/mol}$$

$$W_{\text{A}_2\text{Zn}} \text{ — } W_{\text{HCl}}$$

$$W_{\text{HCl}} = (W_{\text{A}_2\text{Zn}} * 2 * 36,5) / 603,74$$

$$W_{\text{HCl}} = 0,121 M_{\text{A}_2\text{Zn}}$$

Por equilibrio químico:

$$W_{\text{HCl}} = N * V(l) * P_{\text{eq}}$$

$$P_{\text{eq}} = M_{\text{HCl}} / \theta = 36,5 / 1 = 36,5 \text{ g/mol}$$

$$W_{\text{HCl}} = N * V(l) * 36,5 \text{ g/mol}$$

Entonces:

$$0,121 W_{\text{A}_2\text{Zn}} = N * V * 36,5$$

Por lo tanto:

$$V(l) = 3,32 * 10^{-3} W_{\text{A}_2\text{Zn}} / N$$

$$V(\text{ml}) = 3,32 W_{\text{A}_2\text{Zn}} / N$$

Utilizando la cantidad de jabón formado, calculado en el acápite anterior. Entonces la cantidad necesaria de HCl para descomponer los jabones será:

$$W_{\text{A}_2\text{Zn}} = 0,09236 W_{\text{gn}}$$

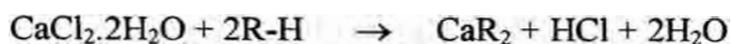
Entonces: $V(\text{ml}) = 3,32 * 0,09236 W_{\text{gn}} / N$

De donde: $V(\text{ml}) = 0,31 W_{\text{gn}} / N$

4.3.11 Determinación del peso de cloruro de calcio

Para determinar la cantidad de cloruro de calcio a emplear se titula las aguas glicerinosas con hidróxido de sodio.

De la reacción:



Donde:

M_A = Peso molecular del CaCl_2

M_B = Peso molecular del ácido graso

M_C = Peso molecular del $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Por número equivalente:

$$\# \text{ Eq-g ácidos grasos} = \# \text{ Eq-g base}$$

Además:

$$\# \text{ Eq-g base} = N * V \text{ (l)}$$

$$\# \text{ Eq-g a.g.} = W \text{ a.g.} / \text{Peq.} \Rightarrow W \text{ a.g.} / M_B = N * V \text{ (l)}$$

$$\therefore W \text{ a.g.} = N * M_B * V \text{ (l)}$$

Por estequiometría:

$$M_C \text{ ——— } 2 M_B$$

$$W_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \text{ ——— } N * \text{Vol (l)} * M_B$$

$$\therefore W_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{N * M_C * \text{Vol (l)}}{2}$$

Reemplazando:

$$W_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{0,05 * 147,026 * 0,0012}{2}$$

$$W_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0,00441078 \text{ g}$$

Nota: Este peso es la cantidad necesaria para 100 ml de mezcla agua-glicerina.

4.4 Purificación de los Acidos Grasos

4.4.1 Obtención del Acido Esteárico

Terminada la hidrólisis, se procede a separar la fase acuosa de los ácidos grasos.

Los ácidos grasos son sometidos a un lavado con agua, de manera de eliminar la glicerina y el reductor remanente.

A continuación, se mezcla los ácidos grasos con HCl 0,5 N, y se somete a ebullición moderada con agitación por espacio de 1 hora, con la finalidad de descomponer los jabones de zinc formados. Se evita una ebullición demasiado prolongada y una excesiva concentración del ácido para que no sufra detrimento el color claro del ácido graso.

Una vez acidificado los ácidos grasos, se cristaliza con alcohol etílico caliente, en proporción de ácidos grasos a alcohol, de 1 a 1, y se refrigera a 17 °C, en este momento precipita en forma de aguja el ácido esteárico, quedando en estado líquido el ácido oleico y la solución alcohólica que posteriormente se purifica. El ácido esteárico precipitado, se filtra y se seca para eliminar las trazas de alcohol remanente. El ácido esteárico así obtenido tiene apariencia de pequeños cristales blancos nacarados y brillantes.

4.4.2 Obtención del Acido Oleico

El ácido oleico remanente del proceso de cristalización del ácido esteárico, se somete a enfriamiento a 4°C, dejándolo por espacio de 24 horas. El ácido oleico así se solidifica en una masa blanca, brillante, la cual una vez solidificada, se separa por filtración de la solución alcohólica. Este ácido oleico permanece sólido aún a 14°C.

4.5 Purificación de la Glicerina

La fase acuosa procedente de la grasa de carnero en el reactor no contiene ácidos minerales y necesita muy poco esfuerzo para purificarlos.

El proceso de purificación que se sigue es el siguiente:

Decantación: Terminado el proceso de hidrólisis, se separa la fase acuosa de la torta fría de ácidos grasos. El líquido se separa de las trazas de sólidos sedimentados mediante decantación.

Precipitación: Los ácidos grasos remanentes que pudieran quedar en la fase acuosa, se precipita con cloruro de calcio dihidratado ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Filtración: La fase acuosa provenientes del tratado con cloruro de calcio, se filtra en vacío. Obteniéndose así una solución limpia, lista para la evaporación.

Evaporación: Se emplea un equipo de amplia área de evaporación para reducir el tiempo de operación, de modo de obtener la glicerina concentrada de la fase acuosa del autoclave. El porcentaje de recuperación es 10,77% respecto de la grasa.

Cuadro N° 4-7

Resultado de titulación

Volumen de fase acuosa (ml)	Normalidad del NaOH	Volumen de NaOH (ml)
100	0,05	1,1
100	0,05	1,3
100	0,05	1,2
Promedio		1,2

Nota: Este resultado nos indica que la presencia de ácidos grasos en la fase acuosa, es casi despreciable.

4.6 Resultados de operación

El ácido esteárico producto de la cristalización, se presenta en forma de escamas, de color blanco nacarado, brillante, insoluble en el agua.

En el cuadro siguiente se muestra las propiedades de este producto:

Cuadro N° 4-8

Propiedades del ácido esteárico obtenido

Características	Límites
Punto de fusión (Titer), °C	63,5
Índice de acidez	210-220
Materia insaponificable, %	0,15
Humedad, %	0,40
Composición aproximada	
- Acido esteárico, %	70-75
- Acido palmítico, %	25-30

El ácido oleico obtenido es líquido a temperatura ambiente es de color amarillo, se solidifica por enfriamiento en una masa blanca, brillante la cual una vez solidificada permanece así aun a 14°C, es inodoro e insípido.

Cuadro N° 4-9

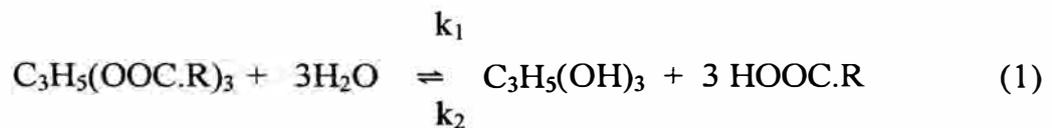
Propiedades del ácido oleico obtenido

Características	Límites
Punto de solidificación, °C	4
Materia insaponificable, %	0,20
Humedad, %	0,40

V. ESTUDIO CINETICO DE LA REACCION

5.1 Diseño del modelo cinético

La hidrólisis se llevará a cabo en un reactor batch, considerando que se realiza una reacción líquido-líquido (grasa líquida-agua).



Para la hidrólisis se debe considerar lo siguiente:

- El componente t (triglicérido) está presente en la fase 1 (grasa líquida), donde la reacción 1 ocurre, mientras que el producto g (glicerina) está distribuido en la fase 1 y fase 2 (agua) tal que se cumple en el equilibrio la siguiente ecuación:

$$y_g = m * x_g \quad (2)$$

Donde :

y_g = fracción de glicerina en el agua.

x_g = fracción de glicerina en la grasa líquida

m = coeficiente de distribución

- El componente t no tiene solubilidad en la fase 2, y la fase 1 y 2 son inmiscibles.
- La masa y la densidad de cada fase permanece constante durante la reacción.
- El modelo de la reacción y la hidrólisis de la grasa son equivalentes. Así, t se puede asumir que representa a los triglicéridos y g representa

a la glicerina. El nivel inicial de t en la fase 1 (x_{t0}). También para este modelo cinético la relación de pesos moleculares M_t/M_g es obviamente constante. Por consiguiente la fracción de conversión o desdoblamiento de la grasa está relacionada con el índice de acidez y el índice de saponificación.

$$X = \frac{IA - IA_0}{IS - IA_0} \quad (3)$$

También para cada mol de glicerina producida, se producen 3 moles de ácidos grasos. De ahí que la productividad, P_a , puede ser determinada de la productividad g por la siguiente relación:

$$P_a = f * P_g \quad (4)$$

Donde f es 3 veces la relación de pesos moleculares de ácidos grasos y glicerina.

El balance para el triglicérido (t) en el reactor batch está dado por la siguiente ecuación diferencial:

$$-r_t = -\frac{dC_t}{dt} = k_1 C_t - k_2 C_g$$

Entonces:

$$r_t = \frac{dC_t}{dt} = k_2 C_g - k_1 C_t \quad (5)$$

El balance de la glicerina en ambas fases esta dado por:

$$(Lx_{t0}/M_t)X + (Lx_{g0}/M_g) + (Gy_{g0}/M_g) = (Lx_g/M_g) + (Gy_g/M_g)$$

Donde:

L = Masa de grasa

G = Masa de agua

x_{t0} = Fracción de triglicérido inicial en la grasa

M_t = Peso molecular del triglicérido

X = Fracción de conversión de ácidos grasos

x_{g0} = Fracción de glicerina inicial en la grasa

M_g = Peso molecular de la glicerina

y_{g0} = Fracción glicerina inicial en el agua

x_g = Fracción de glicerina en la grasa

y_g = Fracción de glicerina en el agua

Usando la ecuación 2 para y_g del balance de glicerina resulta:

$$(Lx_{t0}/M_t)X + (Lx_{g0}/M_g) + (Gy_{g0}/M_g) = (Lx_g/M_g) + (Gm/M_g)$$

Factorizando x_g :

$$(Lx_{t0}/M_t)X + (Lx_{g0}/M_g) + (Gy_{g0}/M_g) = x_g(L/M_g) + (Gm/M_g)$$

Despejando x_g :

$$x_g = \frac{(Lx_{t0}/M_t)}{[(L/M_g) + (Gm/M_g)]} X + \frac{(Lx_{g0}/M_g) + (Gy_{g0}/M_g)}{[(L/M_g) + (Gm/M_g)]}$$

$$x_g = (x_{t0}M_g/M_t) \frac{L}{[L + mG]} X + \frac{(Lx_{g0} + Gy_{g0})}{[L + mG]}$$

$$x_g = \frac{[1/(1+mG/L)]}{[M_t/(M_g x_{t0})]} X + [1/(1+mG/L)] x_{g0} + [1/(1+mG/L)] (Gy_{g0}/L)$$

$$\text{Si: } A = 1/(1+mG/L)$$

$$D = M_t/(M_g x_{t0})$$

Entonces la expresión anterior quedará reducida a:

$$x_g = (A/D) X + Ax_{g0} + A(Gy_{g0}/L)$$

$$x_g = (A/D) X + A(x_{g0} + y_{g0}G/L)$$

$$\text{Si : } B = A(x_{g0} + y_{g0}G/L)$$

Entonces :

$$x_g = (A/D) X + B \quad (6)$$

De la reacción estequiométrica:

$$C_{t0} = C_t + C_{t0} X$$

$$C_t = C_{t0}(1-X) \quad (7)$$

Puesto que la densidad y masa permanecen constantes para la glicerina y el triglicerido. Se tiene que para cualquier componente i.

$$C_i = \rho_i x_i / M_i$$

Por lo tanto:

$$C_g = \rho_1 x_g / M_g \quad (8)$$

Donde:

C_g = Concentración de la glicerina

ρ_1 = Densidad de la grasa

x_g = Fracción de glicerina en la grasa

M_g = Peso molecular de la glicerina

Sustituyendo C_g y C_t en términos de X en la ecuación 5, se tiene:

$$\frac{d(C_{t0} - C_{t0}X)}{dt} = (k_2\rho_1x_g/M_g) - k_1C_{t0}(1-X)$$

$$- C_{t0} \frac{dX}{dt} = (k_2\rho_1/M_g)[(A/D)X+B] - k_1C_{t0}(1-X)$$

Dividiendo la expresión anterior por $-C_{t0}$:

$$\frac{dX}{dt} = - \frac{k_2\rho_1}{M_gC_{t0}} (A/D)X - \frac{k_2\rho_1}{M_gC_{t0}} B + k_1(1-X)$$

$$\frac{dX}{dt} = - k_1X - \frac{k_2\rho_1}{M_gC_{t0}} (A/D)X + k_1 - \frac{k_2\rho_1}{M_gC_{t0}}$$

$$\frac{dX}{dt} = k_1 \left[1 - \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}k_1/k_2} B \right] - k_1 \left[1 + \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}k_1/k_2} (A/D) \right] X$$

$$\frac{dX}{dt} = k_1 \left\{ \left[1 - \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}k_1/k_2} B \right] - \left[1 + \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}k_1/k_2} (A/D) \right] X \right\}$$

Puesto : $K = k_1/k_2$

$$\frac{dX}{dt} = k_1 \left\{ \left[1 - \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}K} B \right] - \left[1 + \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}K} (A/D) \right] X \right\}$$

Además: $C_{t0} = \rho_{t0}/M_t$

$$\text{entonces: } \frac{\rho_1}{M_gC_{t0}} = \frac{\rho_1}{M_g\rho_{t0}/M_t} = \frac{M_t}{M_g\rho_{t0}/\rho_1} = \frac{M_t}{M_gx_{t0}}$$

haciendo: $D = M_t/(M_gx_{t0})$ y reemplazando en la ecuación anterior:

$$\frac{dX}{dt} = k_1 \{ [1 - DB/K] - [1 + DA/D]X \}$$

Por consiguiente se reduce a la siguiente ecuación (9):

$$\boxed{\frac{dX}{dt} = k_1 * (F - EX)}$$

Donde:

$$F = 1 - DB/K$$

$$E = 1 + A/K$$

Integrando la ecuación diferencial (9).

$$\frac{dX}{(F - EX)} = k_1 dt$$

$$\frac{dX}{F(1-EX/F)} = k_1 dt$$

Se tiene:

$$1 - \frac{E}{F} X = \exp(-Ek_1 t)$$

Despejando X, se tiene el modelo cinético de reacción :

$$\boxed{X = (F / E) * [1 - \exp(-Ek_1 t)]} \quad (10)$$

Como el producto glicerina no se disuelve en la fase 1 bajo condiciones ambientales, entonces la fracción de masa de glicerina corregida en la fase 2 a condiciones ambientales, lo hallamos por el balance de masa.

Masa glicerina al final = Masa glicerina producida
T° ambiente en el reactor

$$\begin{array}{ccccccc} \text{Masa glicerina} & + & \text{Masa glicerina} & = & \text{Masa glicerina} & + & \text{Masa glicerina} \\ \text{en la grasa inicial} & & \text{en el agua} & & \text{grasa reactor} & & \text{agua reactor} \end{array}$$

Como:

$$\text{Masa glicerina en la grasa inicial} = 0$$

Entonces:

$$\tilde{Y}_g G = x_g L + G y_g$$

Donde:

\tilde{Y}_g = Fracción de glicerina en el agua a condiciones ambientales.

$$\tilde{y}_g = x_g L/G + y_g$$

Además: $y_g = m x_g$

$$\tilde{y}_g = y_g L/mG + y_g$$

$$\tilde{y}_g = (y_g L/mG) * (1 + mG/L)$$

Pero: $A = 1/(1+mG/L) \Rightarrow 1/A = (1+mG/L)$

Reemplazando $1/A$ en la ecuación anterior:

$$\tilde{y}_g = y_g / (A m G / L) \quad (11)$$

Si definimos ϕ como el flujo volumétrico de grasa en el reactor:

$$\phi = V_L / V_{\text{Total}} = V_L / (V_L + V_G)$$

Donde:

$$V_L = \text{Volumen de grasa neutra}$$

$$V_G = \text{Volumen de agua}$$

Además se sabe: $V_G = G \rho_1$ y $V_L = L \rho_2$

Reemplazando en la ecuación anterior:

$$\phi = 1 / (1 + V_G / V_L)$$

$$\phi = 1 / [1 + (G/L)(\rho_1/\rho_2)] \quad (12)$$

Entonces la productividad de la glicerina P_g definida como la cantidad de glicerina producida en el reactor por volumen y tiempo, se puede determinar por:

$$P_g = \text{Masa glicerina} / (V_{\text{total}} * t)$$

Se sabe:

$$\text{Masa glicerina} = y_g G$$

$$V_{\text{total}} = V_L / \phi \quad \text{y} \quad V_L = L / \rho_1$$

Reemplazando en P_g :

$$P_g = y_g G / (V_L t / \phi) \Rightarrow P_g = y_g \phi G / (L t / \rho_1)$$

Por lo tanto:

$$P_g = y_g \phi \rho_1 (G/L) / t \quad (13)$$

Además:

$$P_a = f \cdot P_g$$

Donde:

$$P_a = \text{Productividad de ácidos grasos}$$

$$f = 3 M_T / M_G$$

Entonces reemplazando P_g en la ecuación anterior se determina P_a :

$$P_a = 3 y_g \phi \rho_1 (M_T / M_G) (G/L) / t \quad (14)$$

5.2 Estimación de parámetros del modelo cinético

El modelo cinético descrito en la ecuación (9), involucra los parámetros k_1 , K y m .

$$\frac{dX}{dt} = k_1 (F - EX)$$

La estimación de estos parámetros se determinan utilizando los datos experimentales de hidrólisis con la ayuda de una técnica de regresión no lineal.

Así utilizaremos el Programa de Regresión No Lineal (NRL) Main.bas, mediante el algoritmo de Marquardt, el cual utiliza una técnica de interpolación para combinar los métodos de Gauss-Newton por Steepest descent, este programa ajustará un grupo de ecuaciones diferenciales o algebraicas utilizando los datos experimentales para determinar el número de parámetros desconocidos.

A través de una serie de menú se ingresa en el programa el modelo cinético, sus ecuaciones variacionales, la constante de regresión y los datos experimentales.

El modelo cinético y las ecuaciones variacionales deben estrictamente ingresarse en la forma siguiente:

$$G(i) = f [x, Y(1), Y(2), \dots, Y(n), B(1), B(2) \dots]$$

Donde:

$$G(i) = \text{derivadas } dy(i)/dx$$

x = variable independiente

F[] = funciones a ser integradas

B() = parámetros a ser determinados

$$\frac{dX}{dt} = k_1 (F - EX)$$

Se determina sus derivadas parciales:

$$\frac{d(dX/dk_1)}{dt} = -k_1 E \frac{dx}{dk_1} + (F - EX)$$

$$\frac{d(dX/dF)}{dt} = -k_1 E \frac{dx}{dF} + k_1$$

$$\frac{d(dX/dE)}{dt} = -k_1 E \frac{dx}{dE} - k_1 X$$

De donde llevando el modelo cinético y sus derivadas parciales a la forma requerida por el programa de regresión no lineal se tendrá que los parámetros son los siguientes:

$$B(1) = k_1 \quad B(2) = E \quad B(3) = F \quad Y(1) = X$$

Efectuando la corrida del programa con el modelo cinético, sus derivadas parciales y los datos experimentales de $X = (IA - IA_0)/(IS - IA_0)$

Cuadro N° 5-1

Resultado del programa de regresión no lineal

Tiempo	X Experimental	X Calculado	Error
0	0	0	0
1	0,210971280	0,45690	-0,24593
2	0,511956972	0,69416	-0,18220
3	0,855136921	0,81737	0,03777
4	0,953590185	0,88135	0,07224
5	0,983126164	0,91458	0,06855
6	0,992971491	0,93183	0,06114

La gráfica N° 6, representa la curva del porcentaje de desdoblamiento calculado y experimental según el programa de regresión no lineal.

Los parámetros del modelo cinético se determinan a partir de la ejecución del programa:

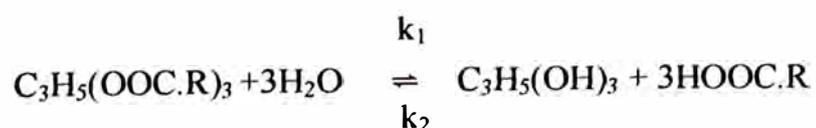
$$B(1) = 0,061787$$

$$B(2) = 1,060557$$

$$B(3) = 1,008031$$

Nota: La corrida completa del programa se muestra en el apéndice.

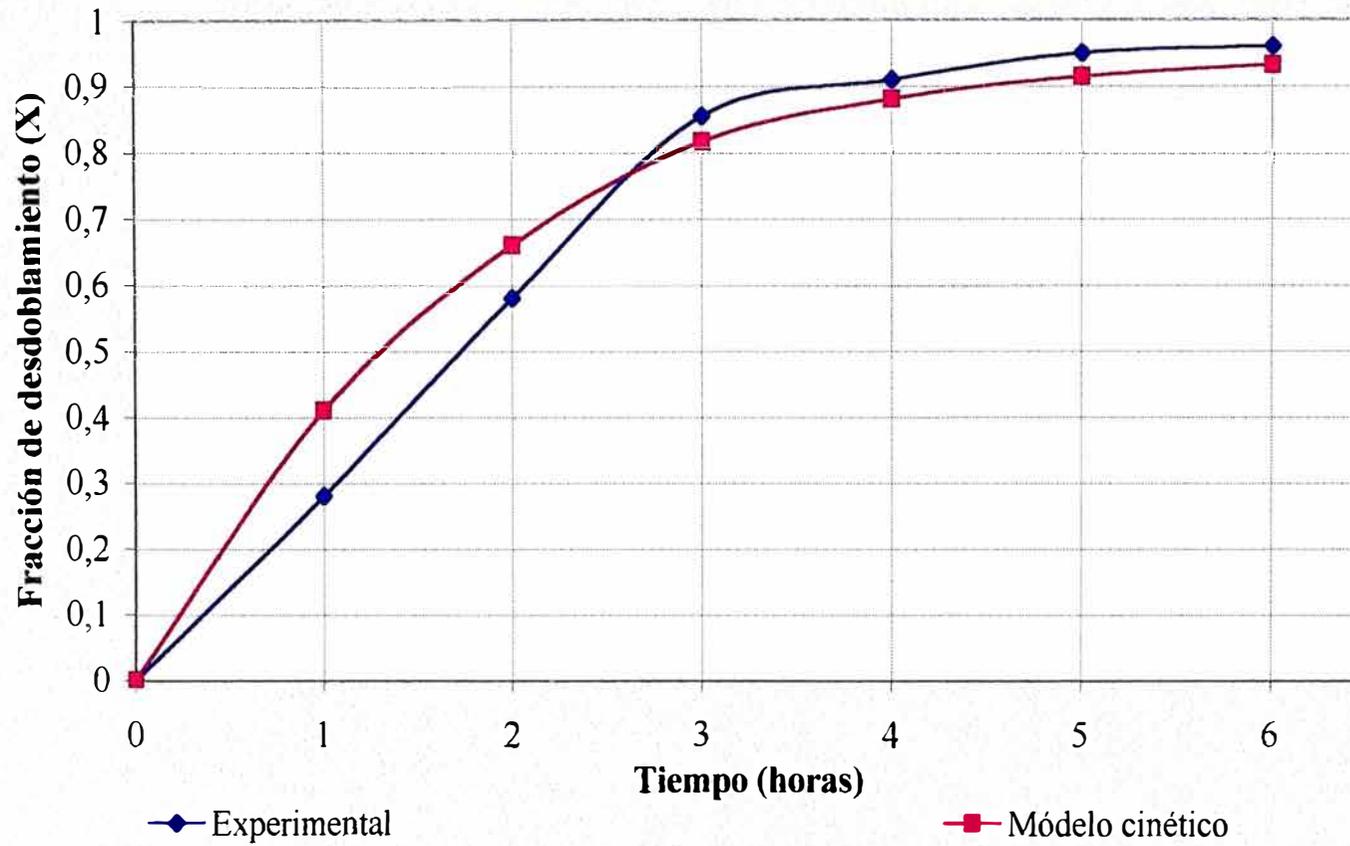
Determinación de la constante de equilibrio K:



GRAFICA N° 6

RESULTADO DEL PROGRAMA DE REGRESION NO LINEAL

P= 6 kgf/cm², % Catalizador 1%, Agua/grasa 1:1 (con reposición)



De la reacción, por equilibrio químico se determina:

$$\#Eq\text{-base} = \#Eq\text{-ac. grasos}$$

$$\#Eq\text{-ac. grasos} = W * Valencia/PM$$

Igualando las dos relaciones se tiene el peso de ácidos grasos:

$$W = \# Eq\text{-base} * PM / Valencia$$

Como se sabe la hidrólisis óptima de operación es aquella que trabaja a una presión absoluta de 6 kgf/cm², trabajando con 1000 g de grasa, 1000 g de agua con reposición a igual volumen (relación final agua/grasa de 2:1), y con 1 % de catalizador (0,7% de óxido de zinc y 0,3% de polvo de zinc).

Trabajando con una muestra de 4 g de grasa neutra desdoblada a diferentes tiempos y determinando los ácidos grasos libres mediante titulación con hidróxido de sodio 0,2 N. Se obtienen los siguientes resultados:

Cuadro N° 5-2

Determinación del # Eq- base y Peso de Acidos Grasos

Tiempo (h)	NaOH Vol. (ml)	#Eq-base N*V(l)	Peso Acidos Grasos (g)	% Composición
0	3,2	0,00064	0,1722752	4,31
1	18,2	0,00364	0,9798152	24,50
2	39,6	0,00792	2,1319056	53,30
3	64,0	0,01280	3,4455040	86,14
4	71,0	0,01420	3,8223560	95,56
5	73,1	0,01462	3,9354116	98,39
6	73,8	0,01476	3,9730968	99,33

Nota: Estos cálculos se realizaron en base a una muestra de 4 g, tomadas en intervalos de 1 hora.

Cuadro N° 5-3

Determinación del número de moles durante la hidrólisis

Tiempo (horas)	Moles de Triglicérido	Moles Acidos-grasos	Moles Glicerina	Moles Agua reacc.
0	0,000213	0,00064	0,000213	0,00064
1	0,001213	0,00364	0,001213	0,00364
2	0,002640	0,00792	0,002640	0,00792
3	0,004267	0,01280	0,004267	0,01280
4	0,004733	0,01420	0,004733	0,01420
5	0,004873	0,01462	0,004873	0,01462
6	0,004920	0,01476	0,004920	0,01476

Cuadro N° 5-4

Determinación del número de moles en el equilibrio

Componente	Moles iniciales	Moles finales	Moles equilibrio
Triglicérido	0,004929	0,004920	$9,0 \times 10^{-6}$
Agua	0,222222	0,014760	$2,07 \times 10^{-1}$
Glicerina	0	0,004920	$4,92 \times 10^{-3}$
Acidos Grasos	0,002606	0,014760	$1,73 \times 10^{-2}$

Por consiguiente, la constante de equilibrio será:

$$K = \frac{[C_{\text{glicerina}}][C_{\text{ac-grasos}}]^3}{[C_{\text{trigliceridos}}][C_{\text{agua}}]^3}$$

Además:

$$\text{Concentración} = \text{Moles/Volumen total}$$

Como el volumen total es el mismo la constante de equilibrio queda reducida en función al número de moles:

$$K = \frac{n_{\text{glicerina}} \cdot n_{\text{ac-grasos}}^3}{n_{\text{triglicérido}} \cdot n_{\text{agua}}^3}$$

Reemplazando valores:

$$K = \frac{(4,92 \times 10^{-3}) \cdot (1,73 \times 10^{-2})^3}{(9,0 \times 10^{-6}) \cdot (2,07 \times 10^{-1})^3}$$

De donde: $K = 0,32$

Determinación del coeficiente de distribución en el equilibrio (m):

Por regresión no lineal del modelo cinético se encontró los valores de los siguientes parámetros:

$$B(1) = 0,617872 \Rightarrow k_1$$

$$B(2) = 1,060557 \Rightarrow E$$

$$B(3) = 1,008031 \Rightarrow F$$

Se sabe:

$$E = 1 + A/K$$

$$A = 1/(1+mG/L)$$

Reemplazando valores de K y E

$$A = K(E-1) = 0,32 \cdot (1,060557-1)$$

$$A = 0,01937824$$

Ademas la relación $G/L = 1$

$$m = 1/A - 1 = (1/0,0194)-1$$

$$m = 50,5$$

Por consiguiente reemplazando los valores de F, E, k_1 en la ecuación (10):

$$X = 0,95047 * [1 - \exp(-0,655288 * t)]$$

VI. ESTUDIO DE MERCADO

6.1 Introducción

Los camales de Lima Metropolitana de donde procede la materia prima son:

Callao	Garagay
Moderno	Chilca
Yerbateros	Chosica
Conchucos	Chaclacayo
La Molina	

6.2 Producción de Grasa en Lima Metropolitana

La cantidad de grasa producida por año de los camales de Lima se muestra en el siguiente cuadro:

Cuadro N° 6-1

Producción de grasa en Lima Metropolitana ^(a)

Año	Miles de T.M.
1990	1,5
1991	1,4
1992	1,4
1993	1,4
1994	1,4
1995	1,4
1996	1,5
1997	1,7
1998	1,8

(a) Indicadores económicos, MINAG-OIA

En la gráfica N° 7, se muestra la producción en Lima Metropolitana desde el año 1990 hasta el año 1998.

6.3 Pronóstico de la Producción de Grasa para el año 2000

La producción de grasa para el año 2000, se calcula en base a datos estadísticos, utilizando el método lineal.

El método lineal consiste en ajustar una serie de datos estadísticos a la ecuación de una recta:

$$Y_i = A + B * X_i$$

Donde:

$$\hat{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i}{n} = 1,5$$

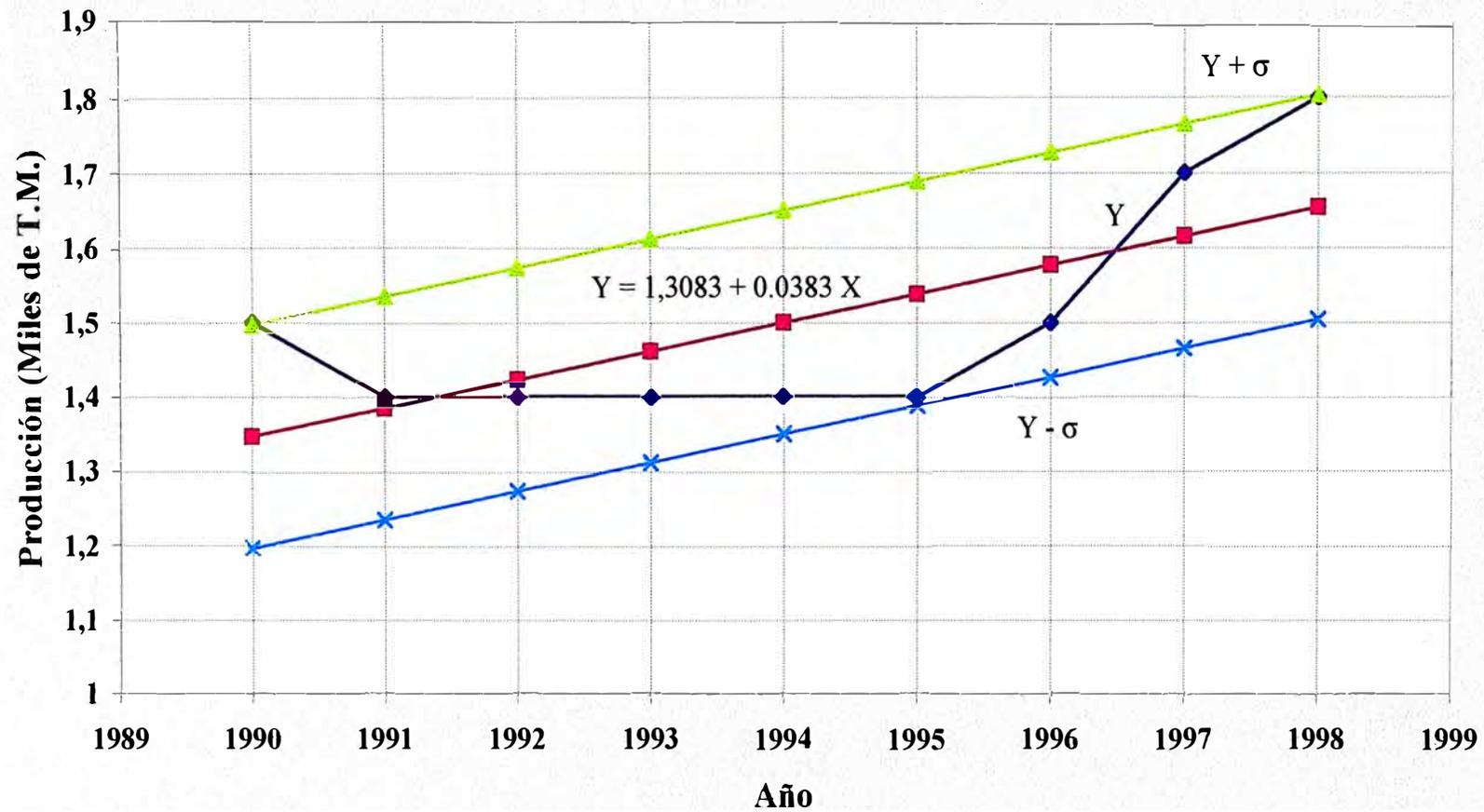
$$\hat{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} = 5,0$$

$$B = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i * Y_i) - \sum_{i=1}^n X_i * \sum_{i=1}^n Y_i}{n * \sum_{i=1}^n X_i^2 - (\sum_{i=1}^n X_i)^2}$$

$$A = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i - B * \sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

GRAFICA N° 7

PRODUCCION DE GRASA EN LIMA METROPOLITANA



Cuadro N° 6-2

Estimación de variables para la regresión lineal

Año X_i	Producción Y_i	$X_i * Y_i$	X_i^2	$Y_i - \hat{Y}$	$(Y_i - \hat{Y})^2$
1	1,5	1,50	1	0,00	0,00
2	1,4	2,80	4	-0,10	0,01
3	1,4	4,20	9	-0,10	0,01
4	1,4	5,60	16	-0,10	0,01
5	1,4	7,00	25	-0,10	0,01
6	1,4	8,40	36	-0,10	0,01
7	1,5	10,50	49	0,00	0,00
8	1,7	13,60	64	0,20	0,04
9	1,8	16,20	81	0,30	0,09
ΣX_i	ΣY_i	$\Sigma X_i * Y_i$	ΣX_i^2	$\Sigma Y_i - \hat{Y}$	$\Sigma (Y_i - \hat{Y})^2$
45	13,5	69,80	285	0	0,18

Por regresión lineal se obtiene la siguiente ecuación:

$$Y_i = 1,3083 + 0,0383 * X_i$$

Error de pronóstico:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y})^2}{n-1}} = 0,15$$

Para un nivel de confianza del 68% ($Y_i + \sigma$)

Para $i = 11$ (año 2000)

$$Y_{11} = 1,3083 + 0,0383 * X_{11}$$

Como: $X_{11} = 11$

$$Y_{11} = 1,7296 \text{ miles de T.M./año}$$

$$Y_{11} + \sigma = 1,8796$$

$$Y_{11} - \sigma = 1,5796$$

Pronóstico optimista de la producción de grasa para el año 2000:

$$\text{Producción} = 1,8796 \text{ miles de T.M./año}$$

6.4 Demanda de Acido Esteárico por parte de la Industria Nacional

Cuadro N° 6-3

Demanda de ácido esteárico a nivel nacional ^(a)

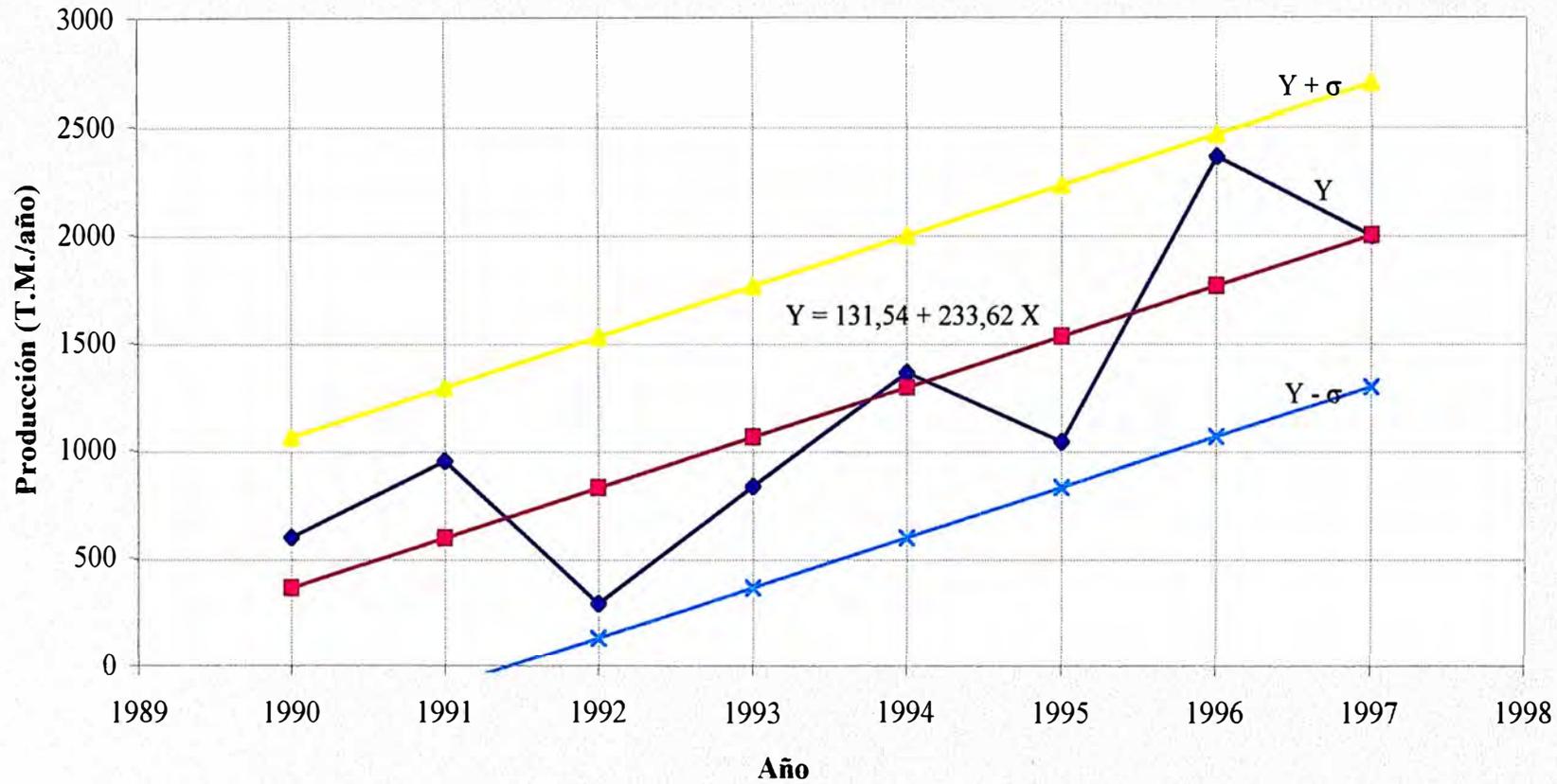
Año	T.M.
1990	599,43
1991	954,99
1992	293,69
1993	840,21
1994	1365,96
1995	1045,42
1996	2363,63
1997	1999,45

(a) Indicadores económicos, JUNAC-SUNAD

En la gráfica N° 8, se muestra la demanda del ácido esteárico por parte de la industria Nacional.

GRAFICA N °8

DEMANDA DE ACIDO ESTEARICO A NIVEL NACIONAL



6.5 Pronóstico de la Demanda de Acido Esteárico para el año 2000

La demanda de ácido esteárico para el año 2000, se calcula en base a datos estadísticos, utilizando el método lineal.

$$Y_i = A + B * X_i$$

Además:

$$\hat{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i}{n} = 1051,42$$

$$\hat{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} = 4,5$$

$$B = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i * Y_i) - \sum_{i=1}^n X_i * \sum_{i=1}^n Y_i}{n * \sum_{i=1}^n X_i^2 - (\sum_{i=1}^n X_i)^2}$$

$$A = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i - B * \sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

Cuadro N° 6-4

Estimación de variables para la regresión lineal

Año X_i	Producción Y_i	$X_i * Y_i$	X_i^2	$Y_i - \hat{Y}$	$(Y_i - \hat{Y})^2$
1	599,43	599,43	1	-583,42	340376,95
2	954,99	1909,97	4	-227,86	51919,42
3	293,69	881,06	9	-889,16	790602,54
4	840,21	3360,83	16	-342,64	117401,03
5	1365,96	6829,80	25	183,12	33531,10
6	1045,42	6272,52	36	-137,43	18885,63
7	2363,63	16545,39	49	1180,78	1394245,34
8	1999,45	15995,57	64	816,60	666838,28
ΣX_i	ΣY_i	$\Sigma X_i * Y_i$	ΣX_i^2	$\Sigma Y_i - \hat{Y}$	$\Sigma (Y_i - \hat{Y})^2$
36	9462,76	52394,57	204	0	341800,30

Por regresión lineal se obtiene la siguiente ecuación:

$$Y_i = 131,54 + 233,62 * X_i$$

Error de pronóstico:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y})^2}{n-1}} = 698,35$$

Para un nivel de confianza del 68% ($Y_i + \sigma$)

Para $i = 11$ (año 2000)

$$Y_{11} = 131,54 + 233,62 * X_{11}$$

Como: $X_{11} = 11$

$$Y_{11} = 2701,36 \text{ T.M./año}$$

$$Y_{11} + \sigma = 3399,71 \text{ T.M./año}$$

$$Y_{11} - \sigma = 2003,01 \text{ T.M./año}$$

Pronóstico optimista para el año 2000:

$$\text{Producción} = 3399,71 \text{ T.M./año}$$

6.6 Demanda proyectada para 10 años de operación

Cuadro N° 6-5

Demanda de ácido esteárico para 10 años

Año X_i	Producción Y_i	$Y_i + \sigma$	$Y_i - \sigma$
2000	2701,36	3399,71	2003,01
2001	2934,98	3633,33	2236,63
2002	3168,60	38166,95	2470,25
2003	3402,22	4100,57	2703,87
2004	3635,84	4334,19	2937,49
2005	3869,46	4567,81	3171,11
2006	4103,08	4801,43	3404,73
2007	4336,70	5035,05	3638,35
2008	4570,32	5268,67	3871,97
2009	4803,94	5502,29	4105,59

En la gráfica N° 9, se muestra la demanda proyectada para 10 años de operación de la planta, desde el año 2000 al 2009.

GRAFICA N° 9

PRONOSTICO DE LA DEMANDA DE ACIDO ESTEARICO PARA 10 AÑOS

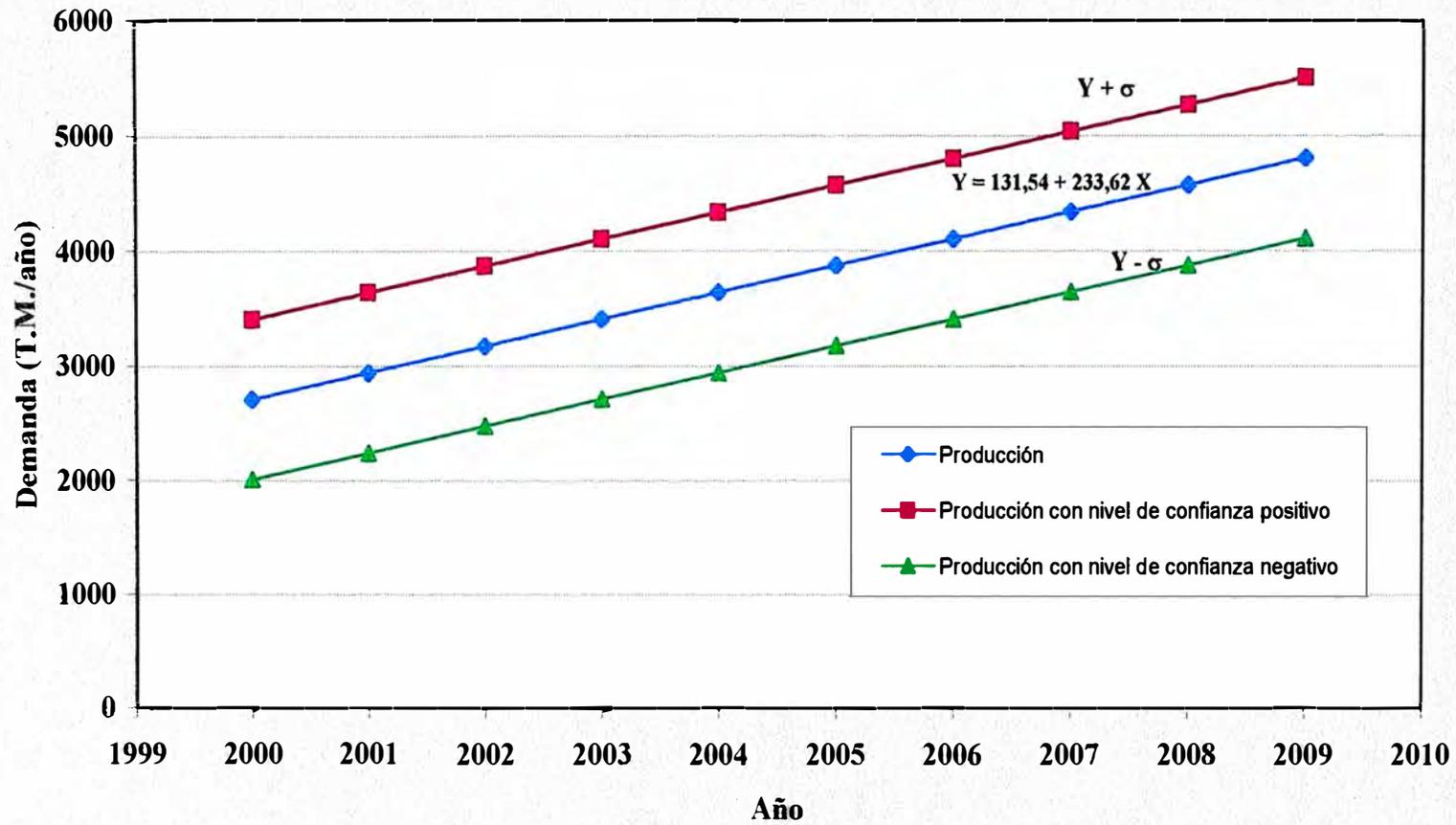


Fig. 7-A

DIAGRAMA DE FLUJO DE LA PLANTA DE ACIDO ESTEARICO

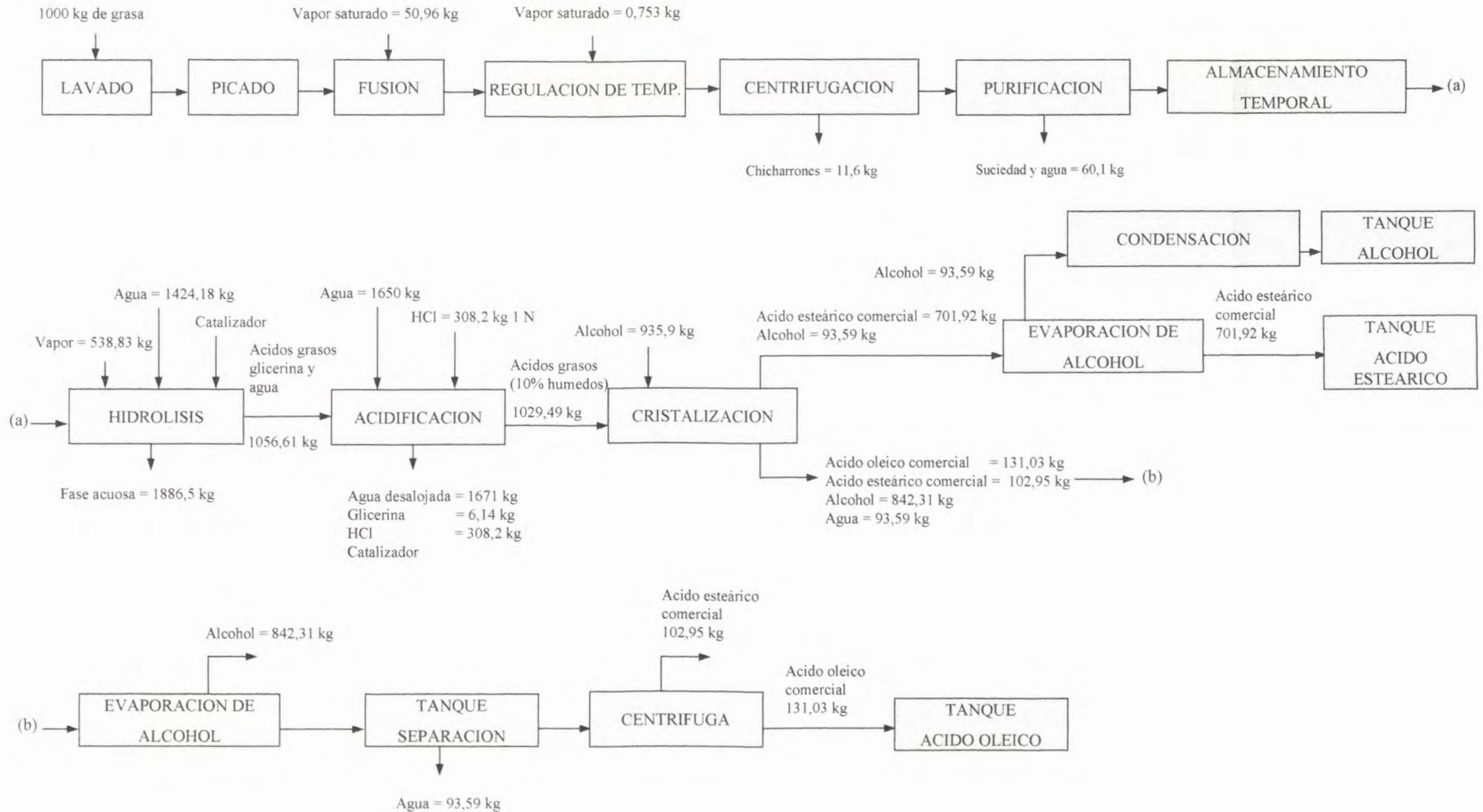
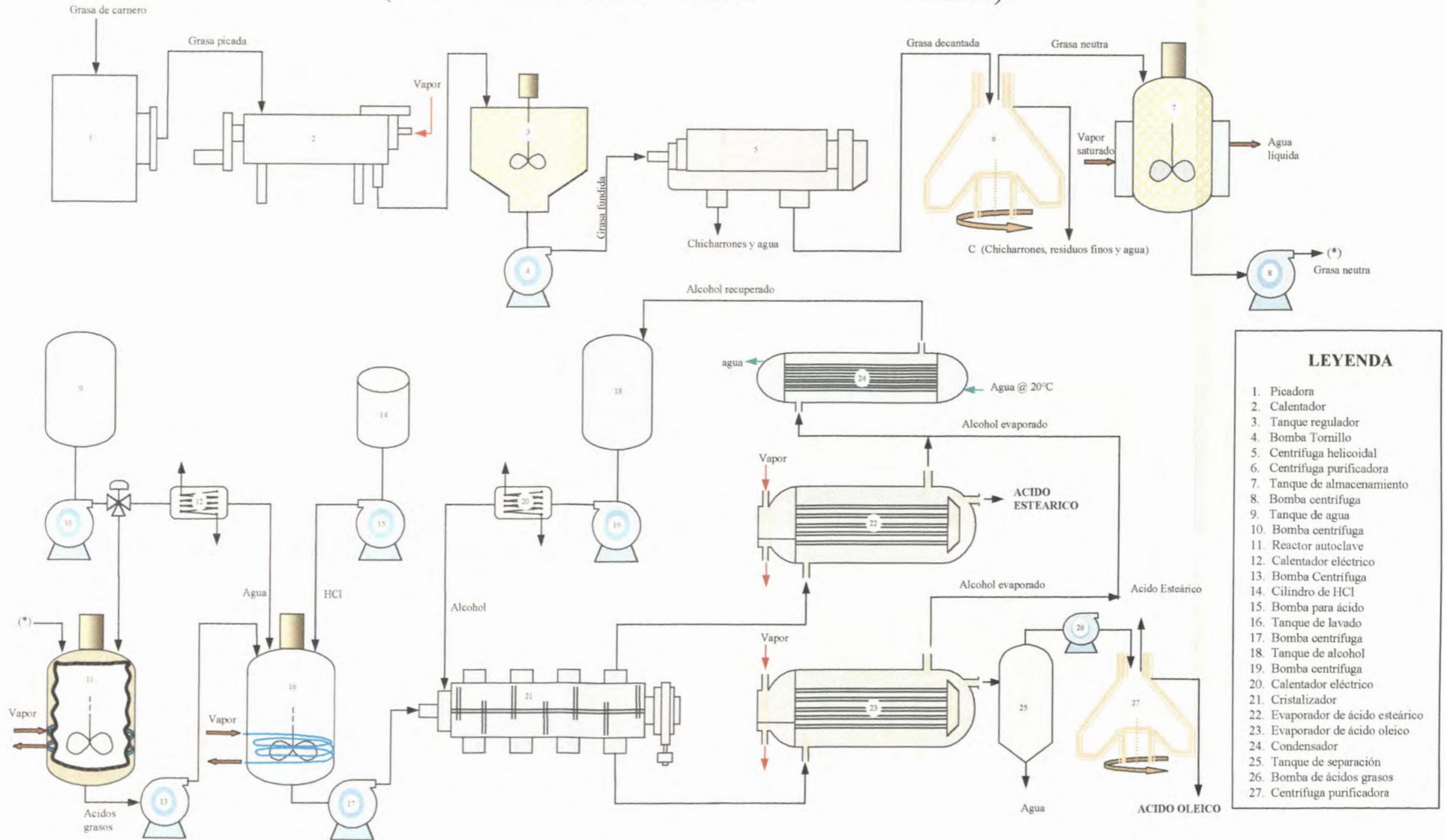


Fig. 7-B

PLANTA DE ACIDO ESTEARICO

(HIDROLISIS DE LA GRASA DE CARNERO)



LEYENDA

1. Picadora
2. Calentador
3. Tanque regulador
4. Bomba Tornillo
5. Centrifuga helicoidal
6. Centrifuga purificadora
7. Tanque de almacenamiento
8. Bomba centrífuga
9. Tanque de agua
10. Bomba centrífuga
11. Reactor autoclave
12. Calentador eléctrico
13. Bomba Centrífuga
14. Cilindro de HCl
15. Bomba para ácido
16. Tanque de lavado
17. Bomba centrífuga
18. Tanque de alcohol
19. Bomba centrífuga
20. Calentador eléctrico
21. Cristalizador
22. Evaporador de ácido esteárico
23. Evaporador de ácido oleico
24. Condensador
25. Tanque de separación
26. Bomba de ácidos grasos
27. Centrifuga purificadora

VII. CALCULOS Y DISEÑO DE PLANTA

Según el estudio de mercado la producción total de grasa es de 1,9 miles de TM/año, puesto que la grasa es requerida como materia prima para diferentes industrias consideraremos una captación del 35 al 50% de materia prima.

Por consiguiente considerando la operación de la planta de 330 días/año, la disponibilidad será de 2 a 3 T.M/día.

Para el diseño de planta se considera 1000 kg por lote, siendo posible procesar hasta 3000 kg por día.

En el capítulo IV, se desarrolló las diferentes alternativas para el desdoblamiento de la grasa, seleccionándose el proceso de desdoblamiento por hidrólisis a presión, teniendo este sobre las otras las ventajas de obtener ácidos grasos de calidad superior, no requieren de destilación y menor tiempo de procesamiento.

En el siguiente diagrama de flujo, se muestra la secuencia del proceso para la obtención del ácido esteárico.

7.1 Descripción del proceso

La materia prima proveniente de los camales, se recepcionará en cilindros, los cuales serán almacenados en un cuarto refrigerado a la temperatura de 15°C para la conservación de la materia grasa.

Se lavan 1000 kg de grasa utilizando duchas de aspersion con la finalidad de remover la sangre, partículas de polvo, pelos, etc.

Como el sebo no está únicamente mezclado con porciones de tejidos, sino que

se halla encerrada en las células de la epidermis, se precisa llevar a cabo una operación preliminar para facilitar su salida. Esta consiste en reducir la masa a trozos pequeños, lo que se hace mediante una picadora.

La grasa picada proveniente de la picadora, entra al calentador de fusión húmeda por uno de los extremos y es transportada a través de éste por un sistema de transporte de velocidad variable (espirales de cuchilla mezcladora), el tiempo de residencia en el calentador es muy corto aproximadamente 5 minutos, el rápido calentamiento se consigue mediante inyección de vapor saturado (100°C), de tal forma de elevar la temperatura a 80°C , temperatura a la cual la grasa se encuentra fundida. Este vapor al entrar en contacto directo con la materia prima, aumenta el rendimiento por el desalojamiento, de la grasa contenida en las células. La grasa no tarda en fundirse y una vez libre, fluye de las celdillas que la contienen. A mayor calefacción las masas epidérmicas se arrugan y por este motivo ejercen sobre la grasa fundida una cierta presión. Enseguida la grasa fundida pasa al tanque regulador, que consta de un sistema de agitación, y su temperatura (80°C) se mantiene sin variación por medio del enchaquetado con aislamiento de sílice y el vapor necesario que se inyecta al calentador.

Enseguida la grasa es bombeada hacia la centrífuga decantadora, en el que se realiza de modo continuo la separación de componentes sólidos y líquidos (grasa y agua), este equipo consta fundamentalmente de un tambor cónico que gira a gran velocidad y en el que un tornillo sinfin lo hace todavía más rápido. Gracias a las grandes velocidades en virtud de la fuerza centrífuga, los

componentes de la grasa se van separando de acuerdo a su densidad. Los chicharrones (porción de grasa sólida) de mas peso, lanzados a la superficie interior del tambor, son arrastrados por el tornillo hacia el extremo más estrecho por el que salen en tanto que la masa líquida es impelida hacia la centrifuga purificadora. En esta centrifuga se elimina los restos sólidos y cantidades residuales de chicharrones, saliendo separadamente de este aparato la grasa y el agua, con lo que de esta suerte se realiza una labor de purificación, es decir que en el curso de funcionamiento, los chicharrones residuales, junto con el agua, son expelidos de forma periódica. La grasa fundida que sale de la centrifuga, pasa al tanque de almacenamiento temporal de grasa fundida, donde se mantiene a la temperatura de 70°C.

La grasa neutra proveniente del tanque de almacenamiento será hidrolizada en el reactor de acero inoxidable 316, con una proporción de agua a grasa neutra de 1:1, porcentaje de catalizador de 1% (0,7% de oxido de zinc y 0,3% de polvo de zinc) sometido a una presión absoluta de 6 kgf/cm².

El proceso de hidrólisis se realizará en dos etapas con reposición de agua de 1:1, en la primera etapa se conseguirá un desdoblamiento de 51,20%, en dos horas. Al final de la primera etapa se desaloja la fase acuosa (agua-glicerina), y se efectuará la reposición de agua, de tal forma de mantener la proporción agua/grasa de 1:1. En la segunda etapa se efectuará la hidrólisis con las mismas condiciones de trabajo, hasta conseguir un desdoblamiento de 98,3%. Al final de la hidrólisis se desdobra el 98,3% de los ácidos grasos. Se desaloja la fase acuosa y los ácidos grasos son acidificados con HCl 0,1 N

con la finalidad de desdoblar los jabones formados por el catalizador. La acidificación se realiza a ebullición moderada por espacio de 30 min. Posteriormente se efectúa el lavado con agua caliente (70 °C), hasta que el agua de lavado tenga un pH neutro.

Los ácidos grasos proveniente de la acidificación y posterior lavado se cristalizan con alcohol en proporción 1:1 con los ácidos grasos.

Los ácidos grasos en conjunto con el alcohol en caliente (70 °C) que ha de cristalizar, se alimenta por un extremo de la artesa, y el agua de enfriamiento fluye en contracorriente a 4 °C.

En el extremo del cristizador opuesto a la alimentación, hay una salida para los cristales y el líquido madre rebosa a una mesa o caja de escurrido, de la que el líquido madre sale y se envía al primer evaporador de alcohol, y mientras que los cristales mojados se alimentan al segundo evaporador.

La operación de cristalización es de tres horas. Al final del proceso de cristalización se distingue 2 fases. La fase licor compuesta por alcohol etílico, agua, ácido oleico y ácido esteárico soluble en el alcohol. La fase sólida, compuesta principalmente por ácido esteárico comercial.

El alcohol, contenido en la fase licor se evapora y fluye hacia un condensador. El ácido oleico pasa un tanque separador de fases donde se elimina el agua. El ácido oleico libre de agua, contiene ácido esteárico en pequeña cantidad, la cual es retirada en una centrifuga.

Finalmente el ácido oleico prácticamente puro, se lleva a un tanque de almacenamiento.

El alcohol, contenido en la fase sólida se evapora y se junta con el alcohol evaporado del primer evaporador, y fluyen hacia el condensador (el alcohol condensado es utilizado para un nuevo lote de cristalización). Finalmente se retira el ácido esteárico prácticamente libre de alcohol y se transporta a un tanque de almacenamiento.

7.2 Balance de Masa

En el diagrama de flujo se ha enumerado tanto los puntos de entrada y salida, en cada uno de los equipos. El balance de masa se realizará teniendo en consideración estos puntos para todo el proceso.

Picadora:

Como el sebo no está únicamente mezclado con porciones de tejidos, sino que se halla encerrada en las células de la epidermis, se precisa llevar a cabo una operación preliminar para facilitar su salida. Esta consiste en reducir la masa a trozos pequeños lo que se hace mediante una picadora.



Fig. 7-1

La grasa proveniente del lavado pasa a la picadora a un flujo de 1000 kg/h,

$$m_1 = 1000 \text{ kg}$$

Calentador (Fusión húmeda)

En el calentador ingresa la grasa picada y se inyecta vapor saturado a 100°C directo, de tal forma de llevar a una temperatura de 80°C.

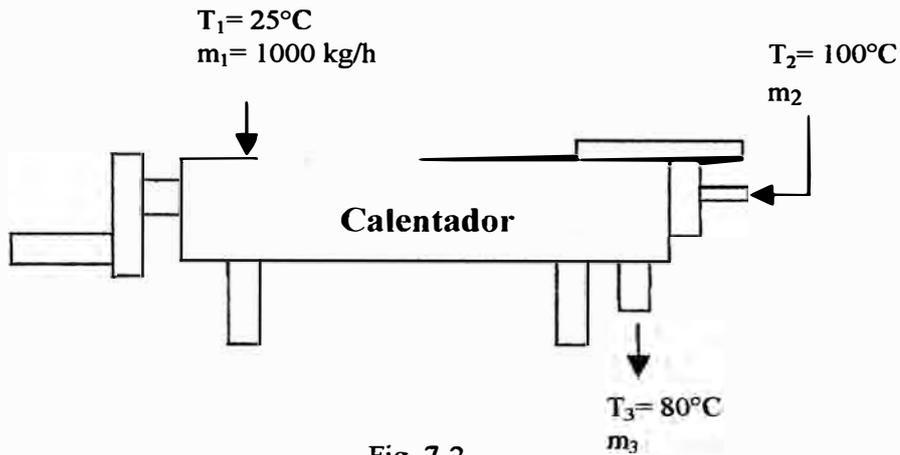


Fig. 7-2

Del balance de masa se tiene:

$$m_3 = m_1 + m_2$$

Donde: $m_3 =$ Masa de grasa y agua a la salida

$m_1 =$ Masa grasa que ingresa

$m_2 =$ Masa de vapor que se inyecta

Del balance de energía:

$$m_2 = 50,96 \text{ kg}$$

Por consiguiente:

$$m_3 = 1050,96 \text{ kg}$$

Tanque Regulador

En este tanque se regulará la temperatura de la grasa fundida mediante agitación.

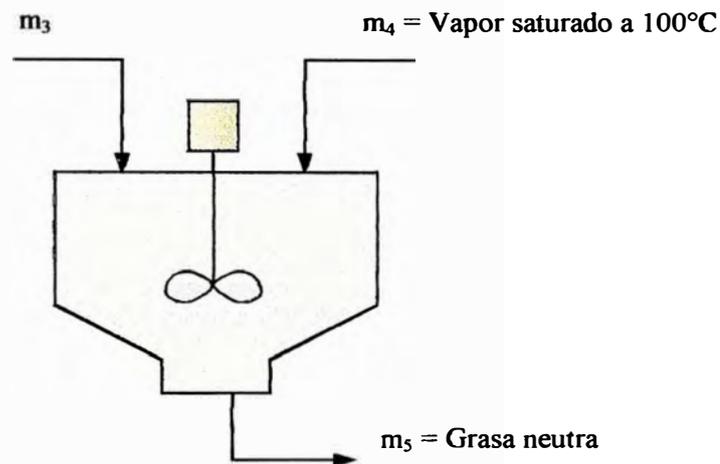


Fig. 7-3

Del balance de masa se tiene:

$$m_5 = m_3 + m_4$$

Del balance de energía:

$$m_4 = 0,753 \text{ kg/h (vapor saturado de } 100^\circ\text{C)}$$

Por consiguiente:

$$m_5 = 1051,7 \text{ kg/h}$$

Bomba espiral de rotor simple

La grasa que sale del tanque regulador, es bombeada desde la bomba hacia la centrífuga decantadora, para eliminar los chicharrones.

$$m_5 = m_6$$

Centrífuga decantadora

La eliminación de los chicharrones se realizará en una centrífuga decantadora tipo continuo con transportador helicoidal.

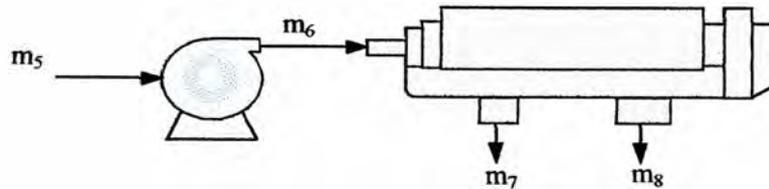


Fig. 7-4

m_7 = masa de chicharrones decantados

m_8 = masa de grasa fundida decantada

Del análisis de la materia prima, se determinó que el contenido de chicharrones es 1,45% de la grasa, en esta etapa se decantará el 80% y el resto en la segunda centrífuga de purificación.

$$m_7 = 0,8 * 0,0145 * 1000 = 11,6 \text{ kg}$$

Por consiguiente la masa total a la salida de la centrífuga será:

$$m_8 = m_6 - m_7$$

$$m_8 = 1040,1 \text{ kg}$$

Centrífuga purificadora

En esta centrífuga se eliminan los sólidos finos remanentes en la grasa fundida. El tipo de centrífuga a utilizar es la centrífuga de discos.

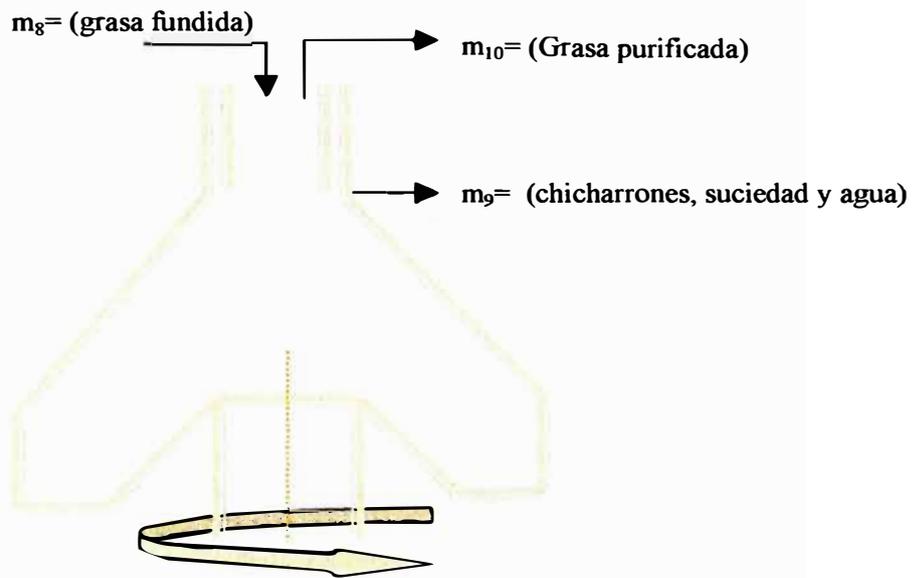


Fig. 7-5

$$m_9 = m_{ch} + m_{suc} + m_{agua}$$

Donde:

m_{ch} = restos de chicharrones de la grasa

m_{suc} = suciedad de la grasa

m_{agua} = masa de agua

Luego:

$$m_{ch} = 0,20 * 0,0145 * 1000 \text{ kg}$$

$$m_{ch} = 2,9 \text{ kg}$$

Del análisis de la materia prima también se determinó que la fracción de suciedad representa el 0,35% y la fracción de agua 0,20% de la materia prima.

$$m_{\text{suc}} + m_{\text{agua}} = (0,0035 + 0,002) * 1000 = 5,5 \text{ kg}$$

Por consiguiente la masa de residuos remanentes a la salida del purificador será:

$$m_9 = m_{\text{ch}} + m_{\text{suc}} + m_{\text{agua}}$$

$$m_9 = 8,4 \text{ kg}$$

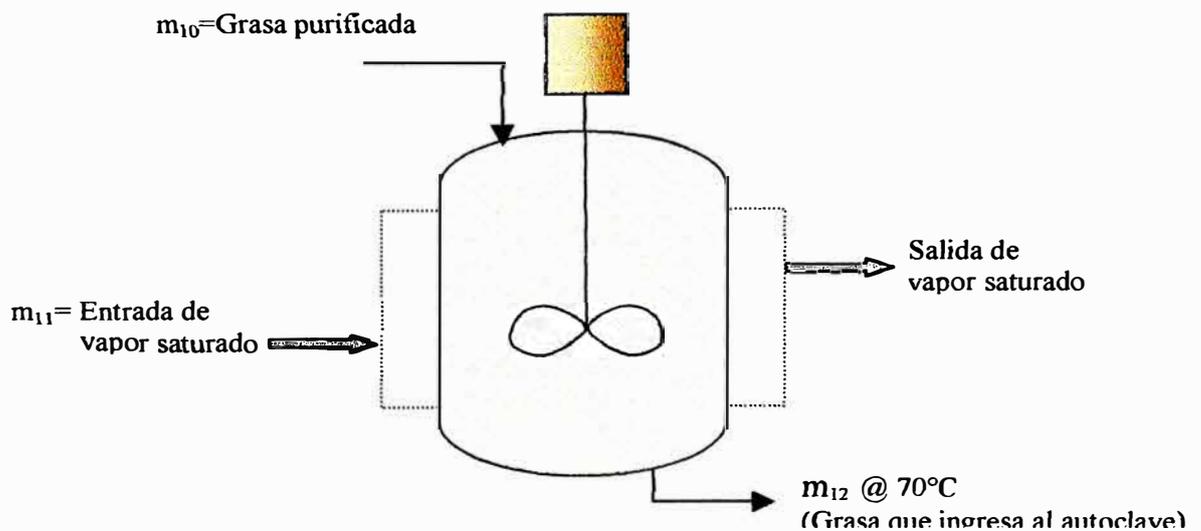
De donde la masa de grasa neutra que ingresará al autoclave será:

$$m_{10} = m_8 - m_9$$

$$m_{10} = 980 \text{ kg}$$

Tanque de almacenamiento de grasa fundida

En este tanque se almacenará temporalmente la grasa fundida proveniente de la centrífuga purificadora.



De este tanque se tomarán 980 kg para bombear hacia el reactor autoclave.

Luego: $m_{12} = 980 \text{ kg}$

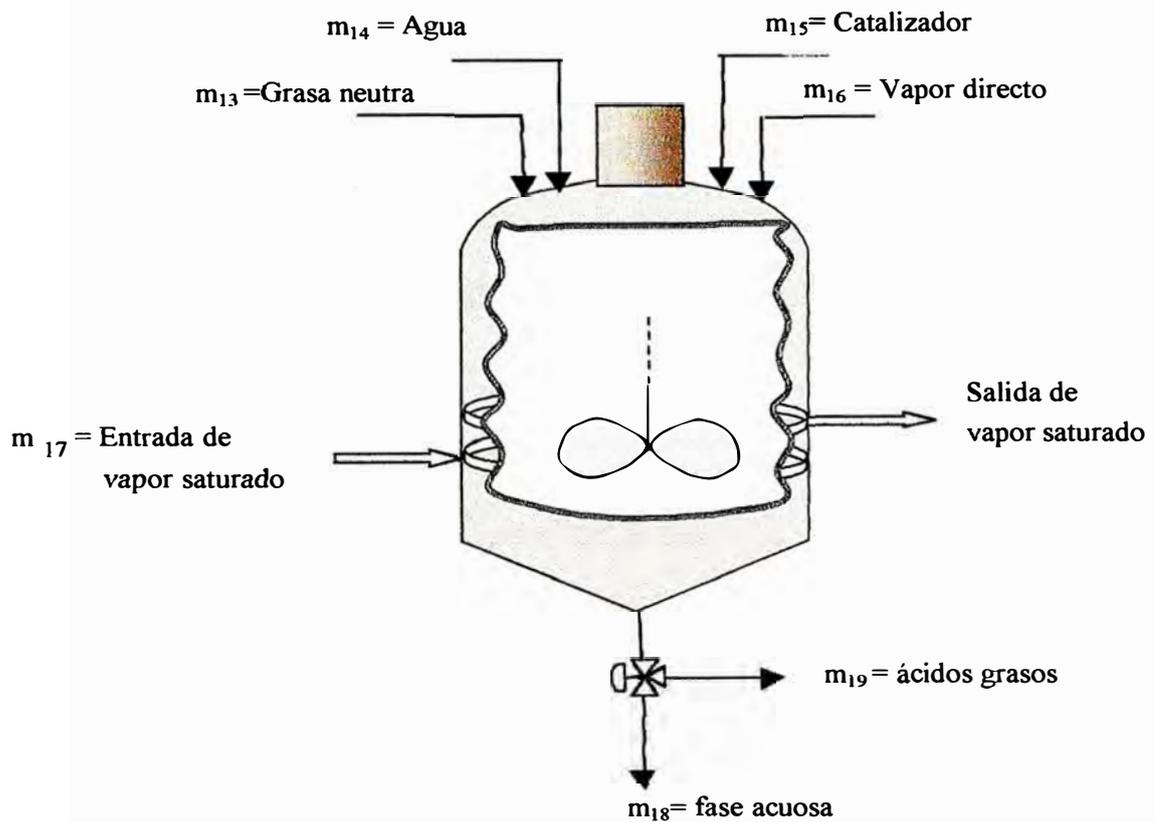
Reactor Autoclave:Hidrólisis – Primera Etapa

Fig. 7-7

Del balance de masa:

$$m_{13} = 980 \text{ kg}$$

$$m_{14} + m_{16} = 980 \text{ kg}$$

$$m_{14} = 980 - m_{16}$$

Del balance de energía en el autoclave:

$$m_{14} = 692,73 \text{ kg (agua)}$$

$$m_{16} = 287,27 \text{ kg (vapor)}$$

Cálculo de la masa de vapor que ingresa al tanque autoclave para elevar la presión a 6 kgf/cm²

$$V_{\text{tanque}} = \text{Area} * D$$

$$V_{\text{tanque}} = (\pi D^2/4) * D$$

Del diseño del tanque autoclave el diámetro es igual a 1,50 m, entonces:

$$V_{\text{tanque}} = \pi * (1,5)^3 / 4 = 2,650 \text{ m}^3$$

$$V_{\text{a/g}} = V_{\text{agua}} + V_{\text{grasa}} = 2,067 \text{ m}^3$$

$$V_{\text{libre neto}} = V_{\text{tanque}} - V_{\text{a/g}} - V_{\text{serpentin}}$$

$$V_{\text{libre neto}} = 2,65 - 2,07 - 0,01$$

$$V_{\text{libre neto}} = 0,57 \text{ m}^3$$

De las propiedades termodinámicas del vapor:

$$X = \frac{V_m - V_f}{V_{fg}}$$

Donde:

X : Calidad de vapor

V_f : Volumen específico del líquido saturado

V_{fg}: Volumen específico del líquido-vapor saturado

V_m: Volumen de la mezcla líquido-vapor

De las tablas termodinámicas para el vapor a 6 kgf/cm² (presión absoluta)

$$V_f = 0,001099 \text{ m}^3/\text{kg} \quad \text{y} \quad V_{fg} = 0,3204 \text{ m}^3/\text{kg}$$

Considerando la calidad del vapor X = 1

$$V_m = V_{fg} + V_f$$

$$V_m = 0,3204 + 0,001099 = 0,3215 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V_m = V_{\text{libre neto}}/m_{pv}$$

Luego:

$$m_{pv} = 0,57/0,3215 = 1,8 \text{ kg (vapor)}$$

Por cálculo estequiométrico al realizar la hidrólisis de 980 kg de grasa neutra se obtendría al 100%, 935,9 kg de ácidos grasos. Al cabo de 2 horas el porcentaje de desdoblamiento es de 51,20%; por lo que se obtiene:

Masa ácidos grasos (2 horas), $m_{agl} = 479,18 \text{ kg}$

Masa de agua que reacciona, $m_{r1} = 32,04 \text{ kg}$

Masa de glicerina producida, $m_{gl} = 54,63 \text{ kg}$

Composición de la fase acuosa al cabo de 2 horas:

La masa de agua remanente en el autoclave será:

$$m_{ar1} = m_{15} + m_{16} + m_{vp} - m_{a1}$$

$$m_{ar1} = 949,76 \text{ kg}$$

Por lo tanto la composición de la fase acuosa será:

Agua = 94,56% Glicerina = 5,44%

Al finalizar las 2 horas de hidrólisis se desaloja $m_{ac} = 800 \text{ kg}$ de la fase acuosa, conteniendo: 756,58 kg de agua y 43,52 de glicerina.

Composición de la fase acuosa y ácidos grasos luego de la evacuación de agua:

Masa de agua = 193,18 kg

Masa de glicerina = 11,11 kg

Masa de ácidos grasos = 479,18 kg

Masa de triglicéridos = 478,23 kg

Hidrólisis-Segunda Etapa

Cálculo de la masa de vapor que ingresa al tanque autoclave para elevar la presión a 6 kgf/cm²

Se calculará el nuevo volumen libre neto del tanque luego de la reposición de los 980 kg (0,98 m³) de agua.

$$V_{\text{libre neto}} = 1,37 - 0,98$$

$$V_{\text{libre neto}} = 0,39 \text{ m}^3$$

De las propiedades termodinámicas del vapor:

$$V_m = 0,3215 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V_m = V_{\text{libre neto}}/m_{\text{vp2}}$$

Luego:

$$m_{\text{vp2}} = 0,39/0,3215 = 1,21 \text{ kg}$$

Cálculo del agua que reacciona en la segunda etapa:

Masa de agua que reacciona al cabo de las tres horas:

$$m_{r2} = 0,983 \times 62,58 - 32,04 = 29,48 \text{ kg.}$$

Cálculo de la glicerina producida en la segunda etapa:

Masa de glicerina que se produce al cabo de las tres horas:

$$m_{g2} = 0,983 * 106,69 - 43,52 = 61,36 \text{ kg}$$

Composición de la fase acuosa en el reactor al finalizar la hidrólisis (5 horas):

Masa de agua total que ingresa, $m_{\text{at}} = 2 \times 980 + 1,8 + 1,21 = 1963,01$

Por balance de masa total, se determina la masa de la fase acuosa en el reactor, m_{ar2} :

$$m_{at} + m_{13} = m_{prod} + m_{ac} + m_{ar2}$$

$$980 + 1963,01 = 935,9 + 800 + m_{ar2}$$

$$m_{ar2} = 1207,11 \text{ kg}$$

Cuya composición es de:

$$\text{Agua} = 1145,75 \text{ kg} \quad \text{Glicerina} = 61,36 \text{ kg}$$

Cálculo de la masa total de glicerina desalojada al finalizar la hidrólisis:

Se considerará que en la segunda etapa se desaloja el 90% de la glicerina.

$$\text{Masa de glicerina total desalojada} = 43,52 + 0,9 * 61,36 = 98,74 \text{ kg}$$

Cálculo de la fase acuosa total desalojada al finalizar la hidrólisis:

Considerando que los ácidos grasos retienen un 10% del agua total se determinará la masa de la fase acuosa total desalojada al finalizar la hidrólisis.

$$m_{18} = 756,58 + 0,9 * 1145,75 + 98,74 = 1886,5 \text{ kg}$$

Cuya composición es de:

$$98,74 \text{ kg de glicerina y } 1787,76 \text{ kg de agua,}$$

Cálculo de los ácidos grasos a la salida del reactor:

Al finalizar la hidrólisis se considera que los ácidos grasos salen con 10% de la fase acuosa, por consiguiente, la masa a la salida será:

$$m_{19} = 935,9 + 0,1 * 61,36 + 0,1 * 1145,75$$

$$m_{19} = 1056,611 \text{ kg}$$

Cuya composición es:

$$\text{Acidos grasos} = 935,9 \text{ kg}$$

$$\text{Glicerina} = 6,136 \text{ kg}$$

$$\text{Agua} = 114,575 \text{ kg}$$

Tanque de acidificación

Al cabo de 5 horas de hidrólisis se ha desdoblado 98,3% de ácidos grasos.

En la línea se desaloja el agua necesaria para el lavado (m_{21}), más la cantidad de agua que acompaña a los ácidos grasos, menos, la cantidad de agua que se retira junto con los ácidos grasos lavados (10% de los ácidos grasos).

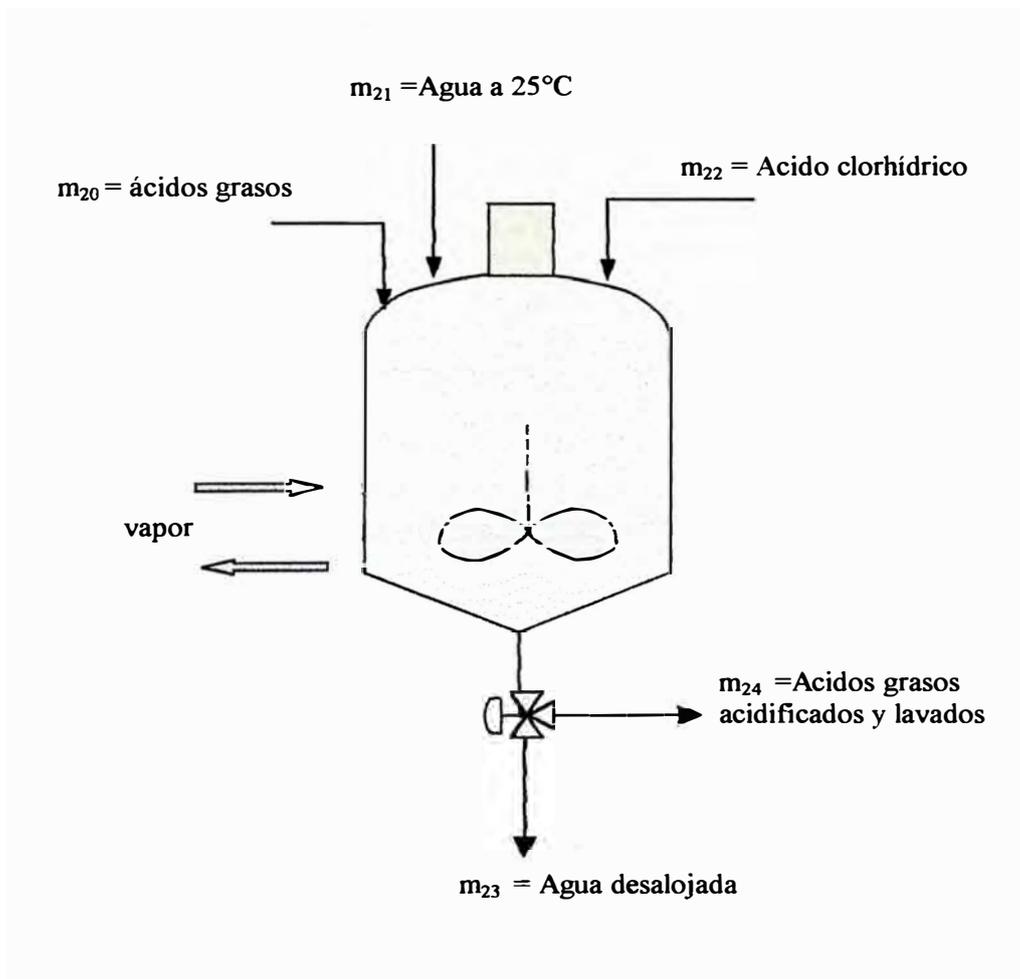


Fig. 7-8

$$m_{22} = 308,2 \text{ kg HCl 1 N}$$

$$m_{24} = 935,9 + 0,1 \cdot 935,9 = 1029,49 \text{ kg}$$

Cristalizador

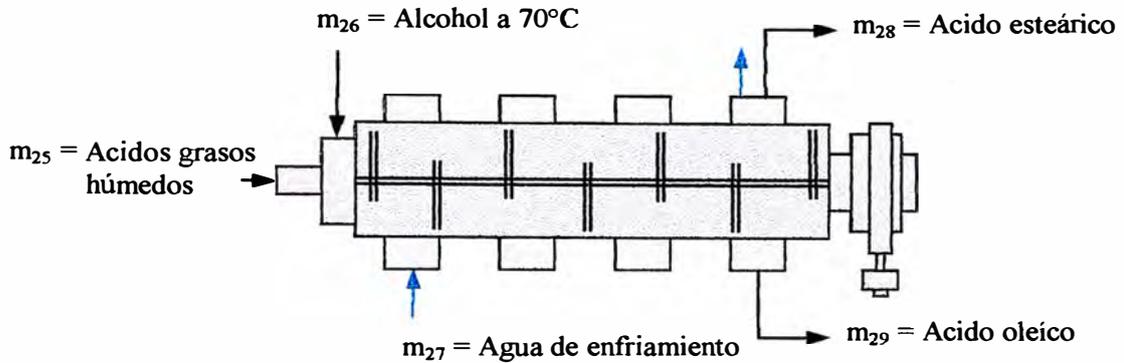


Fig. 7-9

Al final del proceso de cristalización de los ácidos grasos, se distinguen 2 fases. La fase licor compuesta mayormente por el alcohol etílico y el ácido oleico. La fase sólida, compuesta principalmente por el ácido esteárico comercial.

A continuación se muestra los cuadros de composiciones porcentuales de la fase licor y fase sólida. Considerando la solubilidad en alcohol a 20°C.

Cuadro N° 7-1

Composición a la salida del cristalizador

Fase Licor

Producto	Solubilidad en 100 partes de alcohol	Masa (kg)	Composición (% en peso)
Acido Esteárico	2	18,72	1,6
Acido Palmítico	9	84,23	7,2
Acido Oleico	∞	131,03	11,2
Alcohol	∞	842,31	72,0
Agua	∞	93,59	8,0

Cuadro N° 7-2
Composición a la salida del cristalizador
Fase Sólida

Producto	Entrada (kg)	Fase sólida (kg)	Composición (% en peso)
Acido Estéarico	563,41	544,69	68,5
Acido Palmítico	241,46	157,23	19,8
Acido Oleico	131,03	0	0
Alcohol	935,9	93,59	11,7

Fase sólida

La masa total en la línea 28 es de 795,51 kg, la cual está compuesta por ácidos grasos (estéarico-palmítico) y alcohol tiene la siguiente composición:

Acidos grasos = 88,3% (701,92 kg)

Alcohol = 11,7% (93,59 kg)

Fase líquida

La masa en la línea 29 es de 1169,88 kg, la cual esta compuesta principalmente por ácido oleico en conjunto con ácidos grasos (estéarico palmítico) solubilizados en alcohol.

Acido oleico = 11,2% (131,03 kg)

Acidos estéarico-palmítico = 8,8% (102,95 kg)

Alcohol = 72,0 % (842,31 kg)

Agua = 8% (93,59 kg)

Primer Evaporador (Acido Oleico)

El evaporador utilizado para la purificación de la fase licor es del tipo de tubo horizontal. En este evaporador, el vapor está dentro, y el líquido fuera de los tubos, la pérdida baja de arrastre es la meta primordial en este evaporador. El vapor proveniente de la caldera a 6 kgf/cm^2 de presión, se condensa en los tubos. El alcohol, contenido en la fase licor se evapora, y fluye hacia un condensador. Finalmente se retira el ácido oleico prácticamente libre de alcohol y se llevan a un tanque de almacenamiento donde luego de enfriarse a temperatura ambiente se retira los cristales de ácidos grasos sólidos remanentes; quedando finalmente el ácido oleico comercial.

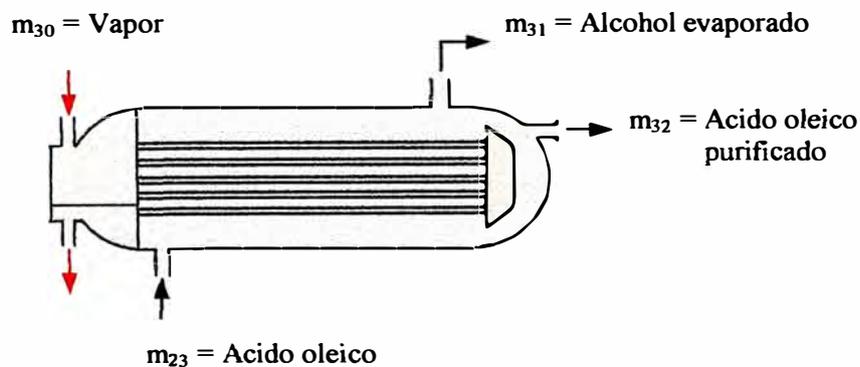


Fig. 7-10

La masa de alcohol evaporado en la línea 31 es $842,31 \text{ kg}$ a $78,4 \text{ }^\circ\text{C}$

La masa de ácidos grasos en la línea 32 es de :

Acido oleico = $131,03 \text{ kg}$

Acido esteárico-palmitico = $102,95 \text{ kg}$

Agua = $93,59 \text{ kg}$

Esta masa se va directamente hacia el tanque separador de fases, para eliminar el agua.

Segundo Evaporador (Acido Esteárico)

El evaporador utilizado para la purificación de la fase sólida es del tipo de tubo horizontal. En este evaporador, el vapor está dentro, y el líquido fuera de los tubos. El vapor proveniente de la caldera a 6 kgf/cm^2 de presión, se condensa en los tubos. El alcohol, contenido en la fase sólida se evapora y se junta con el alcohol evaporado del primer evaporador, y fluye hacia el condensador. Finalmente se retira el ácido esteárico prácticamente libre de alcohol y se transporta a un tanque de almacenamiento.

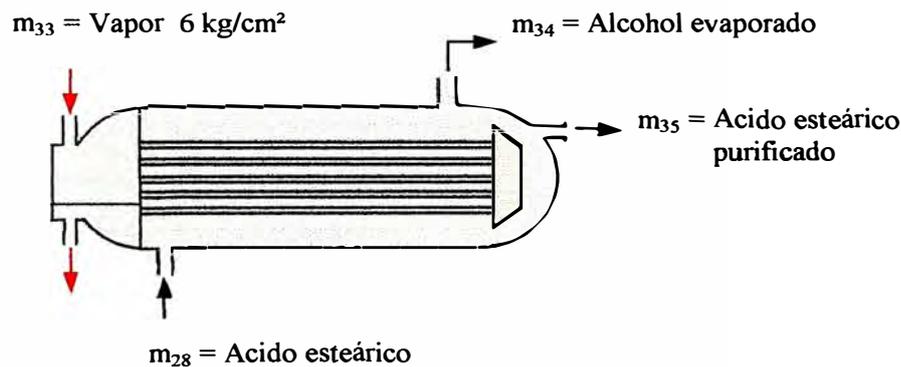


Fig. 7-11

La masa de alcohol evaporado en la línea 34 es $93,59 \text{ kg}$ a $78,4 \text{ }^\circ\text{C}$

La masa de ácidos grasos en la línea 35 es de:

$$\text{Acido esteárico-palmítico} = 701,92 \text{ kg}$$

Esta masa se va directamente hacia el tanque de almacenamiento de ácido esteárico comercial.

Condensador (Alcohol Etilico)

El condensador utilizado para la recuperación de alcohol proveniente de los dos evaporadores es de coraza y tubos de posición horizontal. En este condensador, el vapor de alcohol está dentro, y el agua de enfriamiento fuera de los tubos. El alcohol condensado es utilizado para un nuevo lote de cristalización.

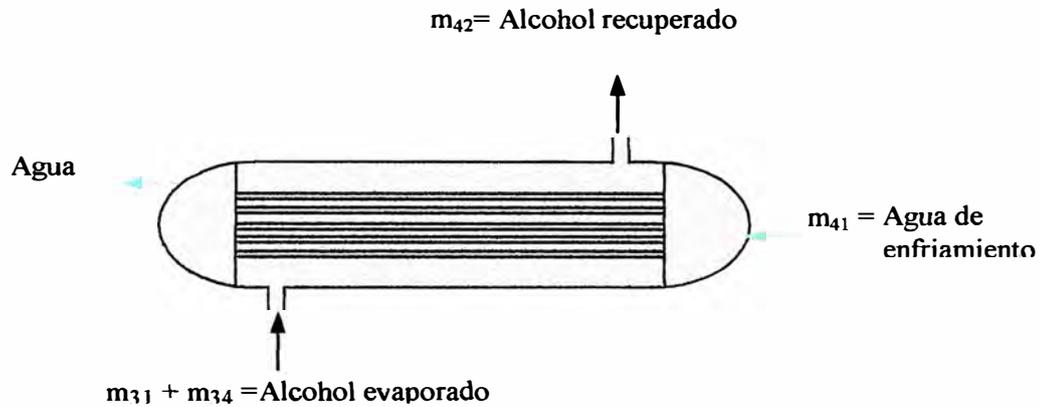


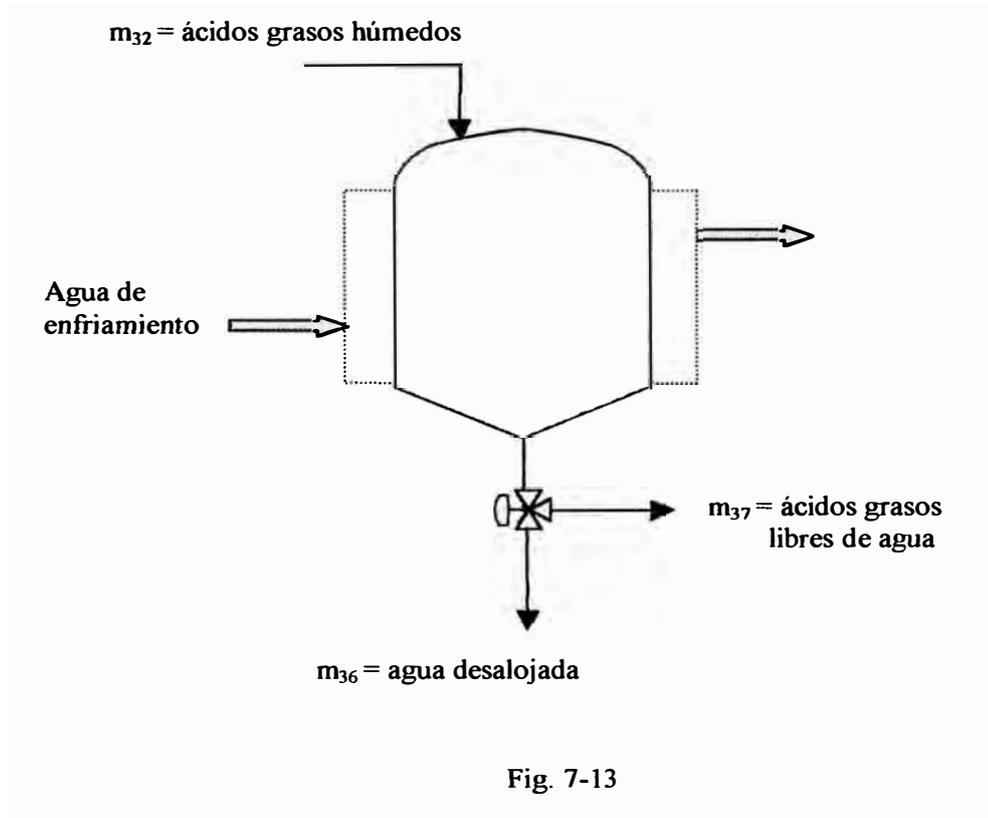
Fig. 7-12

Del balance de masa:

$$m_{42} = m_{31} + m_{34}$$

$$m_{42} = 935,9 \text{ kg (alcohol a } 70^{\circ}\text{C)}$$

Tanque separador de fases



La línea 37 son ácidos grasos libres de agua cuya composición es la siguiente:

Acido oleico = 131,03 kg

Acido esteárico-palmitico = 102,95 kg

Estos ácidos grasos son bombeados hacia una centrífuga, donde se logra la separación de los ácidos esteárico-palmitico y el ácido oleico.

Centrífuga purificadora

En esta centrífuga se separan los ácidos grasos sólidos. El tipo de centrífuga a utilizar es la centrífuga de discos.

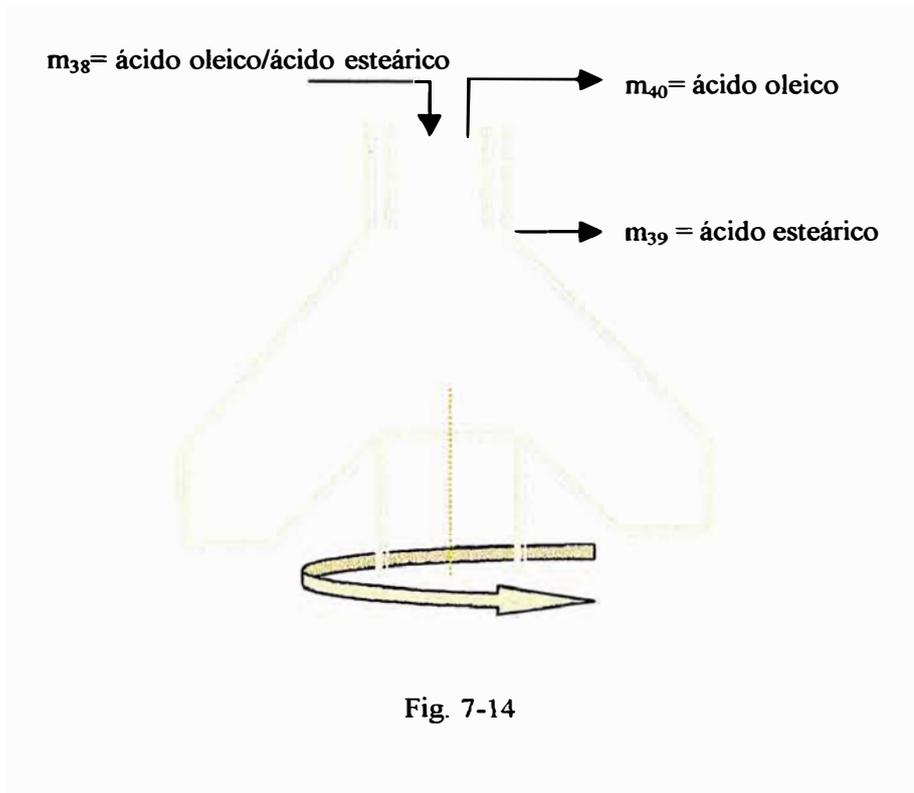


Fig. 7-14

En la línea 39 se retiran 102,95 kg de ácidos grasos esteárico-palmitico los cuales se unen con la línea 35 para ir al tanque de almacenamiento.

En la línea 40 se retiran 131,03 kg de ácido oleico comercial el cual es enviado al tanque de almacenamiento.

Tanque de Almacenamiento de Acidos Grasos

Los productos finales son almacenados en tanques de acero inoxidable. La capacidad de almacenamiento de los ácidos grasos se considerará para 12 lotes.

Cuadro N° 7-3

Producción de Acidos Grasos

Producto	Producción por lote (kg)	Capacidad de almacenamiento (kg)
Acido esteárico	804,87	9658,4
Acido oleico	131,03	1572,4

7.3 Balance de Energía

Calentador

$$Q_1 = Q_2$$

$$m_1 C_{p1} \Delta T = m_2 C_{p2} \Delta T + m_2 \lambda$$

Reemplazando valores:

$$1000 * 0,518 * (80-25)^\circ\text{C} = m_2 * (539,06 + 1 (100-80))$$

$$m_2 = 50,96 \text{ kg/h}$$

Reactor Autoclave

Primera etapa:

$$Q_{13} + Q_{14} = Q_{16}$$

$$m_{13} C_p \Delta T + m_{14} C_p \Delta T = m_{16} \lambda_{\text{vap}}$$

$$980 * 0,56 (160-70) + m_{14} * 1 * (160-25) = m_{16} * 497,50$$

$$49392 = 479,50 m_{16} - 135 m_{14}$$

Además del balance de masa :

$$m_{16} + m_{14} = 980$$

Entonces:

$$49392 = 479,50 m_{16} - 135 (980 - m_{16})$$

$$m_{16} = 287,27 \text{ kg (vapor)}$$

$$m_{14} = 692,73 \text{ kg (agua)}$$

Pérdida de calor en el reactor autoclave en condición de agitación con aislamiento:

$$Q_o = U_o A \Delta T$$

$$Q_o = U_o 6\pi r_o^2 \Delta T$$

En el área del tanque se considera la parte cilíndrica, la base y la tapa.

Donde:

U_o = Coef. total de transferencia de calor

r_o = radio interno

$\Delta T = (T_a - T_s)$, °C

T_a = Temperatura ambiente, °C

T_s = Temperatura del sistema, °C

Cálculo del coeficiente total de transferencia de calor (U_o):

El coeficiente total de transferencia de calor U_o es la suma de las series de resistencias ofrecidas a la transferencia de calor por los coeficientes internos y externos. Haciendo un corte transversal al tanque reactor.

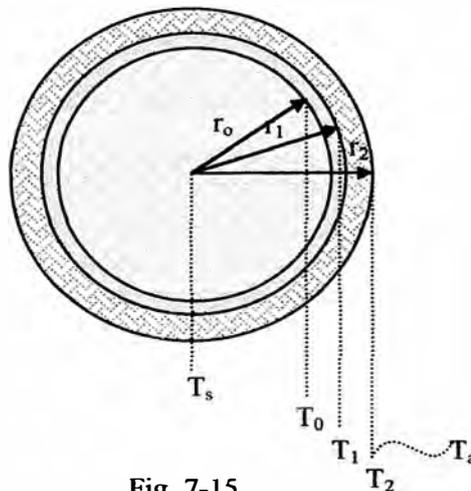


Fig. 7-15

Radio interno del tanque (r_o) = 0,7498 m

Radio externo del tanque (r_1) = 0,7559 m

Radio total = r_1 + esp. aislante = 0,8077 m

$$U_o = r_o^{-1} \left[\frac{1}{h_1 r_o} + \frac{1}{h_2 r_2} + \frac{\ln\left(\frac{r_1}{r_o}\right)}{k_1} + \frac{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}{k_2} \right]^{-1}$$

Cálculo del coeficiente de transferencia de calor en el lado del proceso (h_1):

Para tanques agitados el N_{Re} utilizado es el del impulsor.

$$N_{Re} = 205019$$

Y la correlación para el cálculo del Número de Nusselt es:

$$N_{Nu} = h_1 T / K_L$$

Y en un tanque enchaquetado:

$$N_{Nu} = 0,85 N_{Re}^{0,66} N_{Pr}^{0,33} (Z/T)^{-0,56} (D_i/T)^{0,13} (\mu/\mu_w)^{0,14}$$

Donde:

N_{Nu} = Número de Nusselt

N_{Re} = Número de Reynolds

N_{Pr} = Número de Prandtl

Z = Nivel del líquido en el tanque

T = Diámetro del tanque

D_i = Diámetro del impulsor

μ = Viscosidad a la temperatura del fluido

μ_w = Viscosidad a la temperatura ambiente

La correlación para la transferencia de calor se evalúa mediante los grupos adimensionales respectivos:

Cálculo del Número de Prandtl (N_{Pr})

$$N_{Pr} = C_p \mu / K_L$$

$$N_{Pr} = 27,98$$

Cálculo del Número de Nusselt (N_{Nu})

Para determinar la razón del nivel del líquido respecto al diámetro del tanque Z/T es necesario evaluar el nivel del líquido para un lote de 2067,68 l (546,28 gal).

$$\text{Volumen} = \text{Area} * \text{Altura}$$

$$2,06768 \text{ m}^3 = (\pi 1,50^2/4) * H$$

$$\text{Altura} = 1,17 \text{ m}$$

Entonces:

$$Z/T = 1,17/1,50 = 0,78$$

La razón del diámetro del impulsor respecto al del tanque es:

$$D_i/T = 0,4$$

La razón de viscosidad (μ/μ_w) se supone igual a 1 por tratarse de la misma temperatura y al valor muy pequeño del exponente en el término.

Por consiguiente reemplazando en N_{Nu} :

$$N_{Nu} = 0,85 N_{Re}^{0,66} N_{Pr}^{0,33} (Z/T)^{-0,56} (D_i/T)^{0,13} (\mu/\mu_w)^{0,14}$$

$$N_{Nu} = 8344$$

El valor para el coeficiente interno de transferencia de calor h_1 se obtiene a partir del Número de Nusselt al utilizar la conductividad y el diámetro del tanque; por consiguiente:

$$h_1 = N_{Nu} * K_L/T$$

$$h_1 = 711,748 \text{ kcal/h m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$$

Cálculo del coeficiente de transferencia de calor por convección y radiación
(h₂)

$$h_2 = h_c + h_r$$

Donde:

h_c = Coef. de transferencia de calor por convección

h_r = Coef. de transferencia de calor por radiación

El coeficiente de convección al aire está determinada por:

$$h_c = 1,464 (1,8 * \Delta T)^{0,25}$$

Donde: $\Delta T = ^\circ C$

$$h_c = \text{kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ C$$

$$\Delta T = T_s - T_a$$

$$\Delta T = 160 - 25 = 135 \text{ } ^\circ C$$

Entonces:

$$h_c = 5,76 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ C$$

y

$$h_r = 4,9236 \varepsilon \frac{[(T_s/100)^4 - (T_a/100)^4]}{(T_s - T_a)}$$

T_s : Temperatura del sistema en grados absolutos y

T_a : Temperatura ambiente en grados absolutos.

ε : Emisividad del acero inoxidable

$$h_r = 5,47 \text{ kcal/hm}^2 \text{ } ^\circ F$$

Calculando h₂:

$$h_2 = h_c + h_r$$

$$h_2 = 11,23 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ C$$

Por consiguiente:

$$U_o = 0,88 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Luego la pérdida de calor en el tanque de fusión en condición de agitación con aislamiento:

$$Q_o = 1257,33 \text{ kcal/h}$$

Cálculo de la nueva presión y temperatura:

Al final de la primera etapa de hidrólisis al desalojar 800 kg de la fase acuosa, el tanque autoclave pierde presión y temperatura. Para un desdoblamiento de 2 horas de 51,20% han reaccionado 32,04 kg de agua. Entonces se calculará el nuevo volumen libre neto del tanque, por consiguiente:

$$V_{\text{libre neto}} = V_{\text{neto inicial}} + V_{\text{desalojado}}$$

$$V_{\text{libre neto}} = 0,57 \text{ m}^3 + 0,80 \text{ m}^3$$

$$V_{\text{libre neto}} = 1,37 \text{ m}^3$$

Y además la masa de vapor calculado en la 1ra. Etapa es:

$$m_{\text{vp}} = 1,8 \text{ kg}$$

Calculando el nuevo volumen de mezcla de vapor:

$$V_m = V_{\text{libre neto}}/m_{\text{vp}}$$

$$V_m = 1,37/1,8 = 0,76 \text{ m}^3/\text{kg}$$

Se sabe:

$$V_m = V_{\text{fg}} + V_f$$

Por interpolación para este volumen de mezcla de las tablas de vapor.

$$T = 126,7 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$P = 2,5 \text{ kgf/cm}^2$$

Segunda Etapa:

Cálculo del calor necesario para elevar la temperatura del agua de 25°C a 160°C:

$$Q_r + Q_{14} = Q_{16}$$

$$204,29 * 1 (160-126,7) + 957,41 * 0,573 (160-126,7) + m_{14} * 1 (160-25) = m_{16} * 497,50$$

Además:

$$m_{16} + m_{14} = 980 \text{ kg}$$

Por consiguiente:

$$m_{16} = 248,55 \text{ kg (vapor)}$$

$$m_{14} = 731,45 \text{ kg (agua)}$$

Serpentín:

Para el diseño del serpentín, se determinará el coeficiente global de transferencia de calor (U_s) para mantener el autoclave a 160°C durante 5 horas.

Cálculo de la masa de vapor que ingresa al serpentín:

$$Q_s = m_{17} \lambda_{17}$$

$$1257,33 \text{ kcal/h} = m_{17} 496,73 \text{ kcal/kg}$$

$$m_{17} = 2,53 \text{ kg/h}$$

Para una retención de 5 horas: Tiempo total de hidrólisis

$$m_{17} = 12,63 \text{ kg}$$

Tabla N° 7-1
Características del Serpentin

Material del Serpentin	Acero inoxidable AISI 316
Tamaño nominal IPS, m	0,0254
Cédula	40
Diámetro externo, m	0,0335
Diámetro interno, m	0,0265
Conductividad térmica, kcal/h m °C	14,035

Tabla N° 7-2
Características del fluido

Fluido	Vapor saturado a 160°C
Calor de vaporización, kcal/kg	496,73
Densidad, kg/m ³	909,78
Viscosidad, cPo	0,1
Gravedad, m/s ²	9,8
Conduct. Térmica, kcal/kgm°C	0,58
Variación de Temp, °C	1

Cálculo del coeficiente de transferencia en el lado del vapor:

Utilizando la siguiente correlación se determinará el coeficiente de transferencia de calor del vapor (h_s):

$$h_s = 0,725 * \left[\frac{K_L^3 \rho^2 g \lambda}{\mu d_i \Delta T} \right]^{1/4}$$

Donde:

h_s : Coef. de transferencia de calor (kcal/kg m² °C)

d_i : Diámetro interno de tubería (m)

K_L : Conductividad térmica del fluido (kcal/h°C)

ρ : Densidad del líquido condensado (kg/m³)

g : Aceleración de la gravedad (m/h²)

μ : Viscosidad (kg/m h)

ΔT : Variación de temperatura en la película (°C)

λ : Calor de vaporización del fluido (kcal/kg)

Reemplazando valores de la tabla:

$$h_s = 22596,88 \text{ kcal/h m}^2 \text{ °C}$$

Cálculo del coeficiente global de transferencia de calor U_s :

Anteriormente se determinó que el coeficiente de transferencia de calor para el lado del proceso h_1 es 711,748 kcal/h m² °C. Luego reemplazando en:

$$U_s = r_o^{-1} [1/h_s r_o + 1/h_1 r_2 + \ln(r_1/r_o)/k_1]^{-1}$$

$$U_s = 727,12 \text{ kcal/h m}^2 \text{ °C}$$

Para el balance de energía del tanque regulador, tanque de almacenamiento y el tanque de acidificación, se sigue el mismo procedimiento de cálculo que el reactor autoclave. Los resultados se detallan en los siguientes cuadros.

Cuadro N° 7-4

Equipo	T (m)	H (m)	D_i (m)	N_{Re}	N_{Pr}	N_{Nu}	h₁ (kcal/m²°C)
Tanque regulador	1,23	1,23	0,492	20385	229,73	3592	355,752
Tanque de almacenamiento	1,90	1,90	0,760	30844	229,73	4721	303,243
Reactor autoclave	1,50	1,50	0,600	205019	27,98	8344	711,748
Tanque de acidificación	1,73	1,73	0,700	85083	77,08	92,30	635,42

Cuadro N° 7-5

Equipo	h_c (kcal/m²°C)	h_r (kcal/m²°C)	h₂ (kcal/m²°C)	U_o (kcal/m²°C)	Q_o (kcal/h)	h_s (kcal/m²°C)	U_s (kcal/m²°C)
Tanque regulador	4,636	0,327	4,963	1,074	421,85	-	-
Tanque de almacenamiento	4,392	0,312	4,764	1,025	784,00	22696,9	269,38
Reactor autoclave	5,758	5,466	11,224	0,878	1257,33	22696,9	727,12
Tanque de acidificación	4,978	4,148	9,126	1,074	1162,03	22696,9	663,68

Cristalizador

$$Q_{25} + Q_{26} = Q_{27}$$

$$m_{25} C_p \Delta T + (m_{\text{agua}} C_p \Delta T + m_{\text{alcohol}} C_p \Delta T) = m_{27} C_p \Delta T$$

$$935,9 * 0,5(70-20) + 93,5 * 1(70-20) + 935,9 * 0,68(70-20) = m_{27} * 1 * (20-4)$$

$$m_{27} = 3743,6 \text{ kg (masa de agua a } 4^{\circ}\text{C)}$$

Tabla N° 7-3

Características del cristalizador

Material del cristalizador	Acero inoxidable AISI 316
Conductividad térmica, kcal/h m °C	14,036
Tubo interior Sch 20, m	0,56
Diámetro interno, m	0,54
Diámetro externo, m	0,56
Tubo exterior Sch 20, m	0,61
Diámetro interno, m	0,59
Diámetro externo, m	0,61
Diámetro del impulsor, m	0,53
Velocidad del impulsor, RPM	7,5

Lado del tubo interior

Los ácidos grasos y alcohol entran al cristalizador a una temperatura de 70°C, cuyas propiedades de mezcla han sido calculados para una temperatura media de 45 °C (70 °C y 20°C).

En la parte interna hay un conjunto de aspas de agitador montadas en un eje central revolvente, que agita los ácidos grasos sólidos. El calor se retira por circulación de agua fría a 4°C, por la cubierta que rodea al casco y, en unidades de mayor tamaño por el eje central hueco. Las aspas externas se ubican tan cerca como sea posible de la pared, sin llegar a tocarla, dejando casi siempre un espacio libre de 1/8 a 1/4 de pulg.

Las propiedades de los ácidos grasos y alcohol a 45°C son:

Calor específico, kcal/kg °C	0,59
Viscosidad, cPo	6,613
Conductividad térmica, (kcal/h m ² °C)	0,125
Densidad,(kg/m ³)	799,54

Cálculo del Número de Reynolds:

$$N_{Re} = \frac{d_h^2 N \rho}{\mu}$$

Donde:

d_h : Diámetro del helice en m

N : Número de revoluciones por segundo

ρ : Densidad del fluido (kg/m³)

μ : Viscosidad del fluido cPo

Entonces:

$$N_{Re} = 4304$$

Cálculo del coeficiente de transferencia de calor

El cálculo del coeficiente de transferencia de calor con agitación para los ácidos grasos, está dado por la siguiente correlación: (Perry Ec. 10-78)

$$\frac{h_1 d_i}{K_L} = a \left[\frac{d_h^2 N \rho}{\mu} \right]^b \left[\frac{C_p \mu}{k} \right]^{1/3} \left[\frac{\mu}{\mu_w} \right]^m$$

Donde:

h_1 : Coef. de transferencia de calor (kcal/h m² °C)

d_i : Diámetro interno de tubería (m)

K_L : Conductividad térmica del fluido (kcal/h°C)

d_h : Diámetro del hélice (m)

N : Número de revoluciones por segundo

ρ : Densidad (kg/m³)

μ : Viscosidad (cPo)

C_p : Calor específica (kcal/kg°C)

μ/μ_w : Relación igual a 1

a, b y m : parámetros para el tipo de agitador

0,54, 2/3 y 0,14 respectivamente

Por lo tanto:

$$h_1 = 159,67 \text{ kcal/h m}^2 \text{ °C}$$

Lado del tubo anular

Tabla N° 7-4

Características del fluido

Fluido	Agua a 4°C
Calor específico, kcal/kg °C	1
Viscosidad, cPo	1,225
Conduct. Térmica, kcal/h m °C	0,511
Densidad, kg/m ³	1000

Cálculo del diámetro equivalente

$$D_{eq} = \frac{d_e^2 - d_i^2}{d_i}$$

$$D_{eq} = 0,07 \text{ m}$$

Cálculo del Area anular

$$A_s = \frac{\pi(D_e^2 - D_i^2)}{4}$$

$$A_s = 0,03 \text{ m}^2$$

Cálculo de la velocidad de masa

W: Flujo de masa de agua = 1247,87 kg/h

$$G = W/A_s$$

$$G = 40253,87 \text{ kg/h m}^2$$

Cálculo del Número de Reynolds

$$N_{Re} = \frac{D_{eq} G}{\mu}$$

Entonces:

$$N_{Re} = 638,95$$

Cálculo del coeficiente de transferencia de calor h_a :

Para calcular el coeficiente de transferencia de calor en el lado del anulo, se utiliza la siguiente correlación:

$$h_a = \frac{K_L}{D_{eq}} \left[\frac{D_{eq} G}{\mu} \right]^{1/3} \left[\frac{C_p \mu}{K} \right]^{1/3} \left[\frac{\mu}{\mu_w} \right]^{0,14}$$

Por lo tanto:

$$h_a = 128,6 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Cálculo del coeficiente global de transferencia de calor

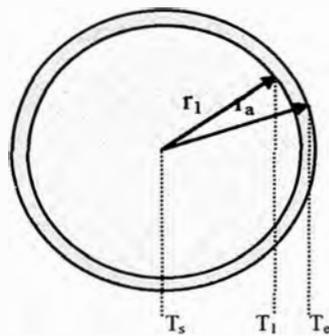


Fig. 7-16

De la gráfica mostrada, se tiene que:

$$r_1 = 0,27 \text{ m}$$

$$r_a = 0,28 \text{ m}$$

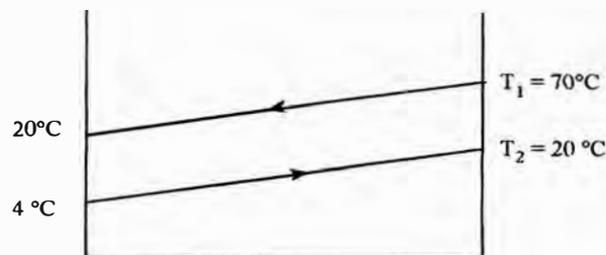
Además la conductividad térmica del acero es $14,04 \text{ kcal/hm}^\circ\text{C}$.

El coeficiente global de transferencia de calor será:

$$U_o = r_o^{-1} [1/h_1 r_1 + 1/h_a r_a + \ln(r_a/r_1)/k]^{-1}$$

$$U_o = 69,30 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Cálculo de la diferencia media de temperatura



$$\Delta T_{LM} = \frac{(70 - 20) - (20 - 4)}{\ln [(70-20)/(20-4)]}$$

$$\Delta T_{LM} = 29,84^\circ\text{C}$$

Cálculo de las toneladas de refrigeración

Una tonelada de refrigeración es la que se produce al derretir una tonelada de hielo a la temperatura de 0 °C en 24 horas. Se trata de un índice de eliminación de calor que equivale a suprimir 3024 kcal/h.

El calor necesario a extraer es de 19965,9 kcal/h; por consiguiente las toneladas necesaria de refrigeración será 6,6. Considerando un rendimiento del 80% de este sistema, la capacidad de refrigeración del chiller será de 6,6/0,8 es decir 8,25 toneladas de refrigeración.

Primer Evaporador (Acido Oleico)

$$Q_{30} = Q_{32} + Q_{31}$$

$$Q_{30} = m_{30} \lambda_v$$

$$Q_{31} + Q_{32} = (m_{\text{agua}} C_p \Delta T + m_{\text{ag}} C_p \Delta T) + (m_{31} C_p \Delta T + m_{31} \lambda)$$

$$Q_{31} + Q_{32} = 219028,41 \text{ kcal}$$

Entonces:

$$m_{30} = 440,27 \text{ kg (masa de vapor a } 6 \text{ kgf/cm}^2\text{)}$$

Flujo dividido en 3 horas: 146,8 kg/h

Tabla N° 7-5

Evaporador horizontal

Material del Evaporador	Acero inoxidable 316
<u>Coraza</u>	
D_I : Diámetro interno, m	0,89
<u>Tubo</u>	
d_i : Diámetro interno, m	0,033
d_e : Diámetro externo, m	0,038
Pt: Arreglo de tubos, m	0,054
B : Espacio de deflectores 13 BWG (m)	0,127
Número de pasos	6
Número de Tubos	182

Cálculo del coeficiente de transferencia de calor en el interior de los tubos h_v :

El coeficiente de transferencia de calor se calcula mediante la correlación para condensación en el interior de N tubos.

$$h_v = 0,725 * \left[\frac{K_L^3 \rho^2 g \lambda}{\mu d_i N^{2/3} \Delta T} \right]^{1/4}$$

Por lo tanto:

$$h_v = 9013,4 \text{ kcal/h m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$$

Lado de la Coraza

Las propiedades de los fluidos son calculados a una temperatura promedio de 45°C, considerando la composición porcentual de los componentes.

Tabla N° 7-6

Características del fluido a 45°C

Fluido	Acidos grasos y alcohol
Calor específico, kcal/kg °C	0,69
Viscosidad, cPo	3,33
Conductividad térmica, kcal/h m °C	0,159

Cálculo del área transversal del flujo

$$\frac{A_s = D_i C' B}{144 P_T}$$

Donde:

D_I : Diámetro interno de la coraza

C' : Claro entre tubos – diámetro externo de tubo

B : Espacio de deflectores

P_T : Arreglo de tubos

$$A_s = 0,0226 \text{ m}^2$$

Cálculo de la velocidad de masa

W : Flujo de masa de licor = 389,96 kg/h

$$G = W/A_s$$

$$G = 17254,87 \text{ kg/h m}^2$$

Cálculo del diámetro equivalente:

$$D_{eq} = \frac{4(P_T^2 - \pi d_o^2/4)}{\pi d_o}$$

$$D_{eq} = 0,038 \text{ m}$$

Cálculo del Número de Reynolds:

$$\frac{N_{Re} = D_{eq} G}{\mu}$$

Entonces:

$$N_{Re} = 54,7$$

Cálculo del coeficiente de transferencia de calor

Para calcular el coeficiente de transferencia de calor en el lado de la coraza, se utiliza la siguiente correlación:

$$h_1 = \frac{K_L}{D_{eq}} \left[\frac{D_{eq} G}{\mu} \right]^{1/3} \left[\frac{C_p \mu}{K_L} \right]^{1/3} \left[\frac{\mu}{\mu_w} \right]^{0.14}$$

Por lo tanto:

$$h_1 = 59,98 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Cálculo del coeficiente global de transferencia de calor

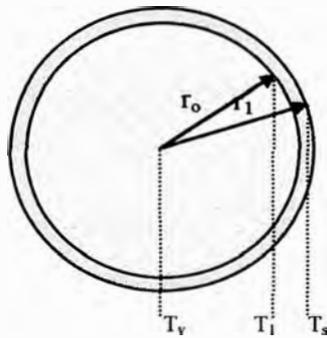


Fig. 7-17

De la gráfica mostrada, se tiene que:

$$r_o = 0,0166 \text{ m}$$

$$r_1 = 0,0191 \text{ m}$$

Además la conductividad térmica del acero es 14,04 kcal/m.h.°C.

El coeficiente global de transferencia de calor será:

$$U_o = r_o^{-1} [1/h_v r_o + 1/h_1 r_1 + \ln(r_1/r_o)/k]^{-1}$$

$$U_o = 67,49 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Cálculo de la diferencia media de temperatura para flujo concurrente

$$\Delta T_{LM} = \frac{(160 - 20) - (160 - 78,4)}{\ln [(160-20)/(160-78,4)]}$$

$$\Delta T_{LM} = 108,2^\circ\text{C}$$

Segundo Evaporador (Acido Esteárico)

$$Q_{33} = Q_{35} + Q_{34}$$

$$Q_{33} = m_{33} \lambda_v = m_{33} * 497,49$$

$$Q_{35} + Q_{34} = m_{35} C_p \Delta T + m_{\text{alcohol}} C_p \Delta T + m_{\text{alc}} \lambda_{\text{alc}}$$

$$Q_{35} + Q_{34} = 4708,70 \text{ kcal}$$

Entonces:

$$m_{33} = 94,51 \text{ kg (vapor de } 6 \text{ kgf/cm}^2\text{)}$$

Tabla N° 7-7

Características del Evaporador Horizontal^(a)

Material del Evaporador	Acero inoxidable 316
<u>Coraza</u>	
D_i : Diámetro interno, m	0,489
<u>Tubo</u>	
d_i : Diámetro interno, m	0,014
d_o : Diámetro externo, m	0,019
Pt : Arreglo de tubos, m	0,127
B : Espacio de deflectores 13 BWG, m	0,152
Número de pasos	6
Número de Tubos	192

(a) Características del evaporador horizontal estándar, Kern, D.Q., "Procesos de Transferencia de Calor", 946 (1986)

El cálculo del balance de energía en el lado del tubo y de la coraza son similares al cálculo realizado para el primer evaporador. Los resultados del cálculo del segundo evaporador se muestra en el cuadro N° 7-6.

Cuadro N° 7-6

h_v (kcal/hm ² °C)	D_{eq} (m)	A_s (m ²)	W Kg/h	G Kg/hm ²	N_{Re}	h_l (kcal/hm ² °C)	U_o (kcal/hm ² °C)	ΔTLM (°C)
11019,0	0,072	0,0155	265,2	17107,7	30,7	30,7	40,7	108,2

Condensador de Alcohol

$$Q_{41} = Q_{42}$$

$$Q_{41} = m_{41} C_p \Delta T$$

$$Q_{42} = m_{\text{alcohol}} C_p \Delta T + m_{\text{alc}} \lambda$$

$$Q_{41} = 196512,8 \text{ kcal}$$

Entonces:

$$m_{41} = 3930,3 \text{ kg (agua a } 25^{\circ}\text{C)}$$

Tabla N° 7-8

Material del Condensador	Acero al carbono
<u>Coraza</u>	
DI: Diámetro interno, m	0,489
<u>Tubo</u>	
D _i : Diámetro interno, pulg	0,014
d _o : Diámetro externo, pulg	0,019
Pt: Arreglo de tubos, pulg	0,025
B: Espacio de deflectores 13 BWG, pulg	0,127
Número de pasos	6
Número de Tubos	192

El cálculo del balance de energía en el lado del tubo y de la coraza son similares al cálculo realizado para el primer evaporador. Los resultados del cálculo del condensador de alcohol se muestra en el cuadro N° 7-7.

Cuadro N° 7-7

h_v (kcal/hm ² °C)	D_{eq} (m)	A_s (m ²)	W Kg/h	G Kg/hm ²	N_{Re}	h_1 (kcal/hm ² °C)	U_o (kcal/hm ² °C)	ΔTLM (°C)
101,5	0,025	0,014	1310,1	93578,6	1087,4	362,6	344,9	23,3

Tanque Separador de Fases

$$Q_{agua} = Q_{32}$$

$$m_{agua}Cp\Delta T = m_{32}Cp\Delta T$$

Reemplazando valores:

$$m_{agua} * 1 * (25-4) = 233,98 * 0,59 * (70-25) + 93,59 * 1 * (70-25)$$

$$m_{agua} = 496,37 \text{ kg}$$

7.4 Diseño de Equipos

Almacenamiento

La materia prima proveniente de los camales, se recepcionará en cilindros, los cuales serán almacenados en un cuarto de refrigeración a la temperatura de 15°C para la conservación del mismo.

El cuarto refrigerado es diseñado para almacenar cuatro lotes de producción de 1000 kg cada uno.

Cantidad de cilindros para 1 lote:

Para este cálculo se considerará la densidad aparente de la grasa de carnero igual a 0,8 kg/l

Por lo tanto:

$$1 \text{ barril} = 158,971 * 0,8 \text{ kg/l}$$

$$1 \text{ barril} = 127,176 \text{ kg}$$

Para 1000 kg de grasa, se necesitará:

$$\text{N}^\circ \text{ barriles} = \frac{1000 \text{ kg}}{127,176 \text{ kg}} = 7,863 \approx 8$$

Para cuatro lotes de producción:

$$\text{N}^\circ \text{ barriles} = 4 * 8 = 32$$

Dimensiones del cuarto de almacenamiento:

Dimensión barril: Altura = 86 cm, Diámetro = 49 cm

Considerando una distribución en forma de U en dos niveles, para fácil maniobra.

Altura: h

$$h (\text{cuarto}) = 2 * 86 + 2 * 15 (\text{altura de parihuelas}) + 2 * 25 (\text{espacio libre})$$

$$h (\text{cuarto}) = 2,5 \text{ m}$$

Largo: L

$$L (\text{cuarto}) = 6 * 60 \text{ m (ancho de parihuelas)} + 7 * 10 (\text{espacio libre})$$

$$L (\text{cuarto}) = 4,3 \text{ m}$$

Ancho: A

$$A (\text{cuarto}) = 5 * 60 \text{ cm (ancho de parihuelas)} + 6 * 10 (\text{espacio libre})$$

$$A (\text{cuarto}) = 3,6 \text{ m}$$

$$\text{Volumen total interno} = 2,5 * 4,3 * 3,6 = 38,7 \text{ m}^3$$

Lavado

Para el buen lavado de cada cilindro de materia prima, es recomendable utilizar duchas de aspersión con la finalidad de remover la sangre, partículas de polvo, pelos, etc.

La ducha consta de un lavadero de 2 m de largo por 0,5 m de profundidad y 0,75 m de ancho. El cual es aproximadamente 3 veces el contenido de un cilindro, con lo que se asegura una buena limpieza.

Picado

Como el sebo no está únicamente mezclado con porciones de tejidos, sino que se halla encerrada en las células de la epidermis, se precisa llevar a cabo una operación preliminar para facilitar su salida. Esta consiste en reducir la masa a trozos pequeños, lo que se hace mediante una picadora.

Para un ingreso de materia prima de 1000 kg. Se utilizará la picadora modelo MSO40.

Cuyas características técnicas son las siguientes:

Altura = 940 mm = 94 cm

Largo = 600 mm = 60 cm

Peso = 100 kg

Motor = Monofásico 1 CV

Correa = emva - 26

Capacidad = 1000 kg/hora

Carrera cuchilla = 1420 mm

Modelo boca = N° 44

Material interno = Acero inoxidable

En la Fig. N° 7-18, se representa una máquina de este género.

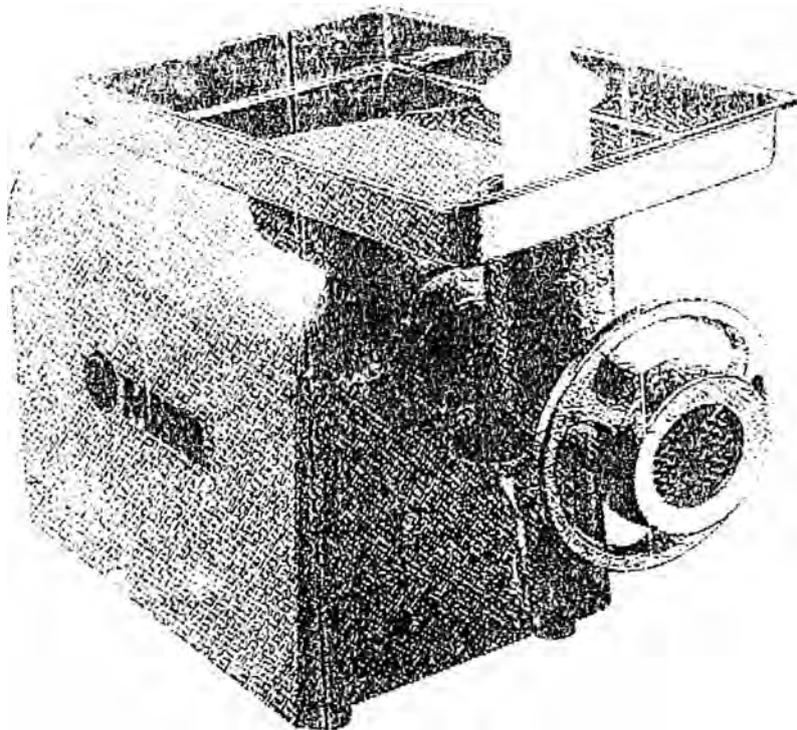


Fig. N° 7-18

Picadora de grasa Modelo MS40

Calentador (fusión de la materia prima)

Según que la fusión de la materia prima tenga lugar con o sin adición de agua, recibe el nombre de fusión seca o fusión húmeda. El método de fusión húmeda permite tener un rendimiento mejor de grasa.

La fusión de la materia prima se realizará mediante el uso de un calentador con ingreso de vapor directo.

Considerando un 25% de seguridad y 15% por el volumen ocupado por las cuchillas de banda mezcladora, se determinará las dimensiones del calentador:

$$\text{Flujo de grasa} = \frac{1000 \text{ kg/h}}{0,901 \text{ kg/l}}$$

$$\text{Flujo de grasa} = 1109,9 \text{ l/h}$$

Determinando el flujo por minuto:

$$\text{Flujo de grasa} = 18,50 \text{ l/min}$$

$$\text{Flujo de agua} = 0,85 \text{ l/min}$$

$$\text{Flujo total} = \text{Flujo de grasa} + \text{Flujo de agua}$$

$$\text{Flujo total} = 19,35 \text{ l/min}$$

$$\text{Flujo de diseño} = 1,4 * 19,35 = 27,09 \text{ l/min}$$

Tamaño nominal IPS = 0,4064 m

$$\text{Diámetro interno} = 0,381 \text{ m}$$

$$\text{Diámetro externo} = 0,4064 \text{ m}$$

$$\text{Area del conducto} = \pi D^2/4 = \pi(0,381)^2/4 = 0,1178 \text{ m}^2$$

$$\text{Velocidad} = \text{Flujo total}/\text{área} = (0,02709 \text{ m}^3/\text{min})/0,1178 \text{ m}^2$$

$$\text{Velocidad} = 0,23 \text{ m/min}$$

Considerando un tiempo de residencia de 5 minutos

$$\text{Longitud del conducto} = 5 * 0,23 = 1,15 \text{ m}$$

Además el conducto será revestido con un aislante, cuyas características son las siguientes:

Tabla N° 7-9

Características del Aislante^(a)

Aislante	Sílice (Espuma de sílice)
Temp. de la tubería, °C	93 – 148
Espesor, m	0,0381
Conduct. Térmica, kcal/h m °C	0,04768
Ventaja	No requiere una atmósfera evacuada, lo que permite la construcción de tuberías y recipientes de un solo casco.

(a) Perry, R.H., Chilton, C.H., "Biblioteca del Ingeniero Químico", 11-59, 11-60, Tomo III (1986)

Tanque Reactor Autoclave

Como se sabe que la relación de agua/grasa es de 1:1, y la cantidad de grasa neutra que ingresa al autoclave es 980 kg (1087,68 l), entonces la cantidad de agua para la hidrólisis será 980 l, por consiguiente el volumen ocupado en el autoclave será de 2067,68 l.

Considerando un margen de seguridad de 25% (incluye el ingreso de catalizador y el agua no desalojada en la primera etapa).

$$V_{tk} = 1,25 * 2067,68 \text{ l} = 2584,60 \text{ l} (2,58 \text{ m}^3)$$

$$V_{tk} = \text{Area} * \text{Altura}$$

$$V_{tk} = (\pi T^2/4)T$$

Considerando la relación óptima para materiales aceitosos la altura y el diámetro 1/1.

$$T = 1,48 \text{ m} \cong 1,50 \text{ m}$$

$$H = 1,48 \text{ m} \cong 1,50 \text{ m}$$

El tanque cilíndrico será de base cónica, techo plano.

Cuerpo de la plancha de acero inox. AISI 316L de 6mm^(a)

Fondo de la plancha de acero inox. AISI 316L de 7mm

Tapa superior plancha de acero inox. AISI 316L

Recubierto con material aislante Sílice.

Espesor del aislante 5 cm.

(a) Se debe notar que el espesor de la plancha del tanque regulador está relacionada con la característica del trabajo a realizar, este tanque debe resistir la inyección de vapor para el calentamiento, por lo tanto el espesor recomendado por los fabricantes es de 6 a 7 mm.

Tabla N° 7-10

Características del tanque

Material del tanque	Acero inoxidable AISI 316
Conductividad térmica, kcal/h m °C	14,036
Diámetro del tanque, m	1,5
Altura del tanque, m	1,5
Espesor de la plancha, m	0,012
Material del aislante	Sílice
Conductividad térmica, kcal/h m °C	0,048
Espesor del aislante, m	0,050

Tabla N° 7-11

Características del fluido

Fluido	Grasa
Densidad, kg/m ³	901
Viscosidad, cPo	1,70
Calor específico, kcal/kg°C a 160°C	0,585
a 126,7°C	0,560
Conductividad térmica, kcal/h m °C	0,128

Diseño del agitador:

Para la agitación en el tanque autoclave se usará un impulsor tipo hélice con flujo axial de entrada superior.

El diámetro óptimo de la hélice será de 0,4 del diámetro equivalente del tanque.

$$D_i = 0,4 * 1,5 \text{ m} = 0,6 \text{ m}$$

Considerando que el impulsor tendrá 4 alabes inclinados, la razón del ancho del alabe respecto al diámetro (W/D_i) será de 1/5 cuyo número de potencia (N_p) será de 1,37.

$$W/D_i = 1/5 \Rightarrow W = D_i/5$$

$$W = 0,6/5 = 0,12 \text{ m}$$

Estimación inicial del Número de Reynolds para el impulsor:

$$N_{Re} = D^2 N \rho / \mu$$

Suponiendo una velocidad de 100 RPM al utilizar las propiedades del fluido, gravedad específica de 0,901 y viscosidad a 160 °C, 1,70 cPo, la estimación inicial del Número de Reynolds es:

$$N_{Re} = 316388$$

En la Fig. 12-2 (Apéndice) para este N_{Re} se tiene el número de bombeo de 0,69

$$N_Q = Q / (ND^3)$$

La velocidad en volumen para la mezcla de líquidos con una diferencia de gravedad específica menor de 0,1, se considerará 0,09 m/s.

Entonces la capacidad de bombeo Q será:

$$Q = 0,09 \text{ m/s} * \pi * (1,5\text{m})^2/4$$

$$Q = 0,16 \text{ m/s} = 9,54 \text{ m}^3/\text{min}$$

Entonces con la capacidad de bombeo se encontrará la nueva velocidad del impulsor:

$$N = Q/(N_Q D^3)$$

$$N = 64,8 \text{ RPM}$$

Con esta velocidad de impulsor $N = 64,8 \text{ RPM}$ y $D_i/T = 0,4$, se hallará el nuevo Número de Reynolds e ingresando a la Fig. 12-2 (Apéndice), se halla el nuevo Número de bombeo, se realiza el cálculo repetidas veces hasta que se mantenga constante el Número de Revoluciones.

Al realizar el cálculo iterativo para la velocidad del agitador, se tiene el siguiente cuadro de resultados:

Cuadro N° 7-8

Determinación del número de revoluciones

Iteración	N_{Re}	N_Q	N (RPM)
0	316388	0,69	64,8
1	205019	0,69	64,8

Por consiguiente se requiere una velocidad de 64,8 RPM para obtener un número de bombeo de 0,69, cuando se utiliza un impulsor de 0,60 m de diámetro.

Según el cálculo de diseño la velocidad del agitador es de 64,8 RPM,

entonces se elegirá un reductor industrial de velocidad de 68 RPM. Si se utiliza esta velocidad en volumen, se incrementa a aproximadamente 0,0043 m/s; un cambio imperceptible en relación con el funcionamiento del agitador.

Diseño del Serpentín

Anteriormente se determinó la cantidad del flujo de calor necesario para mantener el sistema a 160°C. Siendo este valor $Q_s = 1257,33$ kcal/h.

Además :

$$Q_s = U_s A L \Delta T = U_s \pi D_s L \Delta T$$

Por consiguiente la longitud del serpentín será:

$$L = 14,77 \text{ m}$$

El serpentín estará a una distancia de 5 cm respecto del diámetro del tanque, y el diámetro del serpentín será mayor que el diámetro del impulsor, por consiguiente el diámetro del serpentín será $= 1,50 \text{ m} - 2 * 0,0254 = 1,40$.

Y la longitud de la circunferencia será:

$$\pi * D_s = \pi * 1,40 = 4,40 \text{ m}$$

De donde el número de vueltas será :

$$\text{N}^\circ \text{ vueltas} = L/\pi D_s = 14,77/4,40 = 3,5 \text{ vueltas}$$

Luego el volumen ocupado por el serpentín será:

$$V_s = \pi r^2 L = (\pi D_s^2/4)L$$

$$V_s = (\pi * 0,0335^2/4) * 14,77$$

$$V_s = 0,01 \text{ m}^3$$

Tanque Regulador

La forma del tanque será cilíndrica, con fondo cónico para permitir la salida de la grasa.

$$\text{Volumen total de grasa} = 1000 \text{ kg} / 0,901 \text{ kg/l} = 1109,88 \text{ l}$$

$$\text{Volumen total de agua} = 50,96 \text{ kg} / 1 \text{ kg/l} = 50,96 \text{ l}$$

$$\text{Volumen total} = 1160,84 \text{ l}$$

Considerando 25% más sobre el volumen total, para cualquier reposición de vapor.

$$\text{Volumen total} = 1451,05 \text{ l}$$

Considerando la relación óptima para materiales aceitosos, la altura y el diámetro 1/1.

$$\text{Volumen} = \text{Area} * \text{Altura}$$

$$1,45105 \text{ m}^3 = (\pi T^2/4) * T$$

$$T = 1,23 \text{ m}$$

Por lo tanto:

$$\text{Diámetro del tanque} = 1,23 \text{ m}$$

$$\text{Altura del tanque} = 1,23 \text{ m}$$

El tanque será de forma cilíndrica y techo plano, de aleación aluminio N° 1100 que tiene composición nominal 99% a más.

Cuerpo de plancha de aluminio de 6 mm de espesor

Fondo de plancha de aluminio de 7 mm de espesor

Tapa superior en plancha de aluminio.

Tabla N° 7-12

Características del tanque regulador

Material del tanque	Aluminio
Conductividad térmica, kcal/h m °C	191,21
Diámetro del tanque, m	1,23
Altura del tanque, m	1,23
Espesor de la plancha, m	0,012
Diámetro del impulsor, m	1,61
Velocidad del impulsor, RPM	76,44
Material del aislante	Sílice
Conductividad térmica, kcal/h m °C	0,04768
Espesor del aislante, m	0,03810

Tabla N° 7-13

Características del Fluido a 80°C

Fluido	Grasa
Gravedad específica	0,901
Densidad, kg/m ³	901,01
Viscosidad, cPo	0,1455
Calor específico, kcal/kg°C	0,535
Conductividad térmica, kcal/h m°C	0,12218

Diseño del agitador:

Para la agitación de la grasa se usará un impulsor tipo hélice con flujo axial de entrada superior.

Para el diseño del agitador se sigue el mismo procedimiento de cálculo que el tanque reactor autoclave. Los resultados se detallan en el cuadro N° 7-9.

Cuadro N° 7-9

Equipo	T (m)	H (m)	D₁ (m)	W (m)	N_{Re}	Q (m³/min)	N_Q	N (RPM)
Tanque regulador	1,23	1,23	0,492	0,098	20385	6,54	0,675	84

Tanque de Almacenamiento Temporal

Se considerará el almacenamiento para 4 lotes. Tomando en cuenta el 25% de seguridad y la relación óptima altura y diámetro 1/1 se tiene:

$$\text{Volumen} = 1,25 * 4 * 980 \text{ kg} / 901 \text{ kg/m}^3$$

$$\text{Volumen} = 5,44 \text{ m}^3$$

Luego:

$$\text{Volumen} = \text{Area} * \text{Altura}$$

$$5,44 \text{ m}^3 = (\pi T^2 / 4) * T$$

$$T = 1,90 \text{ m}$$

Por lo tanto:

$$\text{Diámetro del tanque} = 1,90 \text{ m}$$

$$\text{Altura del tanque} = 1,90 \text{ m}$$

El tanque será de forma cilíndrica y techo plano, de aleación aluminio N° 1100 que tiene composición nominal 99% a más.

Cuerpo de plancha de aluminio de 6 mm de espesor

Fondo de plancha de aluminio de 7 mm de espesor

Tapa superior en plancha de aluminio.

Tabla N° 7-14

Características del tanque de almacenamiento

Material del tanque	Aluminio
Conductividad térmica, kcal/h m°C	191,21
Diámetro del tanque, m	1,90
Altura del tanque, m	1,90
Espesor de la plancha, cm	0,5
Material del aislante	Sílice
Conductividad térmica, kcal/h m °C	0,048
Espesor del aislante, cm	3,8

Tabla N° 7-15

Características de la grasa fundida a 80°C

Fluido	Grasa
Gravedad específica	0,901
Densidad, kg/m ³	901
Viscosidad, cPo	14,55
Calor específico, kcal/kg °C	0,535
Conductividad Térmica, kcal/h m °C	0,122

Diseño del Agitador y Serpentin

La grasa fundida por el proceso anterior, baja su temperatura aproximadamente a 70°C. Las propiedades se consideraran las mismas que para el tanque regulador.

Para la agitación de la grasa se usará un impulsor tipo hélice con flujo axial de entrada superior.

Los resultados del diseño del agitador y del serpentin del tanque de almacenamiento se muestra en el cuadro N° 7-10.

Cuadro N° 7-10

Agitador							
T (m)	H (m)	D_i (m)	W (m)	N_{Re}	Q (m ³ /min)	N_Q	N (RPM)
1,90	1,90	0,76	0,152	30844	15,46	0,68	56
Serpentin							
h_s (kcal/hm ² °C)	h_l (kcal/hm ² °C)	U_s (kcal/hm ² °C)	Q_s (kcal/h)	D_s (m)	L (m)	V_s³ (m ³)	N° vueltas
22696,9	303,2	269,4	784,0	0,0335	24,86	0,022	4,5

Tanque de Acidificación

El volumen de ácido 1 N necesario será:

$$V_{22} = V_{\text{ácido}} + V_{\text{agua}}$$

$$V_{\text{ácido}} = 0,31 * \frac{980 \text{ kg}}{10} = 30,38 \text{ (HCl 10 N)}$$

$$V_{\text{agua}} = 277,83 \text{ L}$$

$$V_{22} = 30,38 + 277,83 = 308,21 \text{ L}$$

Se calculará el volumen del tanque según el volumen de ácidos grasos y agua de lavado.

$$V_{\text{tk}} = V_{20} + V_{21} + V_{22}$$

Donde:

V_{tk} : Volumen del tanque de acidificación

V_{21} : Volumen agua lavado

V_{22} : Volumen de ácido 1N

V_{20} : Volumen ácidos grasos

Por consiguiente:

$$V_{\text{tk}} = 1,3 + 1,65 + 0,31$$

$$V_{\text{tk}} = 3,26 \text{ m}^3$$

Considerando un margen de seguridad de 25%.

$$V_{\text{tk}} = 3,26 * 1,25 = 4,075 \text{ m}^3$$

$$V_{\text{tk}} = \text{Area} * \text{Altura}$$

$$V_{\text{tk}} = (\pi D^2/4) * D$$

$$4,075 = \pi * D^3/4$$

Entonces:

$$T = 1,73 \text{ m} \cong 1,75 \text{ m}$$

$$H = 1,73 \text{ m} \cong 1,75 \text{ m}$$

El tanque cilíndrico será de base cónica, techo plano.

Cuerpo de la plancha de acero inox. AISI 316L de 6mm

Fondo de la plancha de acero inox. AISI 316L de 7mm

Tapa superior plancha de acero inox. AISI 316L

Recubierto con material aislante Sílice.

Espesor del aislante 5 cm

Diseño del Agitador y del Serpentín:

Para la agitación en el tanque de acidificación se usará un impulsor de tipo hélice de flujo axial de entrada superior.

Los resultados del diseño del agitador y del serpentín del tanque de almacenamiento se muestra en el cuadro N° 7-11.

Cuadro N° 7-11

Agitador							
T (m)	H (m)	D_i (m)	W (m)	N_{Re}	Q (m ³ /min)	N_Q	N (RPM)
1,73	1,73	0,70	0,14	85083	13,18	0,68	56
Serpentín							
h_s (kcal/hm ² °C)	h_l (kcal/hm ² °C)	U_s (kcal/hm ² °C)	Q_s (kcal/h)	D_s (m)	L (m)	V_s³ (m ³)	N° vueltas
22696,9	635,4	663,7	1162,03	0,0335	14,95	0,013	3,0

Centrífuga decantadora

La eliminación de los chicharrones se realizará en una centrífuga decantadora tipo continuo con transportador helicoidal. (Fig. 7-19)

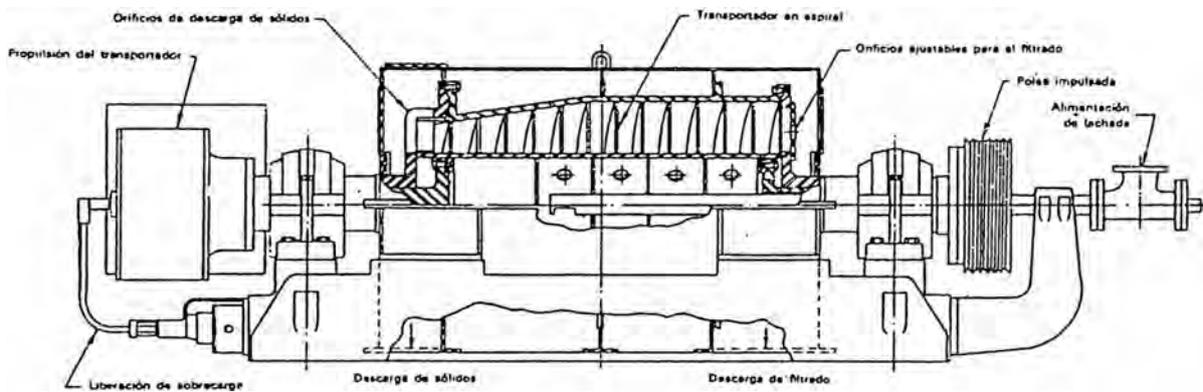


Fig. 7-19

Centrífuga cilíndrica y cónica de transportador helicoidal

Esta centrífuga consiste en un tazón de paredes sólidas con un eje de rotación horizontal. La fuerza centrífuga hace que la superficie del líquido sea esencialmente paralela al eje de rotación. Los orificios de descarga del sólido localizados a un extremo del tazón son normalmente menor que los orificios de descarga del líquido que se encuentran al otro extremo. La alimentación se introduce por medio de un tubo concéntrico hasta a un punto apropiado del tazón. La fase líquida busca el nivel de los orificios en el radio mayor y se descarga continuamente por ellos. Los sólidos pesados que se sedimentan contra las paredes del tazón se transportan en forma continua al otro extremo

del recipiente, mediante un transportador de gusano helicoidal que se extiende a todo lo largo del tazón.

El rendimiento es de hasta 20 gal/min de líquido y 0,03 a 0,25 ton/h de sólidos. La velocidad es de 8000 RPM y la potencia utilizada por el motor de esta centrífuga es de 5 HP.

Centrífuga purificadora

En esta centrífuga se eliminan los sólidos finos remanentes en la grasa fundida. El tipo de centrífuga a utilizar es la centrífuga de discos.

La alimentación se emite al centro del tazón cerca de su fondo, y se eleva a través de una pila o un montón de “discos” de lámina metálica –que son en realidad conos truncados- espaciados a distancias de 0,038 a 0,32 cm. Dicha pila puede tener 100 discos o más.

La finalidad de los discos es principalmente reducir la distancia de sedimentación, puesto que una partícula sólida debe recorrer sólo una distancia corta antes de llegar a la parte inferior de uno de los discos. Una vez ahí se extrae del líquido, porque la probabilidad de que vuelva a entrar en el efluente es muy pequeña.

El rendimiento es de 5 a 50 gal/min de líquido. La velocidad es de 7500 RPM y la potencia utilizada por el motor de esta centrífuga es de 6 HP.

Esta centrífuga es la que se utiliza en la purificación de la grasa como en la separación de los ácidos grasos sólidos de los líquidos.

Tanques de Almacenamiento

Los tanques de almacenamiento, se han diseñado considerando un número determinado de lotes, y un factor de seguridad del 25% sobre la capacidad. Las características de los tanques de acero inoxidable AISI 316 y aluminio N° 1100, se detallan en las tablas N° 7-10 y 7-12.

Para el diseño de estos tanques de almacenamiento se sigue el mismo procedimiento de cálculo que para el tanque reactor autoclave ó tanque de almacenamiento temporal.

Cuadro N° 7-12

Tanque de Almacenamiento	N° Lotes	Capacidad (m ³)	Relación T/H	T (m)	H (m)	Material
Agua	-	12,5	1:2	2,5	5,0	Aluminio N° 1100
Alcohol	4	5,9	1:1	2,0	2,0	Aluminio N° 1100
Separador	1	0,45	1:1	1,0	1,0	Acero inoxidable 316
Acido esteárico	12	14,25	1:2	2,1	4,2	Acero Inixidable 316
Acido oleico	12	2,3	1:2	1,15	2,30	Acero inoxidable 316

Cristalizador

Diseño del Cristalizador

Se empleará un cristalizador continuo con agitación del tipo horizontal.

Uno de los tipos de cristalizador continuo más corrientemente utilizado en la actualidad (con enfriamiento únicamente), es el Cristalizador de Swenson Walker, representado en la Fig. 7-20.

Según diseño está formada por una artesa cilíndrica A, de acero inoxidable IPS 316, compuesta por dos tubos concéntricos de 56 y 61 cm de ancho y 4,5 m de largo, que lleva una camisa de agua B, soldada por el exterior de la artesa y un agitador de baja velocidad y gran paso de hélice helicoidal que gira a 7,5 RPM; y que llega a 1/8" del diámetro interno del cristalizador.

Los ácidos grasos en conjunto con el alcohol en caliente que ha de cristalizar, se alimenta por un extremo de la artesa, y el agua de enfriamiento fluye en contracorriente a 4 °C. El objeto del espiral del agitador no es fundamentalmente la agitación de los cristales y el transporte de los mismos. Su objeto es, primero, impedir la acumulación de los cristales sobre la superficie de enfriamiento y segundo, elevar los cristales que ya se han formado y sumergirlos en la solución. De esta forma, los cristales crecen mientras están suspendidos libremente en el líquido y por tanto, están sueltos, son de tamaños razonables y están de inclusiones o agregaciones.

En el extremo del cristalizador opuesto a la alimentación, hay una salida para los cristales y el líquido madre rebosa a una mesa o caja de escurrido, de la que el líquido madre sale y se envía al primer evaporador de alcohol, y

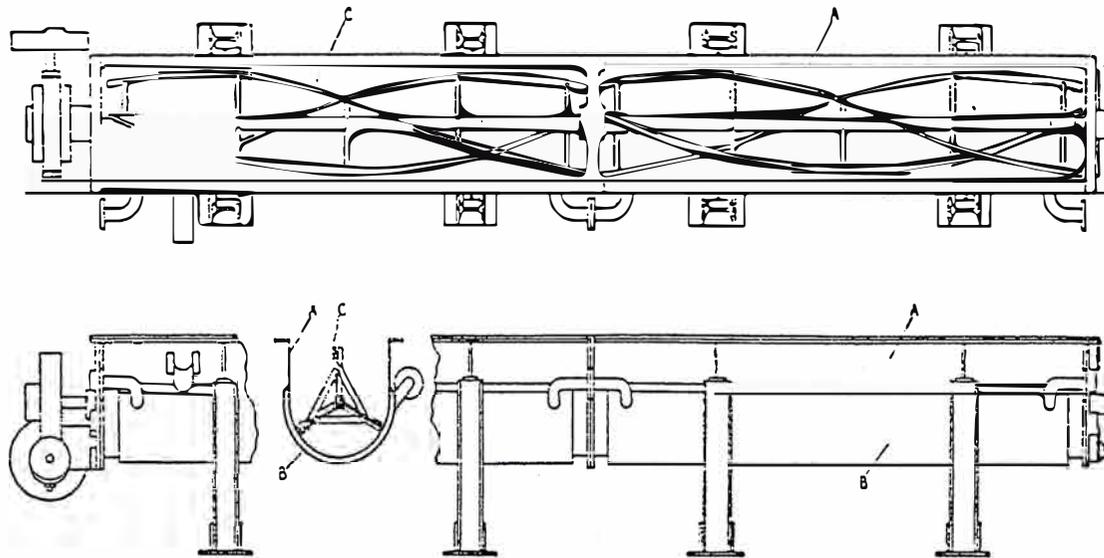


Fig. 7-3

Cristalizador Swenson Walker
A, artesa; B, camisa; C, agitador.

mientras que los cristales mojados se alimentan al segundo evaporador.

Los ácidos grasos provenientes de la acidificación y posterior lavado, tienen las siguientes características:

$$m_{24} = 935,9 \text{ kg} + 10\% \text{ de humedad (93,59 kg de agua)}$$

Composición:

Acido Oleico 14,0% (131,03 kg)

Acido Estearico 60,2% (563,41 kg)

Acido Palmítico 25,8% (241,46 kg)

Temperatura = 70°C

Punto de fusión de 56,3 °C.

La solubilidad de los ácidos grasos en 100 partes de alcohol etílico es la siguiente:

Tabla N° 7-16

Solubilidad en 100 partes de alcohol^(a)

Acido Grasos	20°C	50°C
Acido estearico	2	100
Acido Palmítico	9	>100
Acido Oleico	∞	∞

(a) Perry, R.H., Chilton, C.H., "Biblioteca del Ingeniero Químico", Tabla 3-2, Tomo I, (1986).

En el proceso de cristalización se usará alcohol a 70°C en proporción 1:1 con los ácidos grasos.

Para la refrigeración del agua necesaria para llevar a cabo el proceso de cristalización del ácido oleico, se utilizará un equipo de refrigeración (chiller).

Cálculo de la longitud del cristalizador

Calor extraído por el agua para 1 horas es igual 19965,9 kcal.

$$Q = U_o A \Delta T_{LM}$$

Donde: $A = \pi D L = 1,83 \pi L$

$$L = 5,5 \text{ m}$$

Evaporador y Condensador

El evaporador de ácido oleico y ácido esteárico es del tipo horizontal de acero inoxidable cuyas características se detalla en la tabla N° 7-5 y N° 7-7.

El condensador de alcohol es horizontal de acero al carbono cuyas características se detalla en la tabla N° 7-8.

Para realizar el diseño del evaporador de ácido esteárico y ácido oleico, y el condensador de alcohol se ha seguido el mismo procedimiento de cálculo que para el cristalizador. Los resultados se muestran en el cuadro N° 7-13

Cuadro N° 7-13

Equipo	Q (kcal/h)	U _o (kcal/hm ² °C)	ΔT _{LM} (°C)	D (m)	L (m)	Material
Cristalizador	19965,9	69,3	29,8	0,56	5,5	Acero Inoxidable 316
Evaporador de ácido oleico	73009,5	67,5	108,2	0,89	3,6	Acero Inoxidable 316
Evaporador de ácido esteárico	15672,9	40,7	108,2	0,49	2,3	Acero inoxidable 316
Condensador	65504,3	344,9	23,32	0,54	4,8	Acero al carbono

Bombas

Bomba espiral de rotor simple:

La grasa que sale del tanque regulador, es bombeada hacia la centrífuga decantadora, para eliminar los chicharrones. Para ello se utilizará una bomba de desplazamiento positivo, (ver Fig. 7-21). Se muestra la disposición en la que el rotor metálico macho de diseño singular, gira sin franqueo en un manguito hembra estacionario elastomérico.

Los franqueos amplios de los cojinetes exigen por lo común que el líquido tenga buenas características de lubricación para evitar el contacto entre metales.

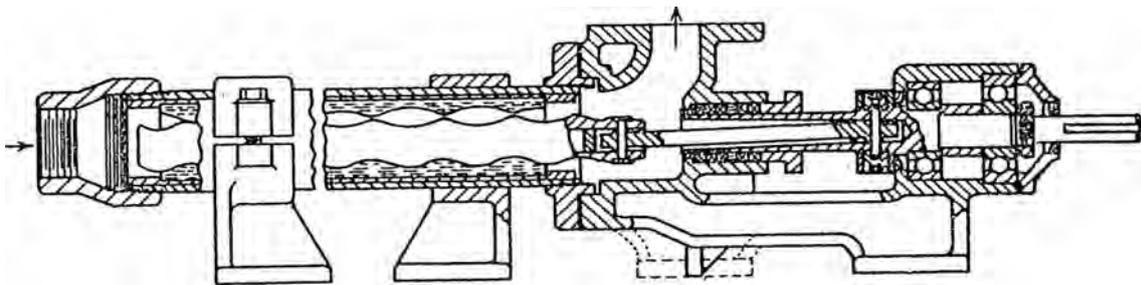


Fig. 7-21

Bomba espiral de rotor simple

Para determinar la potencia requerida de esta bomba se considerará la carga del líquido (L) más la altura para elevar (H) igual a 7,62 m (25 ft):

La masa total a la salida del tanque regulador

$$m_5 = 1050,96 \text{ kg}$$

Luego el volumen total será:

$$V_5 = 1000/0,901 + 50,96/1 = 1160,84 \text{ L}$$

$$V_4 = 306,7 \text{ gal}$$

Para una capacidad de la bomba de 180 GPM, se calculará la potencia requerida expresados en HP, según la siguiente fórmula (Manual de Cálculos de ingeniería Química, Nicholas Chopey, 1986, 6-50):

$$\text{Pot}_{\text{teórica}} = \frac{V * \text{G.E.} * (L + H)}{1618,6 * \xi}$$

Donde:

Pot : Potencia de la bomba, kW

V : Capacidad de la bomba, GPM

G.E : Gravedad específica del fluido

L : Carga de líquido, m

H : Altura para elevar, m

ξ : Eficiencia de la bomba

$$\text{Pot}_{\text{teórica}} = \frac{180 * 0,901 * (7,62)}{1618,6 * 0,70}$$

$$\text{Pot}_{\text{teórica}} = 1,1 \text{ kW (1,5 HP)}$$

Nota: Por lo general la eficiencia hidráulica de una bomba centrífuga varía entre 60 y 80%; en las bombas de pistón varía entre 50 y 90%; para las bombas rotatorias, el intervalo es de 50 a 90%.

Los cálculos del diseño para las bombas utilizadas en el proceso, siguen el mismo procedimiento que para la bomba de rotor simple. Los resultados se muestran en el cuadro N° 7-14.

Cuadro N° 7-14

Bomba	V (GPM)	G.E.	(L+H) (m)	P (Watts)	P (HP)	Tipo	Material
Grasa fundida	180	0,901	7,62	1,1	1 1/2	Espiral de rotor simple desplazamiento positivo	Acero inoxidable 316
Grasa neutra	100	0,901	7,62	0,6	1	Centrífuga	Acero inoxidable 316
Agua	90	1,000	30,72 ^(a)	2,6	3 1/2	Centrífuga	Hierro y Acero
Acidos grasos del autoclave	250	0,800	7,62	1,35	2	Centrífuga	Acero inoxidable 316
Acido (HCl)	40	1,010	7,62	0,30	1/2	Centrífuga	Resinas fenólicas (Haveg)
Acidos grasos del acidificador	100	0,800	7,62	0,54	3/4	Centrífuga	Acero inoxidable 316
Alcohol	200	0,789	7,62	1,06	1 1/2	Centrífuga	Hierro y Acero
Acidos grasos del separador	100	0,884	7,62	0,59	1	Espiral de rotor simple desplazamiento positivo	Acero inoxidable 316

(a) De las consideraciones tomadas para las bombas en el diseño se debe agregar la carga debido a la presión ejercida por el tanque cerrado donde descarga la bomba. Presión interna del tanque (Ptk) = 2,5 kg/cm², luego la carga equivalente en metro será $10,03 \times 2,5 = 25,1$ m.

VIII. COSTO DE EQUIPOS Y COSTO DE TRANSFORMACION DEL PRODUCTO

La actualización de los costos se llevó a cabo utilizando los índices de costos de Marshall y Stevens (Revistas de Chemical and Engineering) determinando los costos del texto Peters referidos a Enero de 1999, se tomaron de las gráficas correspondientes cada uno de los equipos utilizados.

$$\frac{C_{99}}{I_{99}} = \frac{C_{90}}{I_{90}} * C_{99}$$

Para el caso de los equipos importados se incluye el factor de 1,20 adicional, correspondiente al ad. valorem flete y otros.

$$C_{99} = \frac{I_{99}}{I_{90}} * C_{90} * 1,2$$

8.1 Costo de los Equipos

Cuadro N° 8-1

Cantidad	Equipos	Costo (\$)
1	Picadora	1593,00
1	Calentador de fusión	4165,40
1	Tanques regulador	3988,40
1	Tanque almacén. de grasa fundida	14122,24
1	Reactor	8774,48
1	Tanque de almacen.de agua	4330,60
1	Tanque de almacen.de alcohol	8755,60
1	Tanque de acidificación	13711,60
1	Tanque separador de ácidos grasos	1893,80
1	Tanque de almac. de ácido esteárico	15150,40
1	Tanque de almac. de ácido oleico	5900,00
2	Calentadores eléctricos	14160,00
1	Cristalizador Swenson Walker	17675,22
1	Evaporador – ácido oleico	27776,02
1	Evaporador – ácido esteárico	21464,20
1	Condensador de alcohol	4040,32
1	Caldera	9263,00
1	Centrífuga rotor simple (helicoidal)	27125,84
2	Centrífuga purificador de disco	65082,29
8	Bombas	4543,00
1	Equipo de tratamiento de agua	4130,00
1	Sistema de refrigeración	14524,62
1	Unidad de transporte	26550,00
	Costo Total de Equipos	318,720,03

8.2 Costo de transformación del producto

Para determinar el costo de transformación del producto se determinará todos los costos directos que influyen en la producción del ácido esteárico como son costo de materia prima, vapor, energía eléctrica, agua, e insumos químicos.

Costo de la Materia Prima

Los costos de la materia prima está determinada por los costos de la grasa, combustible y los costos relacionados con la persona encargada de transportarlos en la unidad de transporte respectiva.

Peso de grasa = 1000 kg

Costo de grasa = 1000 kg * 0,142 \$/kg = 142,00 \$/lote

Costo de vapor

Se considera el consumo de combustible necesario para abastecer la planta de vapor.

Cuadro N° 8-2
Consumo de vapor por lote

Equipo	Consumo de vapor (kg)
Calentador	50,96
Tanque regulador	0,753
Tanque de almacen. de grasa fundida	7.9
Reactor	551,46
Tanque de acidificación	0,585
1er. Evaporador	440,4
2do. Evaporador	94,51
Consumo total por lote	1146,57

$$\text{Costo de vapor} = 1146,57 \text{ kg/lote} * (4,5 \text{ gal/h}) / (234,5 \text{ kg/h}) * 1,7 \text{ \$/gal}$$

$$\text{Costo de vapor} = 37,4 \text{ \$/lote}$$

El caldero a utilizar para la generación de vapor es de tipo vertical, de 15 BHP. La potencia de este caldero es de 15 HP y el consumo de combustible de 4,5 gal/h de diesel 2. La producción de vapor generado por el caldero es de 234,5 kg/h cantidad suficiente para abastecer a la planta.

Costo de Electricidad

Cuadro N° 8-3

Consumo de energía por hora

Equipo	Potencia motor Kwatts
Bombas	8
Caldera	12
Calentadores	38
Centrífugas	8
Picador	0,75
Sistema de Refrigeración	3
Total Kwatts por lote	69,75

Considerando que el consumo real es el 85% de la capacidad de los motores se tiene que el consumo de energía es de 59,3 Kwatts-h.

$$\text{Costo de energía eléctrica por lote} = 59,3 \text{ kwatts-h} * \frac{0,14 \$}{1 \text{ kwatt-h}}$$

$$\text{Costo anual de energía eléctrica} = 8,3 \$/\text{lote}$$

Costo de agua

Cuadro N° 8-4

Consumo de agua por lote

Equipo	Consumo de agua (kg)
Reactor	1424,2
Tanque de acidificación	1650,0
Cristalizador ¹	3743,6
Condensador	3930,3
Tanque separador de fases	496,4
Consumo total de agua por lote	11244,5

Nota: El agua que se utiliza en el cristalizador es agua de recirculación, por consiguiente, para el consumo anual se considerará solo inicialmente.

$$\text{Costo de agua de proceso por lote} = 11,24 \text{ m}^3/\text{lote} * 0,3 \text{ \$/m}^3$$

$$\text{Costo de agua de proceso por lote} = 3,4 \text{ \$/ lote}$$

$$\text{Consumo de agua para caldera} = 11,46 \text{ m}^3/\text{lote} * \$ 0,3/\text{m}^3 = 3,44 \text{ \$/lote}$$

$$\text{Costo total de agua} = 6,84 \text{ \$/lote}$$

Costo de Catalizadores y Reactivos

Cuadro N° 8-5

Consumo de catalizador y Acido Clorhídrico

Producto	Consumo por lote
Oxido de zinc (kg)	6,86
Polvo de zinc (kg)	2,94
HCl 10N (kg)	30,82

Costo del Oxido de zinc = 6,86 kg * \$2,50/1kg = 17,2 \$/lote

Costo del zinc en polvo = 2,94 kg * \$3,20/1kg = 9,4 \$/lote

Costo total del catalizador = 26,6 \$/lote

Costo de HCl = 30,82 kg/lote * \$0,205/kg

Costo de HCl = 6,32 \$/lote

Costo de Alcohol:

El alcohol utilizado para la cristalización de los ácidos es alcohol etílico al 96%. Para iniciar el proceso se utiliza 935,9 kg de alcohol, del cual se recupera por evaporación y condensación, y sólo se considerará para la producción por lote la reposición necesaria de 1%.

$$\text{Costo de alcohol} = 0,01 * \frac{935,9 \text{ kg}}{0,789 \text{ kg/l}} * \$0,57/l$$

Costo de alcohol = 6,76 \$/lote

De los costos determinados se calcula el costo total de la transformación del producto por lote.

Cuadro N° 8-6

Costo	\$/lote
Materia prima	142,0
Alcohol	6,8
Catalizador	26,6
Acido (HCl)	6,3
Agua	6,8
Vapor	37,4
Electricidad	8,3
Costo total	234,2

El costo total por lote es de \$ 234,2 para una producción de 935,9 kg de ácidos grasos (ácido esteárico y ácido oleico).

Por consiguiente el costo de transformación por kilogramo es de \$ 0,25.

Costo muy por debajo del precio actual en el mercado que es en promedio 1,8 \$/kg.

IX. DISCUSION DE RESULTADOS

1. El sebo de carnero que se utilizó en este estudio, procede de los órganos internos del carnero, puesto que los tejidos grasos, formados por células rellenas de ellas, se encuentran principalmente bajo la piel, en los tejidos de la cavidad abdominal, en el corazón, en los riñones, en el hígado y en los huesos.
2. De los resultados obtenidos del tratamiento previo de la materia prima, se comprueba la gran cantidad de ácidos grasos presentes en los órganos internos del carnero (97,62% de grasa neutra).
3. El punto de fusión promedio de 46°C, de la materia prima, nos indica la mínima temperatura de trabajo para la fusión, teniendo en consideración que para esta operación no se debe sobrecalentar a temperaturas mayores de 100°C, lo cual traería como consecuencia, la oxidación con el aire, y el detrimento de la materia prima, muy perjudicial para el color de la misma.
4. El contenido de impurezas y humedad de la materia prima previamente tratada, es de 0,02% y 0,05% respectivamente, lo cual puede considerarse como despreciable.
5. El porcentaje de acidez libre de la materia prima tratada, nos indica que existe 0,3365% de ácidos grasos libres, de lo cual se deduce que queda 99,6635% de ácidos grasos por desdoblar.

6. La determinación del índice de saponificación es uno de los puntos importantes en las pruebas de la materia prima tratada. En primer lugar nos permite determinar muchas de las propiedades que caracterizan a las grasas y aceites, por ejemplo, el porcentaje de desdoblamiento. El índice de saponificación, de 220,66 nos indica que está dentro de las especificaciones para la grasa de carnero. Yabar (2)
7. Los resultados obtenidos del contenido de ácidos grasos saturados e insaturados, nos muestran las cantidades porcentuales del producto en la materia prima, el cual determina la cantidad de ácido esteárico que se puede extraer al final de cada lote.
8. Las primeras pruebas de hidrólisis se realizaron con el objetivo de determinar la relación óptima de agua/grasa. Se iniciaron las pruebas con una cantidad estequiométrica de agua, concluyendo por los resultados obtenidos, una cantidad insuficiente.

Posteriormente se incremento la cantidad de agua a 25%, 50%, 100%, 150% y 200% con respecto al peso de grasa. Los resultados obtenidos fueron satisfactorios a medida que se incrementaba la cantidad de agua. Trabajando con cantidades de agua mayores al 100%, dificulta la toma de muestra, además no se observa un incremento significativo del porcentaje de desdoblamiento. Por otro lado se estaría trabajando con volúmenes de agua mayores a la materia prima lo cual dificulta posteriormente su separación. Además el empleo de mayor cantidad de agua significa un incremento del consumo de energía necesaria para elevar la temperatura del agua. Agua caliente prácticamente innecesaria para el proceso de

desdoblamiento. Por lo expuesto anteriormente se concluye que la relación óptima de agua/grasa es 1:1. Con pruebas posteriores se comprueba que con el desalojo de la fase acuosa y su reposición por agua fresca, manteniendo la relación agua/grasa 1:1, se incrementa al máximo el desdoblamiento de la grasa.

9. En las siguientes pruebas de hidrólisis se estudia la influencia del incremento de la presión. Se inicio la prueba con una presión absoluta de 4 kgf/cm². A medida que se iba aumentando la presión se determinó que a mayor presión ocurre el desdoblamiento en menor tiempo, pero a su vez el agua se satura rápidamente de glicerina.

Trabajando con presión de 6 kgf/cm² se llegó en las dos primeras horas a 55,5%, un alto porcentaje con respecto a las pruebas de presión de 4 kgf/cm² y 5 kgf/cm² donde se llegó a un grado de desdoblamiento de 1,3% y 9,5% respectivamente.

En la hidrólisis con presión de 6 kgf/cm², después de 2 horas, no se observa un incremento significativo del porcentaje de desdoblamiento, debido a que el agua se encuentra saturada de glicerina. El incremento del contenido de glicerina, detiene la reacción en el sentido del desdoblamiento de la grasa. Por consiguiente para optimizar la hidrólisis trabajando con presión de 6 kgf/cm² se efectúa la reposición con agua fresca, manteniendo la relación agua/grasa de 1:1. De esta forma se llega a la cuarta hora a un porcentaje de desdoblamiento de 82,1% y a la novena hora a 87,1%.

Por lo que se concluye que la presión óptima de trabajo es de 6 kgf/cm².

10. Para la determinación del porcentaje óptimo de catalizador, se tiene establecido la relación agua/grasa de 1:1 (con reposición de agua fresca), presión de 6 kgf/cm².

En estas pruebas se varía el porcentaje de catalizador trabajando con 0%, 1% y 2%. Al trabajar con 0% de catalizador no se aprecia un aumento significativo del desdoblamiento en las primeras horas, llegando en 9 horas sólo a un 36% de desdoblamiento. El empleo de 1% hace que aumente significativamente el desdoblamiento llegando a un 99,3% al cabo de 6 horas. Trabajando con 2% de catalizador el aumento del porcentaje de desdoblamiento en las dos primeras horas, es ligeramente mayor que utilizando 1% de catalizador, pero en las siguientes horas este aumento decrece llegando a un desdoblamiento al cabo de 6 horas de sólo a 85%, y en 9 horas a 87%.

Por consiguiente el porcentaje óptimo de catalizador a utilizar será de 1%.

11. Los parámetros óptimos de operación con los cuales se trabajará en la planta son los siguientes:

Presión absoluta 6 kgf/cm²

% Catalizador 1% (0,7% de ZnO y 0,3% polvo de Zn)

Relación grasa/agua : 1:1 (con reposición de agua fresca)

De las pruebas de hidrólisis realizada se concluye que trabajando con los parámetros óptimos se llega a un porcentaje de desdoblamiento 99,3% al cabo de 6 horas.

Si la demanda de ácido esteárico aumentara se podría considerar el tiempo

- de hidrólisis de 4 horas, produciendo un porcentaje de desdoblamiento de 95,6%, puesto que entre la cuarta y sexta hora sólo se produce un aumento del porcentaje de desdoblamiento de 3,7%.
12. Con los datos de porcentaje de desdoblamiento respecto al tiempo, trabajando con los parámetros óptimos de operación, se realizó el estudio cinético de la reacción. Para llevar adelante el estudio se consideraron la concentración inicial de triglicérido en la grasa, y del porcentaje de glicerina tanto en el agua como en la grasa. Los parámetros del modelo cinético se determinaron utilizando el programa de regresión no lineal de Marquardt y Gauss para una reacción de primer orden.
 13. Durante la hidrólisis, se realizaron varias tomas de muestras las cuales indicaban el grado de desdoblamiento, y a su vez se observó cambios paulatinos tanto en la consistencia como el color de las muestras extraídas con respecto a la materia prima inicial. Es decir, la grasa fue endureciéndose a la vez que se mostraba mas clara (blanco).
 14. Los ácidos grasos productos del desdoblamiento en el reactor, son lavados y acidificados con la finalidad de liberar los ácidos grasos de jabones que pudiesen haberse formado por la presencia del catalizador, para tal fin se determinó la cantidad necesaria de ácido clorhídrico necesaria, para liberar todos los ácidos grasos.
 15. De la relación estequiométrica, se determinó el peso necesario de cloruro de calcio para precipitar los ácidos grasos libres en la fase acuosa del autoclave, resultando 0,00441078 g para 100 ml, cantidad que nos indica que hay un mínimo de ácidos grasos libres en las aguas.

16. Para el proceso de cristalización se usa la relación alcohol caliente, ácidos grasos de 1:1. Con esta cantidad de alcohol, se asegura una completa solubilidad de los ácidos grasos en alcohol caliente. Posteriormente los ácidos grasos se someten a enfriamiento hasta 20°C. Manteniendo esta temperatura constante se logra separar el ácido esteárico, quedando en el licor mayor cantidad de ácido oleico y remanentes de ácido esteárico y palmítico.
17. Se evapora el alcohol del licor proveniente del cristizador. Se pasa a un tanque separador de fases con la finalidad de separar el agua de los ácidos grasos los cuales son purificados mediante una centrífuga obteniendo el ácido oleico comercial.
18. Finalmente para purificar el ácido esteárico se evapora el alcohol, quedando como producto el ácido esteárico comercial de muy buena calidad.

X. CONCLUSIONES

1. Del estudio de mercado para la materia prima, se tiene una disponibilidad de la misma de 1,9 miles de T.M./año.
2. El método de desdoblamiento en autoclave tiene superior ventaja sobre los presentados en la actualidad por que principalmente, se obtiene un producto bastante claro y sin contaminación. Además con la renovación del agua fresca permite un alto grado de desdoblamiento por lotes, lo cual no es posible con el método de Twitchell.
3. El aumento del porcentaje de desdoblamiento debido al incremento de la presión, es consecuencia del aumento de temperatura, comprobándose con ello que a mayor temperatura de trabajo, mayor es el porcentaje de desdoblamiento.
4. Por lo expuesto en el punto anterior, es posible llegar a tiempos mínimos de hidrólisis (2 horas, 1 hora, 1/2 hora, etc.), para el cual se tendría que incrementar la presión.

Pero un aumento de presión para reducir el tiempo de hidrólisis, involucraría, en primer lugar, equipos diseñados para trabajar con altas presiones, mayor consumo de energía, mayor dificultad en la operación.

Por otro lado el mercado de materia prima no abastecería, para mantener la planta en continua operación. Es decir que el tiempo ganado por el aumento de la presión se perdería con las paralizaciones de planta.

Por consiguiente la presión óptima de operación es de 6 kgf/cm².

5. Empleando mayor porcentaje de catalizador, se aumenta el porcentaje de desdoblamiento en las primeras horas, pero este a su vez origina que se forme mayor cantidad de jabones ocasionando que el aumento del porcentaje de desdoblamiento en las próximas horas sea casi insignificante. Haciendo que el tiempo de hidrólisis sea mucho mayor. Por consiguiente el porcentaje óptimo de catalizador utilizado es de 1%.
6. Para la hidrólisis se utilizó inicialmente la cantidad de agua obtenida del balance estequiométrico 7,1%, pero el porcentaje de desdoblamiento en las primeras horas fue insignificante. Esto se explica, debido principalmente a que la reacción de hidrólisis se realiza en la interfase grasa/agua, por lo que 7,1% de agua no proporcionaría un buen contacto como consecuencia de la inmiscibilidad de los reactantes, por lo que se decidió aumentar la cantidad de agua en la misma proporción que la de grasa.
7. En las pruebas de hidrólisis, se observó que trabajando inicialmente con agua grasa en la relación de 1:1, se logra un aumento considerable del porcentaje de desdoblamiento para las dos primeras horas. Pero en las siguientes horas este aumento decrece, debido a que el agua se ha saturado de glicerina producto del desdoblamiento. Por lo que se decidió retirar la fase acuosa y efectuar una reposición por agua fresca.. manteniendo la relación agua/grasa de 1:1.
8. La determinación del modelo cinético, nos permite conocer las variables que gobiernan la cinética de la hidrólisis.

9. El modelo estudiado interpreta adecuadamente la tendencia de los resultados experimentales obtenidos. Las predicciones de este modelo resultaron adecuadas para todos los tiempos de reacción, sin desviaciones que mostrasen una tendencia definida.
10. La cantidad de cloruro de calcio necesaria para la precipitación de los ácidos grasos libres es despreciable, lo cual demuestra que la fase acuosa pueden ser purificadas fácilmente.
12. Para la purificación de los ácidos grasos se utiliza el proceso de cristalización ya que es una operación que nos permite obtener los ácidos
13. grasos de muy buena calidad, a diferencia de otros procesos (prensado, destilación, etc.).
14. El proceso de cristalización, permite la recuperación del alcohol empleado inicialmente, utilizando una mínima reposición para un nuevo lote. Por consiguiente es la alternativa más económica de purificación de ácidos grasos.
15. El punto de fusión promedio del ácido esteárico obtenido es de 63,5 °C, mayor que el punto de fusión de los ácidos esteáricos nacional e importado (60 y 61); lo cual nos indica una mayor pureza.
16. En el capítulo VII, en la operación de fusión de la materia prima, en el calentador y el tanque regulador, se emplea vapor saturado a 100°C, puesto que entra en contacto directo con la materia prima, que aun contiene sólidos que no funden (chicharrones), los cuales a una mayor temperatura perjudicaría en conjunto con el aire la calidad del producto final.

15. Para el diseño de los equipos se ha tenido en consideración utilizar las correlaciones específicas para cada equipo diseñado según el Número de Reynolds. Se toma en cuenta, si el fluido es agitado o no, si está aislado, si tiene serpentín, si el tanque es vertical o horizontal, si la pérdida de calor es por convección natural o forzada, si se trata de mantener un sistema a temperatura constante. En el caso de los intercambiadores si el producto principal y el medio enfriamiento (o calentamiento) van en paralelo o en contracorriente, etc.
16. Las propiedades que se utilizan para el diseño de cada equipo son calculadas en base a la temperatura de operación.
17. En el diseño de los equipos se ha tenido en cuenta muy cuidadosamente, el material de construcción, para cada operación. Se basó principalmente en que los ácidos grasos no sean contaminados por efecto de temperatura, aire, etc.
18. En el costo de equipos y costo de transformación del producto, se utilizaron los costos actuales del mercado. Par el caso de equipos de importación se actualizaron los datos con los índices de Nelson, presentados en la Revista Chemical Engineer.
19. El costo de transformación por kilogramo es de \$ 0,24. Costo muy por debajo del precio actual en el mercado, que es en promedio de 1,8 \$/kg.

XI. RESUMEN

El objetivo de este estudio es producir ácido esteárico a partir del sebo de carnero, utilizando para este fin la hidrólisis en autoclave, por lotes.

Se parte como materia prima del sebo bruto de carnero, proveniente de los diferentes camales de Lima. Se realizó un tratamiento preliminar para eliminar las impurezas y obtener la grasa neutra lista para la hidrólisis. Se estudiaron las propiedades físicas y químicas para realizar las operaciones del desdoblamiento y para el diseño de los equipos empleados.

Para la determinación de los parámetros óptimos de la hidrólisis, se realizaron pruebas en un equipo autoclave, variando por separado la presión (temperatura), el porcentaje de catalizador y la relación agua/grasa. De estos estudios se determinó la influencia de cada uno de ellos en el porcentaje de desdoblamiento y tiempo de reacción. Así, a mayor presión el porcentaje de desdoblamiento es mayor en menor tiempo. A mas cantidad de catalizador el porcentaje de desdoblamiento inicial se incrementa significativamente, pero posteriormente esta mayor cantidad imposibilita un mayor desdoblamiento, debido a la formación de jabones por el exceso de catalizador.

Cuando aumenta la relación agua/grasa, el porcentaje de desdoblamiento es mayor, pero esta limitado por un mayor consumo de energía y el diseño de equipos demasiado grandes. Por consiguiente se determinó una relación óptima efectuando una reposición de agua fresca y retirando la fase acuosa.

Por consiguiente, los parámetros óptimos para realizar la hidrólisis son: presión absoluta 6 kgf/cm², 1% de catalizador (0,7% de óxido de zinc y 0,3% de polvo de zinc), relación final agua/grasa de 2:1.

Se determinó el modelo cinético con el objetivo de predecir, el porcentaje de desdoblamiento con el tiempo de reacción, basándonos en métodos numéricos.

Terminada la hidrólisis se retira la fase acuosa y el producto (ácidos grasos) es acidificada en caliente por media hora para poder liberar los ácidos grasos que pudiesen haber formado jabón. Posteriormente es lavado hasta que el agua de lavado indique un valor de pH neutro. Estos ácidos grasos se cristalizan con alcohol caliente en igual volumen. Se somete a enfriamiento y por diferencias de temperatura de solidificación se separan tanto el ácido esteárico como el ácido oleico; y el alcohol utilizado es recuperado por evaporación y condensación.

El ácido esteárico obtenido se presenta en forma de escamas, es de color blanco nacarado brillante, que cumple con las especificaciones técnicas necesarias.

La producción de ácidos grasos por lote es de 935,9 kg., cuyo costo de transformación es de \$ 0,24 por kg.

XII. BIBLIOGRAFIA

1. ULLMAN, JEFFREY, "ENCICLOPEDIA TECNICA SIMPLIFICADA"
New Jersey: Pretince Hall, 1965
2. F. STHOMAN, "GRAN ENCICLOPEDIA DE QUIMICA INDUSTRIAL"
Editorial Barcelona, 1967
3. CLARK, GEORGE, "ENCICLOPEDIA DE QUIMICA"
Editorial Hispano Americana, 1961
4. OTHMER, D. KIRK, R., "ENCICLOPEDIA DE TECNOLOGIA QUIMICA";
Ed. Hispano Americana, Uteha México, 1962
5. BAILEY A., "ACEITES Y GRASAS INDUSTRIALES"
Ed. Reverté, Barcelona, 1961
6. ANDERSEN A.J.C., "REFINACION DE ACEITES Y GRASAS
COMESTIBLES"
Ed. Cecsa, México D.F., 1965
7. ITINTEC, "NORMAS TECNICAS NACIONAL"
Lima, 1980. Números 209.005, 209.057, 209.058
8. MEHLENBACHER V.C., "ANALISIS DE GRASAS Y ACEITES"
Ed. Urmo, Bilbao-España, 1970
9. KIRSCHENBAUER, H.G., "FATS AND OILS, AN OUTLINE OF THEIR
CHEMISTRY AND TECHNOLOGY"
Ed. Reinthol, New York-USA 1960.
10. SMITH J.M., "CINETICA DE LAS REACCIONES QUIMICAS"
Ed. Mc Gaw Hill, México, 1980
11. WALAS, S.M.; "CINETICA DE REACCIONES QUIMICAS"
Ed. Aguilar , 1965
12. STEVENS, V.; "CINETICA QUIMICA"
Ed. Bellaterra, 1973

13. ALKIS CONSTANTINIDES, "APPLIED NUMERICAL METHODS WITH PERSONAL COMPUTERS"
Ed. Mc. Graw Hill, 1987
14. T.A. PATIL, D.N. BUTALA, "KINETICS AND CATALYSIS – THERMAL HYDROLYSIS OF VEGETABLES OILS AND FATS", INDUSTRIAL ENGINEERING CHEMISTRY A RESEARCH.
American Chemical Society, May 1988
15. NICHOLAS P. CHOPEY, TYLER G. HICKS, "MANUAL DE CALCULOS DE INGENIERIA QUIMICA"
Ed. Mc Gaw Hill , 1986
16. KERN, D.Q., "PROCESOS DE TRANSFERENCIA DE CALOR"
Ed. Mc Gaw Hill Co. Inc. New York, 1986
17. Mc CABE, W.L., SMITH, J.C., "OPERACIONES BASICAS DE INGENIERIA"
Ed. Mc Gaw Hill Co. Inc. New York, 1981
18. FOUST A.S., WENZEL, L.A., CLUMP, C.W., MAUS, L., "PRINCIPIOS DE OPERACIONES UNITARIAS"
Ed. John Wiley & Sons, Inc. New Jersey, 1985
19. PERRY, R.H., CHILTON, C.H., "BIBLIOTECA DEL INGENIERO QUIMICO".
Ed. Mc. Gaw Hill, Inc. USA, 1986; Tomos I, II, III, V y VI
20. PETERS, M.S., TIMMERHAUS, K.D., "DISEÑO DE PLANTAS Y SU EVALUACION ECONOMICA PARA INGENIEROS QUIMICOS"
Ed. Geminis S.R.L., 1978
21. PETERS, M.S., TIMMERHAUS, K.D., "PLANT DESIGN AND ECONOMIC FOR CHEMICAL ENGINEERS"
Ed. Mc Gaw Hill , Inc. New York; 1991

XIII. APENDICE

1. Métodos empleados para la determinación de las propiedades físico química de la grasa.

Los procedimientos realizados en laboratorio se realizaron utilizando Normas Técnicas y Especificaciones de la American Oil Chemists' Society.

Entre las Normas Técnicas empleadas se incluye:

ITINTEC 209.005

Método para la determinación de la acidez libre.

ITINTEC 209.057

Método de determinación de la materia insaponificable

ITINTEC 209.058

A continuación se describe los procedimientos empleados en la determinación de las propiedades físico química de la grasa:

Determinación del Punto de Fusión

Este punto se determina utilizando el equipo de Punto de Fusión Fisher Johns, el cual consta de una resistencia eléctrica, conectada a un termostato, un portamuestra el cual se encuentra adherido a un termómetro para controlar la temperatura, a su vez tiene una lámpara y un lente amplificador en conjunto con el portamuestra para observar la fusión. Se coloca una pequeña muestra homogénea en el portamuestra, se enciende la lámpara y se prende la resistencia. Se anota la temperatura en el cual se inicia la fusión de la muestra y temperatura final a la cual toda la muestra está fundida.

El punto de fusión se calcula como el promedio de las temperaturas inicial y final.

Determinación del punto de solidificación

Para determinar el punto de solidificación de la grasa, se procedió a fundir la muestra preparada. Fundida la grasa se dejó que se solidificará, habiéndose tomado el punto de enturbamiento y considerando el punto final el momento de la opacidad completa.

Determinación de Impurezas

Se pesa 10 g de grasa homogénea sólida en un matraz erlenmeyer de 150 ml, se lleva a la estufa a una temperatura de 50° C, hasta que se funda toda la grasa, se añade 100 ml del éter de petróleo. Se tapa el matraz y se agita y se deja reposar durante 30 minutos.

Se filtra en un papel de filtro previamente secado y pesado, se enjuaga el matraz con la mínima cantidad de disolvente necesaria para eliminar toda la grasa. Se seca a 105 °C a peso constante. El aumento en peso del filtro representa la cantidad de impurezas presentes en la muestra.

El porcentaje de impurezas se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{\text{Peso de impurezas}}{\text{Peso muestra}} \times 100\%$$

Determinación del peso específico

El picnómetro de 10 ml se pesa y se llena con la grasa fundida, se mantiene el picnómetro en baño maría a 50° C hasta que toda la masa fuera traslúcida, se enfría a temperatura ambiente, quitándose a esta temperatura el exceso de

grasa con un papel de filtro hasta coincidir con la marca del enrase del picnómetro, o sea cuando la circunferencia formada por el menisco de la grasa fundida fue una tangente con la línea límite, se volvió a pesar el picnómetro a la temperatura ambiente y con los resultados se calcula utilizando la siguiente expresión:

$$\text{P.E.} = \frac{\text{Diferencia en peso}}{\text{Número de ml.}}$$

Determinación de Humedad

Se pesa 5 g de muestra en un crisol seco, se coloca en una estufa durante 30 minutos a $101 \pm 1^\circ \text{C}$, se retira de la estufa, se enfría a temperatura ambiente y se pesa. Se repite el proceso hasta que la pérdida en peso no excede el 0,05% por cada período de secado de 30 minutos.

El porcentaje de humedad se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Pérdida en peso}}{\text{Peso de la muestra}} * 100\%$$

Determinación del Índice de Acidez

Para determinar el índice de acidez, se coloca 5 g de grasa líquida en un erlenmeyer de 100 ml, a la que se añade 50 ml de alcohol neutro caliente (alcohol etílico al 96% más fenolftaleína, neutralizado con 2 gotas de NaOH 0,1 N, hasta una tenue coloración rosada permanente), y 2 ml de indicador, se calienta en baño maría hasta que el alcohol empieza a hervir. Mediante una

bureta se titula con NaOH 0,1 N, agitando vigorosamente, teniendo cuidado de tener siempre el aceite caliente en la solución alcohólica, cuando aparece la coloración rosa persistente se da por terminado la prueba. Así el número de mililitros de potasa cáustica empleada se deduce el índice de acidez, sabiendo que 1 ml, de solución alcalina decinormal equivale a 0,0040 gramos de potasa.

Los cálculos de índice de acidez libre expresados para los diferentes ácidos grasos se calcula de la siguiente forma:

El porcentaje de acidez libre expresada como ácido esteárico-palmítico:

$$\% \text{Acidez libre} = \frac{\text{ml de NaOH} * \text{N} * 26,918}{\text{Peso de la muestra}}$$

Nota: El factor 26,918 es calculado sobre la base del peso molecular promedio de los ácidos grasos existentes en la grasa del camero cuya composición es de 45,5 de ácido esteárico y 55,5 de ácido palmítico.

Por consiguiente el índice de acidez se calcula multiplicando el porcentaje de acidez libre por 2,21.

$$\text{Indice de Acidez} = \frac{\text{ml de NaOH} * \text{N} * 59,2196}{\text{Peso de la muestra}}$$

Determinación del Índice de Saponificación

Para realizar esta prueba se prepara primero la solución alcohólica de hidróxido de potasio, para ello se colocan 5 g de hidróxido de potasio en un balón de destilación con 1 litro de alcohol etílico al 95% y se hierve a reflujo de 30 min. a 60 min. Se destila y colecta el alcohol. Se disuelve 10 g de

KOH en 250 ml de alcohol destilado manteniendo la temperatura por debajo de 15,5 °C mientras el álcali se está disolviendo.

Procedimiento.- Se pesa 2 g de la grasa y se coloca en un erlenmeyer de 100 ml, se agrega 25 ml de solución alcohólica de hidróxido de potasio preparada anteriormente, la mezcla se calienta suavemente en baño maría durante 60 min. y con refrigerante a reflujo, hasta saponificación completa, luego de este tiempo al observarse que queda potasa libre se hace hervir por 30 min. para tener seguridad que la saponificación ha sido completa.

Se deja enfriar y sin añadir agua se añade 1 ml de fenolftaleina y se titula con ácido clorhídrico medio normal hasta decolorar la solución enrojecida por la fenolftaleina.

Simultáneamente se realiza un ensayo en blanco, operando en la misma forma que con la muestra.

Los resultados se calculan mediante la siguiente ecuación:

$$I.S. = \frac{56,1 (V_1 - V_2) * N}{W}$$

Donde:

I.S. : Índice de Saponificación de la muestra.

V₁ : Volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración del ensayo en blanco, en centímetros cúbicos.

V₂ : Volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración de la muestra, en centímetros cúbicos.

N : Normalidad de la solución de ácido clorhídrico.

W : Peso de la muestra empleada en el ensayo, en gramos.

Determinación de la Materia Insaponificable

Se pesa exactamente 4 g de muestra bien homogenizada, limpia y seca, en un matraz erlenmeyer. Se agrega 24 ml de alcohol etílico al 95% y 5 ml de la solución acuosa al 50% en peso de hidróxido de potasio. Se hierve suave, pero regularmente bajo un condensador a reflujo durante una hora ó hasta saponificación completa.

Se retira del calor y se pasa la mezcla saponificada a un cilindro graduado de separación y se lava el matraz de saponificación con alcohol etílico al 95% hasta que el contenido del cilindro alcance la marca de 40 ml luego se completa el lavado empleando agua caliente y después fría hasta que el volumen total del cilindro sea de 80 ml. Se lava luego el matraz con un poco de éter de petróleo y se añade los lavados al cilindro, se enfría el cilindro y su contenido a temperatura ambiente, y se le añade 40 ml de éter de petróleo.

Se tapa el cilindro y se agita vigorosamente durante un minuto y se deja reposar hasta que se clarifiquen las dos capas. Se separa la solución jabonosa a otro cilindro de separación tan completamente como sea posible, teniendo cuidado de no dejar ni la más mínima de solución jabonosa, el éter que queda en el primer cilindro se pasa a otro cilindro de separación de 500 ml

Se acumula las fracciones de éter en el embudo de separación de 500 ml, se repite la extracción por lo menos 6 veces más empleando porciones de 40 ml de éter de petróleo agitando vigorosamente en cada extracción.

Se lavan los extractos reunidos en el embudo de separación tres veces con porciones de 25 ml de alcohol al 10% en agua destilada. Se agita

vigorosamente y se retira la capa de alcohol después de cada lavado, teniendo cuidado de no eliminar nada de la capa de éter de petróleo.

Se pasa el extracto de éter de petróleo a un vaso tarado y se evapora a sequedad en baño maría en una corriente de aire limpio y seco. Se completa el secado hasta peso constante.

Se recoge el residuo en 50 ml de alcohol etílico al 95% templado conteniendo fenolftaleína como indicador y que haya sido neutralizado previamente hasta un débil color rosado.

Se titula con hidróxido de sodio 0,02 N hasta el mismo color.

Peso de ácidos grasos en el extracto (g) = (Vol. ml de NaOH 0,02 N) * 0,0056

$$\% \text{ Materia insaponificable} = \frac{\text{Peso del residuo} - \text{Peso de los ácidos grasos}}{\text{Peso de la muestra}} * 100\%$$

Determinación de los Acidos Grasos Saturados y No Saturados

Se tomaron en una cápsula 5,1 gramos de los ácidos grasos desdoblados, acidificado, lavado y sin humedad.

Los ácidos grasos pesados en la cápsula, fueron pasados a un erlenmeyer con la ayuda de un poco de éter, se lavó varias veces con el éter y una vez limpia y libre de grasa se evaporó el éter, pero antes se añadió un poco de alcohol de 95°, calentando suavemente hasta la completa evaporación del éter; se completo hasta 100 ml de alcohol y se hizo hervir, conectando previamente un condensador de reflujo.

Por separado se preparó una solución de 1 g de ácido acético puro y 1,5 g de acetato de plomo en 100 ml de alcohol de 95%, y esta solución se añadió

poco a poco a la primera, estando está hirviendo lo mismo que la solución de plomo. Se mantuvo la ebullición; la adición del ácido acético favorece la separación del ácido oleico de los ácidos saturados, pero en cambio hace que quede un poco más de ácido palmítico, esteárico juntos con los ácidos líquidos. Después de haberse añadido a la solución, se deja toda la noche en reposo a 15 °C, separándose al día siguiente así las sales de plomo de los ácidos saturados. Se filtra en frío, obteniéndose en el filtrado las sales de plomo de los ácidos no saturados, y en el residuo las sales de plomo de los ácidos saturados.

Antes de la filtración se comprobó el exceso de plomo, filtrando un poco de líquido y tratándola con unas gotas de ácido sulfúrico formándose el precipitado correspondiente de sulfato de plomo. Se filtro por succión y el residuo se lavó con alcohol hasta que una muestra de filtrado no se enturbio con el agua. El residuo se dejó recrystalizar durante una noche con 100 ml de alcohol de 95% que contenía 0,5 de ácido acético glacial. Se recogió el residuo, se escurrió y se separaron los ácidos grasos de las sales de plomo, tratando con ácido nítrico diluido y se hizo la extracción con éter, se lavó varias veces con agua, se secó sobre sulfato sódico calcinado y se evaporó el éter después de filtrar.

Los ácidos no saturados ó líquidos se separaron del filtrado acidificando con ácido nítrico y disolviéndolo con una mezcla de éter de petróleo y éter sulfúrico. La solución etérea se lavó varias veces con agua hasta eliminar el plomo y el ácido nítrico habiéndose procedidos como para los ácidos sólidos.

Tanto los ácidos derivados de los sólidos y líquidos se tomaron por parafina después de haber destilado el éter.

La parafina fue previamente secada en la estufa y añadida en forma fundida.

Una vez solidificada la parafina se pesó para determinar el peso de los ácidos grasos libres.



COMISION DE REGLAMENTOS TECNICOS Y COMERCIALES

NORMA TECNICA PERUANA



1. OBJETO

La presente Norma establece el método para determinar la acidez libre de aceites vegetales crudos y refinados, aceites marinos y grasas animales.

2. ENSAYOS

2.1 Aparatos

2.1.1 Botellas de 115 a 230 ml o erlenmeyer de 250 ml.

2.2 Reactivos

2.2.1 Alcohol etílico 95%. El alcohol debe dar su punto final definido y judo con fenolftaleína y puede ser neutralizado con álcali (NaOH), hasta una ténua coloración de color rosado permanente, de antes de ser usado.

2.2.1.1 Isopropanol 99% puede ser usado como un solvente alternativo, con aceites crudos y refinados.

2.2.2 Solución indicadora de fenolftaleína, 1% en alcohol de 95%.

2.2.2.1 Un indicador alternativo para aceites vegetales crudos y de color os curo; es una solución al 0,025% de azul de anilina del Sr. Grubler en isopropanol al 99%.

2.2.3 Solución de hidróxido de sodio exactamente valorada.

2.3 Procedimiento

2.3.1

Rango de acidez libre %	Granos de muestra	Mililitros de alcohol	Concentración álcali
0,00 a 0,2	56,4 ± 0,2	50	0,1 N
0,20 a 1,0	28,4 ± 0,2	50	0,1 N
1,0 a 30,0	7,05 ± 0,05	75	0,25 N
30,00 a 50,0	7,05 ± 0,05	100	0,25 ó 1,0 N
50,00 a 100,0	3,525 ± 0,00	100	1,0 N

2.3.2 La muestra debe ser líquida y homogénea antes de pesarla.

2.3.3 Se usa la tabla (2.3.1) para determinar las cantidades que deben usar se para los varios rangos de acidez libre. La cantidad especificada de la

muestra se introduce en la (botella o erlenmeyer.

2.3.4 Se añade la cantidad especificada de alcohol caliente y 2 ml de indicador.

2.3.5 Se titula con álcali (NaOH) agitando vigorosamente hasta la aparición del primer color rosado permanente de la misma intensidad del que tiene el alcohol neutralizado antes de la adición de la muestra. El color rosado debe permanecer por espacio de 30 segundos

2.4 Procedimiento alternativo para muestras de bajo contenido de acidez libre menor del 0,1%

2.4.1 Se colocan 50 ml de alcohol en la botella y se adicionan unas pocas gotas de la muestra. Se agregan 2 ml de solución indicadora de fenolftaleína y se calienta en baño maría a una temperatura de 60°C a 65°C.

2.4.2 Se adiciona hidróxido de sodio 0,1 N, gota a gota, agitando fuertemente hasta que se obtenga el ténue color rosado permanente.

2.4.3 Se agregan 50,4 g de muestra, se calienta de 60°C a 65°C y se titula con hidróxido de sodio 0,1 N, agitando fuertemente hasta obtener un ténue color rosado permanente. Este color debe ser de la misma intensidad del que el obtenido en el alcohol antes de adicionarle los 56,4 g de muestra y debe persistir por espacio de 30 segundos. El color debe ser observado en la capa alcohólica que queda sobre la muestra después de haberse permitido decantar; generalmente la muestra decanta suficientemente en 1 minuto.

2.5 Cálculos

2.5.1 El porcentaje de acidez libre en la mayoría de los tipos de grasas y aceites se calcula como ácido oleico, aunque en aceites de semilla de palma y coco se expresa frecuentemente como ácido láurico y en aceite de palma como ácido palmítico.

2.5.2 Acidez libre expresada como ácido oleico en porcentaje:

$$A.L. \% = \frac{\text{ml de álcali} \times N \times 28,2}{\text{Peso de la muestra}}$$

2.5.3 Acidez libre expresada como ácido láurico en porcentaje:

$$A.L. = \frac{\text{ml de álcali} \times N \times 20,0}{\text{Peso de la muestra}}$$

2.5.4 Acidez libre expresada como ácido palmítico en porcentaje:

$$\text{A.L.} = \frac{\text{ml de álcali} \times \text{N} \times 25,0}{\text{Peso de la muestra}}$$

2.6 Informe

2.6.1 La acidez libre se expresa frecuentemente en términos del índice de acidez, en vez de porcentaje de acidez; es definido como el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar 1 gramo de muestra. Para convertir el porcentaje de acidez libre (como oleico) a índice de acidez se multiplica el primera (% A.L.) por 1,99.



COMISION DE REGLAMENTOS TECNICOS Y COMERCIALES

NORMA TECNICA PERUANA



1. NORMAS A CONSULTAR

ITINTEC 21:08-007 Aceites y grasas. Toma de muestras.

2. OBJETO

2.1 La presente Norma establece el método para determinar el contenido de materia insaponificable en los aceites y grasas comestibles.

3. CAMPO DE APLICACION

3.1 La presente Norma no es aplicable a los aceites marinos conteniendo excesivas cantidades de materia insaponificable.

4. DEFINICIONES

4.1 Materia insaponificable.

Es el conjunto de sustancias que se encuentran frecuentemente disueltas en las grasas y aceites, las cuales no pueden ser saponificadas por los álcalis cáusticos, pero son solubles en solventes grasos ordinarios.

5. INSPECCION Y RECEPCION

5.1 Toma de muestras.-

Se efectuará según la Norma ITINTEC 209.141 Aceites y grasas. Toma de muestras.

6. PRINCIPIO DEL METODO

6.1 La materia grasa se convierte en jabón por saponificación con un álcali atánolico; la solución se disuelve con agua y la materia insaponificable con éter de petróleo.

7. APARATOS

7.1 Balanza analítica sensibilidad 0,1 mg

7.2 Matraz Erlenmeyer o Soxhlet de 100 cm³ y 200 cm³

7.3 Cilindro graduado de extracción de 180 cm³, con graduaciones de 40 cm³ y 80 cm³.

7.4 Embudo de separación de 500 cm³.

7.5 Sifón de vidrio.

8 REACTIVOS

8.1 Alcohol etílico al 95%.

8.2 Solución acuosa al 50% en peso de hidróxido potásico.

8.3 Eter de petróleo, punto de ebullición de 35°C a 60°C.

8.4 Solución 0.02N de hidróxido de sodio.

8.5 Solución al 1% de fenolftaleína en alcohol de 95%.

9. PROCEDIMIENTO

9.1 Se pesa exactamente 5 g de muestra bien homogenizada, en un matraz Erlenmeyer o Soxhlet. Se agrega 30 cm³ de alcohol y 5 cm³ de la solución acuosa de hidróxido potásico.

Se hierve suave pero regularmente bajo un condensador a reflujo durante una hora o hasta saponificación completa.

La saponificación total es esencial.

9.2 Se retira del calor y se pasa la mezcla saponificada a un cilindro graduado de extracción y se lava el matraz de saponificación con alcohol etílico al 95% hasta que el contenido del cilindro alcance la marca de 40 cm³.

Se completa el lavado, empleando primero agua caliente y después fría, hasta que el volumen total del cilindro sea de 80 cm³.

Se lava luego el matraz con un poco de éter de petróleo y se añade los lavados al cilindro.

Se enfría el cilindro y su contenido a temperatura ambiente (20°C - 25°C) y se le añade 50 cm³ de éter de petróleo.

9.3 Se tapa el cilindro y se agita vigorosamente durante un minuto por lo menos y se deja reposar después hasta que se clarifiquen las dos capas. Se usa un sifón de vidrio y se separa la capa superior tan completamente como sea posible, teniendo cuidado de no arrastrar ni la más mínima cantidad de la capa inferior.

9.4 Se acumulan las fracciones de éter en un embudo de separación de 500 cm³.

9.5 Se repite la extracción por lo menos 6 veces más empleando porciones de 50 cm³ de éter de petróleo cada vez, agitando vigorosamente en cada extracción.

NOTA: A veces, pueden ser insuficientes siete extracciones para separar toda la materia insaponificable. Cuando se considera que la extracción ha sido completa, debe hacerse una extracción adicional y evaporar este extracto separadamente. Este último extracto debe contener, esencialmente, materia no insaponificable; si no fuera así, deben hacerse nuevas extracciones.

9.6 Se lavan los extractos reunidos en el embudo de separación tres veces con porciones de 25 cm³ de alcohol al 10% en agua destilada. Se agita vigorosamente y se retira la capa de alcohol después de cada lavado, teniendo cuidado de no eliminar nada de la capa éter de petróleo.

9.7 Se pasa el extracto de éter de petróleo a un vaso tarado y se evapora a sequedad en bañomaría en una corriente de aire limpio y seco. Se completa el secado hasta peso constante, preferiblemente en una estufa de vacío a 75°C a 80°C y a una presión interna no mayor que 200 mm de mercurio. Se enfría en desecador y se pesa.

9.8 Se recoge el residuo en 50 cm³ de alcohol etílico al 95% templado (50°C) conteniendo fenolftaleína como indicador y que haya sido neutralizado previamente hasta un débil color rosado. Se titula con hidróxido de sodio 0.02N hasta el mismo color.

Peso de los ácidos grasos en el extracto, en gramos = cm³ de NaOH 0,02N x 0,0056

9. EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Cálculos

Materia insaponificable en % =
$$\frac{\text{Peso del residuo} - \text{Peso de los ácidos grasos}}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

10. INFORME

10.1 En el informe del ensayo se debe mencionar el método usado y los resultados obtenidos. También se debe indicar cualquier detalle operativo no proporcionado en esta Norma o cualquier detalle opcional, como también cualquier circunstancia que pudiera haber influido en los resultados.

10.2 En el informe se deben incluir todos los detalles necesarios para la completa identificación de la muestra.

11. ANTECEDENTES

11.1 A.O.C.S. Official Method Ca6a - 40.

P R O L O G O

A) La presente Norma Técnica Nacional fue elaborada en base a la revisión del Proyecto de Norma Técnica Nacional 209.057 Aceites y Grasas Comestibles. Método de determinación de la materia insaponificable, de Agosto 1969; en reunión llevada a cabo en la Dirección de Normalización del ITINTEC, el día 7 de Setiembre de 1979.

B) En la elaboración de la presente Norma Técnica Nacional, intervinieron las siguientes Entidades

CIA. IND. PERU PACIFICO S.A.

OLEOFICIO LIMA S.A.

CIA. IND. LA UNION S.A.

EMPRESA PERUANA DE CERTIFICACIONES PESQUERAS DEL PERU (CERPER)

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROINDUSTRIALES (IIA)

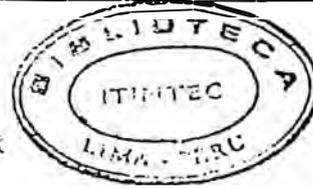
MINISTERIO DE AGRICULTURA Y ALIMENTACION - Laboratorio de Control de Calidad.

U.N.A. - Dpto. Tecnología Pesquera.



COMISION DE REGLAMENTOS TECNICOS Y COMERCIALES

NORMA TECNICA PERUANA



1. NORMAS A CONSULTAR

ITINTEC 21:08-007 Aceites y grasas. Toma de muestras.

2. OBJETO

2.1 La presente Norma establece el método para determinar el índice de saponificación de los aceites y grasas comestibles.

3. DEFINICIONES

3.1 Índice de saponificación. Es el número de miligramos de hidróxido de potasio, requeridos para saponificar 1 g de sustancia grasa.

4. INSPECCION Y RECEPCION

4.1 Toma de muestras. Se efectuará de acuerdo a la Norma ITINTEC 21:08-007 Aceites y grasas. Toma de muestras.

5. PRINCIPIO DEL METODO

5.1 Consiste en saponificar una cantidad de muestra, mediante un exceso de solución alcohólica de hidróxido de potasio, valorando luego dicho exceso con ácido clorhídrico 0,5 N.

6. APARATOS

6.1 Bañomaría hirviente. Placa eléctrica de calentamiento controlable.

6.2 Balanza analítica, sensibilidad 0.1 mg

6.3 Matraz Erlenmeyer de 200 cm³ a 300 cm³ de capacidad.

6.4 Refrigerante de aire con unión esmerilada, con un mínimo de 110 cm de longitud.

6.5 Bureta de 25 cm³ de capacidad, graduadas al 0,1 cm³.

6.6 Pipeta de doble aforo de 25 cm³.

NOTA Todo el material que se va a utilizar debe estar limpio y seco.

7. REACTIVOS

- 7.1 Solución 0,5 N de ácido clorhídrico, valorada.
- 7.2 Hidróxido de potasio p.a.
- 7.3 Alcohol etílico 95% en volumen.
- 7.4 Azul alcalino 6B p.a.
- 7.5 Sulfato de sodio anhidro p.a.
- 7.6 Solución alcohólica de hidróxido de potasio. Se colocan de 5g a 10 g de hidróxido de potasio en un frasco de unos 2 litros de capacidad; se agregan unas granallas de zinc o aluminio y de 1 litro a 1,5 litros del alcohol etílico al 95% y se hierve a reflujo de 30 min. a 60 min. Se destila y colecta el alcohol . Se disuelve 40 g de hidróxido de potasio, con bajo contenido de carbonato, en 1 litro del alcohol destilado, manteniendo la temperatura por debajo de 15,5°C mientras el alcali se está disolviendo. Esta solución deberá permanecer clara.
- 7.7 Solución de fenolftaleína al 1% en alcohol etílico de 95%.
- 7.8 Solución de azul alcalino 6 B al 0,1 % en alcohol etílico de 95%.

8. PREPARACION DE LA MUESTRA

8.1 La porción a ensayar debe ser límpida y transparente al estado líquido; en caso contrario se calienta en bañomaría hasta unos 15°C por encima de la temperatura de completa fusión, y se filtra manteniendo la temperatura. Si la muestra filtra a continua tuerca a esa temperatura, se añade sulfato de sodio anhidro, se agita y se filtra nuevamente.

9. PROCEDIMIENTO

- 9.1 Se pesan de 2g a 25g de muestra con la precisión del miligramo, en el Erlenmeyer, procurando que la cantidad de muestra sea tal que consuma aproximadamente el 50% del total del álcali añadido. Se agregan 25 cm³ de la solución alcohólica de hidróxido de potasio, medidos con la pipeta de doble aforo. Se hierve a reflujo durante 60 min. hasta saponificación completa.
- 9.2 Después de enfriar, sin llegar a un estado gelatinoso, se lava la parte interna del condensador con un poco de agua hervida y enfriada.
- 9.3 Se añade 1 cm³ de la solución de fenolftaleína (o de azul alcalino 6B, si se trata de aceites oscuros): se valora con ácido clorhídrico 0,5 N hasta viraje del indicador.

9.4 Simultáneamente se realiza un ensayo en blanco, operando en la misma forma que con la muestra.

NOTA: La valoración debe hacerse en un ambiente ventilado libre en lo posible, de anhídrido carbónico

10. EXPRESION DE RESULTADOS

10.1 Los resultados se calculan por la siguiente ecuación.

$$IS = \frac{56,10 (V_1 - V_2) N}{G}$$

En donde:

- IS = índice de saponificación de la muestra.
- V_1 = volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración del ensayo en blanco, en centímetros cúbicos.
- V_2 = volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración de la muestra, en centímetros cúbicos.
- N = normalidad de la solución de ácido clorhídrico.
- G = peso de la muestra empleada en el ensayo, en gramos.

10.2 El ensayo debe efectuarse por duplicado y los valores obtenidos deben concordar dentro del 0,5%. En caso contrario debe repetirse el ensayo.

11. INFORME

11.1 En el informe del ensayo se debe mencionar el método usado y los resultados obtenidos. También se debe indicar cualquier detalle operativo no proporcionado en esta Norma o cualquier detalle opcional, como también cualquier circunstancia que pudiera haber influido en los resultados.

11.2 En el informe se debe incluir todos los detalles necesarios para la completa identificación de la muestra.

12. ANTECEDENTES

12.1 A.O.C.S. Official Method Cd.3-25 Saponification value.

2. Programa de Regresión No Lineal

Para la determinación de los parámetros del modelo cinético, se utiliza el programa de regresión no lineal usando el Método de Marquardt.

El método de Marquardt incluye la técnica de interpolación de Gauss–Newton y los métodos de Steepest – Descent.

El programa de regresión no lineal consiste del programa MAIN, 12 subprogramas los cuales son ejecutados a partir del programa MAIN, mediante los comandos CHAIN.

Los datos de grado de desdoblamiento, respecto al tiempo y las ecuaciones diferenciales se ingresan al programa mediante una serie de menús para encontrar los parámetros del modelo cinético.

El modelo cinético y las ecuaciones variacionales deben estrictamente ingresarse en la forma siguiente:

$$G(i) = f [x, Y(1), Y(2), \dots, Y(n), B(1), B(2) \dots]$$

Donde:

$G(i)$: derivadas $dy(i)/dx$

x : variable independiente

$F[]$: funciones a ser integradas

$B()$: parámetros a ser determinados

$$\frac{dX}{dt} = k_1 (F - EX)$$

Se determina sus derivadas parciales:

$$\frac{d(dX/dk_1)}{dt} = -k_1 E \frac{dx}{dk_1} + (F - EX)$$

$$\frac{d(dX/dF)}{dt} = -k_1 E \frac{dx}{dF} + k_1$$

$$\frac{d(dX/dE)}{dt} = -k_1 E \frac{dx}{dE} - k_1 X$$

De donde llevando el modelo cinético y sus derivadas parciales a la forma requerida por el programa de regresión no lineal se tendrá que los parámetros son los siguientes:

$$B(1) = k_1 \quad B(2) = E \quad B(3) = F \quad Y(1) = X$$

Efectuando la corrida del programa con el modelo cinético, sus derivadas parciales y los datos experimentales de X: $(IA - IA_0)/(IS - IA_0)$, se encuentra los parámetros del modelo cinético:

$$B(1) = 0,061787 \Rightarrow K_1$$

$$B(2) = 1,060557 \Rightarrow E$$

$$B(3) = 1,008031 \Rightarrow F$$

A continuación se muestra la corrida del programa de regresión no lineal para la determinación de estos parámetros.

EXAMPLE 7-1

NONLINEAR REGRESSION USING THE MARQUARDT METHOD

(MAIN.BAS)

MAIN MENU:

- 1 ENTER EQUATIONS, REGRESSION CONSTANTS, AND DATA
- 2 PERFORM NONLINEAR REGRESSION
- 3 PRINT OR PLOT THE OUTPUT RESULTS
- 4 END APPLICATION

CHOICE :1

INPUT MENU:

- 1 DESCRIPTION OF THE DATA AND EQUATION FILES
- 2 ENTER MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS
- 3 DISPLAY/ALTER DATA FILES
- 4 RETURN TO MAIN MENU

CHOICE :1

FILE	CONTENTS
CONS.DAT ALL NONLINEAR REGRESSION CONSTANTS
DATA.DAT EXPERIMENTAL DATA AND WEIGHTS
DIST.DAT F-DISTRIBUTION TABLE
GAUSS.DAT INITIAL PARAMETER GAUSSES
INITCOM.DAT INITIAL CONDITIONS FOR DIFERENCIAL EQUATIONS
OUTPUT.DAT CALCULATED VARIABLES
MODEL.EQU MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS

PRESS ENTER TO CONTINUE

INPUT MENU:

- 1 DESCRIPTION OF THE DATA AND EQUATION FILES
- 2 ENTER MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS
- 3 DISPLAY/ALTER DATA FILES
- 4 RETURN TO MAIN MENU

CHOICE : 2

MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS

THE MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS MAY BE ENTERED HERE.

EACH LINE-STATEMENT MUST OBEY THE RULES OF BASIC PROGRAMMING.

THE LINES ARE AUTOMATICALLY NUMBERED, STARTING AT 4011.

THESE STATEMENTS ARE STORED IN A FILE CALLED MODEL.EQU. ANY

INFORMATION PREVIOUSLY STORED IN THIS FILE WILL BE ELIMINATED

THE MODEL.EQU FILE IS MERGED INTO SUBROUTINE JSRKB.BAS.

OPTIONS :

- 1 MODEL CONTAINS ORDINARY DIFFERENTIAL EQUATIONS
- 2 MODEL CONTAINS ALGEBRAIC EQUATIONS ONLY

CHOICE :1

HAVE YOU PREVIOUSLY ENTERED THE EQUATIONS (Y/N)? N

ENTER THE DIFFERENTIAL EQUATIONS IN THE FORM SHOWN BELOW:

$$G(i) = f[x, y(1), y(2), \dots, y(n), b(1), b(2), \dots]$$

FOR EXAMPLE

$$G(1) = b(1)*x + b(2)*y(1) - b(3)*y(1)*y(2)$$

$$G(2) = b(4)*y(1)^2 - b(5)*y(2)/y(1)$$

WHERE: $G(i)$ ARE THE DERIVATIVES: $dy(i)/dx$
 x IS THE INDEPENDENT VARIABLE
 $y(i)$ ARE THE DEPENDENT VARIABLES
 $f[]$ ARE THE FUNCTIONS TO BE INTEGRATED
 $b()$ ARE THE PARAMETERS TO BE DETERMINED

GIVE THE EXACT NUMBER OF LINES OF INPUT YOU WILL ENTER(1-980)? 4

SEPARATE EACH STATEMENT WITH THE ENTER(RETURN) KEY.

$$4011 G(1)= B(1)*B(3)-B(1)*B(2)*Y(1)$$

$$4012 G(2)=-B(1)*B(2)+B(3)-B(2)*Y(1)$$

$$4013 G(3)=-B(1)*B(2)+B(1)$$

$$4014 G(4)=-B(1)*B(2)-B(1)*Y(1)$$

INPUT MENU:

- 1 DESCRIPTION OF THE DATA AND EQUATION FILES
- 2 ENTER MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS
- 3 DISPLAY/ALTER DATA FILES
- 4 RETURN TO MAIN MENU

CHOICE : 3

DISPLAY/ALTER MENU:

- 1 ALL NONLINEAR REGRESSION CONSTANTS
- 2 EXPERIMENTAL DATA AND WEIGHTS
- 3 RETURN TO INPUT MENU

CHOICE : 1

NUMBER	CONSTANT	
1	Total number of dependent variables	1
2	Number of variables being fitted to data	1
3	Total number of parameters being estimated	3
4	Number of model equations (including variational)	4
5	Initial value of independent variable	0
6	Final value of independent variable	6
7	Number of integration steps	24
8	Number of locations of indep var where exp pt can exist	25
9	Number of integration steps per experimental point	1
10	Max # of points for any location(repeated experiments)	1

OPTIONS :

- 1 MAKE CHANGES TO THE ABOVE CONSTANTS
- 2 PROCEED TO NEXT SET OF CONSTANTS
- 3 RETURN TO PREVIOUS MENU

CHOICE : 2

NUMBER	CONSTANT	
1	Maximum number of iterations for NLR search	20
2	NONEG: 0 allows negative parameters 1 sets negative parameters to zero	1
3	NORMAL: 0 for regular sum of squares 1 for normalized sum of squares	0
4	Marquardt constant (SIGZR)	.1
5	Marquardt constant (ALFA)	7
6	Marquardt constant (BETA)	.434
7	NLR Convergence constant (CONV)	.001
8	NLR Convergence constant (EPS)	.00001

OPTIONS :

- 1 MAKE CHANGES TO THE ABOVE CONSTANTS
- 2 PROCEED TO NEXT SET OF CONSTANTS
- 3 RETURN TO PREVIOUS MENU

CHOICE : 2

HAVE THE INITIAL CONDITIONS FOR THE EQUATION BEEN PREVIOUSLY STORED (Y/N)?N

EQUATION # 1, INITIAL CONDITION? 0
 EQUATION # 2, INITIAL CONDITION? 0
 EQUATION # 3, INITIAL CONDITION? 0
 EQUATION # 4, INITIAL CONDITION? 0

EQUATION # INITIAL CONDITION

1	0
2	0
3	0
4	0

OPTIONS :

- 1 MAKE CHANGES TO THE ABOVE INITIAL CONDITIONS
- 2 PROCEED TO NEXT SET OF CONSTANTS
- 3 RETURN TO PREVIOUS MENU

CHOICE : 2

HAVE THE INITIAL GUESSES OF THE PARAMETERS BEEN PREVIOUSLY STORED(Y/N)? Y

PARAMETER # INITIAL GUESS

1	.79
2	1.3
3	1.05

OPTIONS :

- 1 MAKE CHANGES TO THE ABOVE PARAMETER GUESSES
- 2 RETURN TO PREVIOUS MENU

OPTIONS :2

DISPLAY/ALTER MENU

- 1 ALL NONLINEAR REGRESSION CONSTANTS
- 2 EXPERIMENTAL DATA AND WEIGHTS
- 3 RETURN TO INPUT MENU

CHOICE : 2

OPTIONS :

- 1 LIST ALL THE EXPERIMENTAL DATA
- 2 ALTER EXISTING EXPERIMENTAL DATA FILE
- 3 CREATE A NEW EXPERIMENTAL DATA FILE
- 4 RETURN TO PREVIOUS MENU

CHOICE : 3

ENTER DATA FOR VARIABLE 1

HOW MANY GROUPS OF DATA POINTS ARE THERE IN VARIABLE 1? 7

ESTIMATED OF VARIANCE FOR VARIABLE 1? 1

VARIABLE	POINT	INDEP. VALUE	DEPEND. VALUE	WEIGT
1	1	?0	0	1
1	1	?1	.2109713	1
	2	?2	.511957	
1	3	?3	.8551369	
1	4	?4	.9535902	
	5	?5	.9831262	
1	6	?6	.9929715	1

OPTIONS :

- 1 LIST ALL THE EXPERIMENTAL DATA
- 2 ALTER EXISTING EXPERIMENTAL DATA FILE
- 3 CREATE A NEW EXPERIMENTAL DATA FILE
- 4 RETURN TO PREVIOUS MENU

CHOICE : 4

DISPLAY/ALTER MENU

- 1 ALL NONLINEAR REGRESSION CONSTANTS
- 2 EXPERIMENTAL DATA AND WEIGHTS
- 3 RETURN TO INPUT MENU

CHOICE : 3

INPUT MENU:

- 1 DESCRIPTION OF THE DATA AND EQUATION FILES
- 2 ENTER MODEL AND VARIATIONAL EQUATIONS
- 3 DISPLAY/ALTER DATA FILES
- 4 RETURN TO MAIN MENU

CHOICE :3

MAIN MENU:

- 1 ENTER EQUATIONS, REGRESSION CONSTANTS, AND DATA
- 2 PERFORM NONLINEAR REGRESSION
- 3 PRINT OR PLOT THE OUTPUT RESULTS
- 4 END APPLICATION

CHOICE :2

ITERATION = 1

Sum of squares for variable 1 = .2313911
 Total sum of squares = .2313911

New sum of squares for variable 1 = .4000048
 New total sum of squares = .4000048
 New sum of squares for variable 1 = .1892432
 New total sum of squares = .1892432
 Stepsize = 1

Parameter # Increment New Value

1	-3.142903E-02	.758571
2	-9.363406E-02	1.206366
3	-1.518576E-02	1.034814

ITERATION = 2

Sum of squares for variable 1 = .1892432
 Total sum of squares = .1892432

New sum of squares for variable 1 = .4876421
 New total sum of squares = .4876421
 New sum of squares for variable 1 = .1607089
 New total sum of squares = .1607089
 Stepsize = 1

Parameter # Increment New Value

1	-2.654941E-02	.7320216
2	-9.011414E-02	1.116252
3	-1.081185E-02	1.024002

ITERATION = 3

Sum of squares for variable 1 = .1607089
 Total sum of squares = .1607089

New sum of squares for variable 1 = .7932676
 New total sum of squares = .7932676
 New sum of squares for variable 1 = .1519738
 New total sum of squares = .1519738
 Stepsize = 1

Parameter # Increment New Value

1	-1.710949E-02	.7149121
2	-5.653964E-02	1.059712
3	-4.657039E-03	1.019345

ITERATION = 4

Sum of squares for variable 1 = .1519738
 Total sum of squares = .1519738

New sum of squares for variable 1 = 1.397712
 New total sum of squares = 1.397712
 New sum of squares for variable 1 = .1488443
 New total sum of squares = .1488443
 Stepsize = 1

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-7.567517E-03	.7073446
2	4.327584E-02	1.102988
3	3.536223E-04	1.019699

ITERATION = 5

Sum of squares for variable 1 = .1488443
 Total sum of squares = .1488443

New sum of squares for variable 1 = .8516782
 New total sum of squares = .8516782
 New sum of squares for variable 1 = .1396959
 New total sum of squares = .1396959
 Stepsize = 1

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-1.863449E-02	.6887101
2	-6.322825E-02	1.03976
3	-4.681308E-03	1.015018

ITERATION = 6

Sum of squares for variable 1 = .1396959
 Total sum of squares = .1396959

New sum of squares for variable 1 = 1.775515
 New total sum of squares = 1.775515
 New sum of squares for variable 1 = .1483794
 New total sum of squares = .1483794
 New sum of squares for variable 1 = .1403044
 New total sum of squares = .1403044

SIGZR is greater than 1, the increment is reduced by the factor BETA= .434

Previous total sum of squares = .1396959
 New total sum of squares = .1374452
 Stepsize = .434

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-1.966773E-03	.6867433
2	2.958594E-02	1.069346
3	3.551438E-04	1.015373

ITERATION = 7

Sum of squares for variable 1 .1374452
 Total sum of squares = .1374452

New sum of squares for variable 1 = .1384368
 New total sum of squares = .1384368

SIGZR is greater than 1, the increment is reduced by the factor BETA= .434

Previous total sum of squares = .1374452
 New total sum of squares = .1365256
 Step size = .434

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-5.705109E-03	.6810381
2	2.073585E-02	1.090082
3	1.12789E-04	1.015485

ITERATION = 8

Sum of squares for variable 1 = .1365256
 Total sum of squares = .1365256

New sum of squares for variable 1 = .1344768
 New total sum of squares = .1344768
 Step size = 1

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-1.425404E-02	.6667841
2	1.941065E-02	1.109492
3	-5.578209E-04	1.014928

ITERATION = 9

Sum of squares for variable 1 .1344768
 Total sum of squares = .1344768

New sum of squares for variable 1 = .2198375
 New total sum of squares .2198375
 New sum of squares for variable 1 = .1194337
 New total sum of squares .1194337
 Step size = 1

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-1.808794E-02	.6486962
2	-.0705882	1.038904
3	-5.016302E-03	1.009911

ITERATION = 10

Sum of squares for variable 1 = .1194337
 Total sum of squares = .1194337

New sum of squares for variable 1 = .633027
 New total sum of squares = .633027
 New sum of squares for variable 1 = .1149239
 New total sum of squares = .1149239
 Step size = 1

Parameter #	Increment	New Value
1	-1.025743E-02	.6384388
2	1.836567E-03	1.040740
3	-6.847285E-04	1.009227

ITERATION = 11

Sum of squares for variable 1 = .1149239
 Total sum of squares = .1149239

New sum of squares for variable 1 = .5877038
 New total sum of squares = .5877038
 New sum of squares for variable 1 = .1094823
 New total sum of squares = .1094823
 Step size = 1

Parameter #	Increment	New Value
1	-1.230113E-02	.6261376
2	-2.178444E-02	1.018956
3	-1.236184E-03	1.007990

ITERATION = 12

Sum of squares for variable 1 = .1094823
 Total sum of squares = .1094823

New sum of squares for variable 1 = 1.285231
 New total sum of squares = 1.285231
 New sum of squares for variable 1 = .114459
 New total sum of squares = .114459
 SIGZR is greater than 1, the increment is reduced by the factor BETA = .434
 Previous total sum of squares = .1094823
 New total sum of squares = .1087692
 Step size = .434

Parameter #	Increment	New Value
1	-.0044697	.621668
2	3.123313E-02	1.050189
3	2.860623E-05	1.008019

ITERATION = 13

Sum of squares for variable 1 = .1087692
 Total sum of squares = .1087692

New sum of squares for variable 1 .1149895
 New total sum of squares = .1149895

SIGZR is greater than 1, the increment is reduced by the factor BETA= .434

Previous total sum of squares = .1087692

New total sum of squares = .1096092

Previous total sum of squares = .1087692

New total sum of squares = .1087589

Stepsize = .188356

Parameter #	Increment	New Value
-------------	-----------	-----------

1	-3.796171E-03	.6178718
---	---------------	----------

2	1.036833E-02	1.060557
---	--------------	----------

3	1.156642E-05	1.008031
---	--------------	----------

ITERATION = 14

Sum of squares for variable 1 = .1087589

Total sum of squares = .1087589

***** CONVERGED *****

ITERATION = 14 SUM OF SQUARES = .1087589

VARIABLE 1

EXPERIMENTAL DATA		CALCULATED ERROR		WEIGHT
INDEPENDENT	DEPENDENT			
0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	1.00000
1.00000	0.21097	0.45690	-0.24593	1.00000
2.00000	0.51196	0.69416	-0.18220	1.00000
3.00000	0.85514	0.81737	0.03777	1.00000
4.00000	0.95359	0.88135	0.07224	1.00000
5.00000	0.98313	0.91458	0.06855	1.00000
6.00000	0.99297	0.93183	0.06114	1.00000

Inverse of (A transpose A):

-34535.67 -1363833 59282.08
 -1363833 -5.385539E+07 2340971
 59282.08 2340971 -101756.5

Product of matrix and inverse should be the identity matrix:

1.1250	0.0000	0.0000
8.0000	1.0000	0.0000
0.0000	0.0000	1.0000

COVARIANCE ANALYSIS**Matrix of Correlation Coefficients**

1 -1 -1.000029 1.00002
 2 -1.000029 -1 1.000001
 3 1.000019 1.000001 -1

Matrix of 0.05 significance test.(Yes means that the correlation is significant)

1 yes yes yes
 2 yes yes yes
 3 yes yes yes

Matrix of 0.01 significance test.(Yes means that the correlation is highly significant)

1 yes yes yes
 2 yes yes yes
 3 yes yes yes

EIGENVALUES for the Correlation Coefficients Matrix

3.316757E-05
 1.514472E-07
 -3.000033

EIGENVECTORS for the Correlation Coefficients Matrix

.8043522 .1402879 .5773533
 -.5236728 .6264456 .5773497
 .2806853 .7667368 -.5773478

Ok.

3. Figuras

En la siguiente página, se muestra las figuras utilizadas para la determinación de la velocidad del agitador.

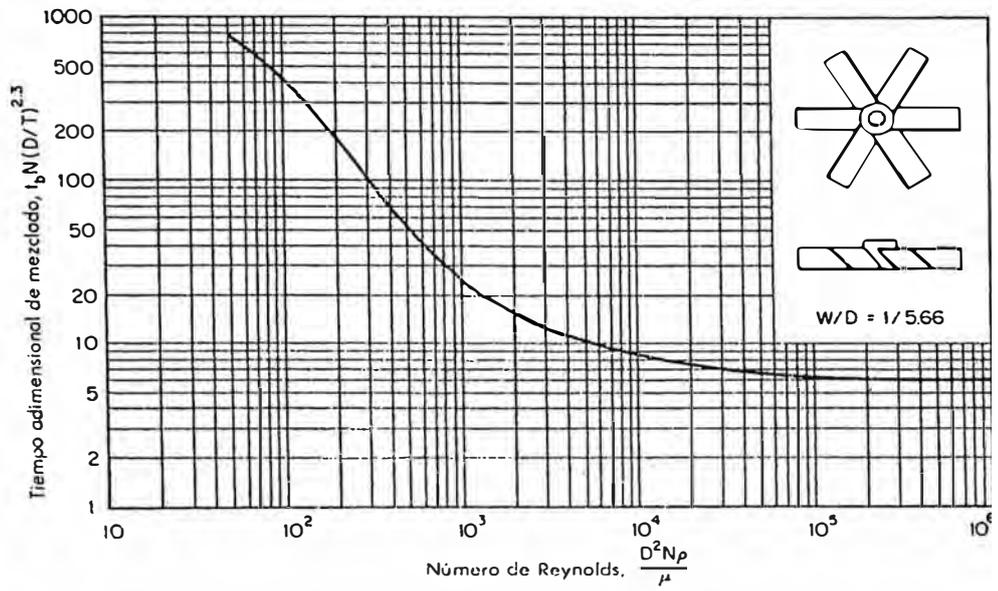


Fig 12-1

Tiempo adimensional de mezclado, en función del número de Reynolds, para impulsores con álabes inclinados.

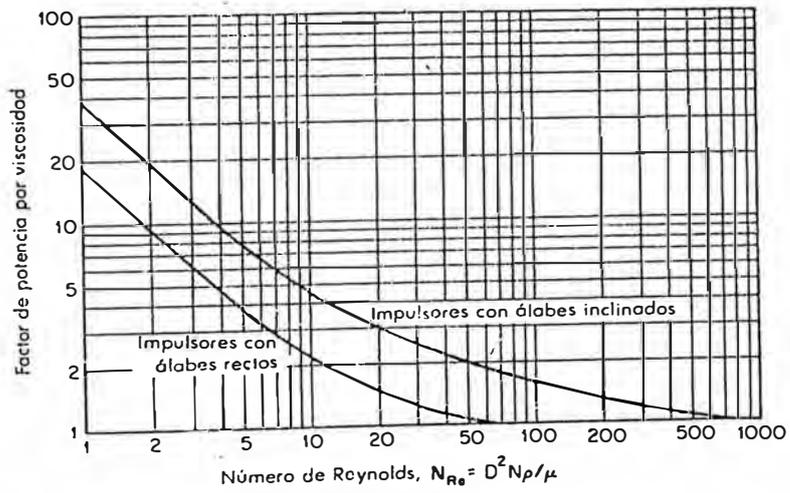


Fig. 12-2

Factor de potencia por viscosidad, en función del número de Reynolds del impulsor

COSTOS DE DISEÑO Y FABRICACIÓN DE UTILAJES

N/O	MAQ.	ITEM	PLANO codigo	COSTO DE DISEÑO						COSTO DE FABRICACIÓN DE UTILAJES												
				COSTO DIRECTO		GASTOS DE FABRICACIÓN				COSTO DIRECTO			GASTOS DE FABRICACIÓN					GASTOS ADMINISTRATIVOS				
				M.O. D.	M.P.D	M.O.I.	M.P.I	OTROS GASTOS	M.O. D.	M.P.D	M.O.I.	M.P.I		OTROS GASTOS								
				tiempo (horas)	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo	tiempo (horas)	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo				
1	PBOA	UTILAJES	001P5.56	10.00	112.50						5.00	1035.00	7.75									
2			002P5.56	10.00	112.50						4.50	990.00	16.86									
3			003P5.56	8.00	90.00						3.50	869.94	7.93									
4			004P5.56	10.00	112.50						7.65	1273.50	3.66									
5			005P5.56	8.00	90.00						4.50	959.94	4.18									
6			006P5.56	6.00	67.50						2.50	1559.88	1.69									
7			007P5.56	6.00	67.50						0.00	0.00	0.00									
8			008P5.56	5.00	56.25						0.95	1280.88	0.29									
9	PB1B	UTILAJES	001P5.56	12.00	135.00						5.00	258.75	464.40									
10			002P5.56	8.00	90.00						3.50	217.49	309.60									
11			003P5.56	8.00	90.00						6.75	298.13	309.60									
12			004P5.56	8.00	90.00						6.75	298.13	309.60									
13			005P5.56	12.00	135.00						5.00	258.75	464.40									
14			006P5.56	8.00	90.00						3.50	217.49	309.60									
15			007P5.56	8.00	90.00						6.75	298.13	309.60									
16			008P5.56	12.00	135.00						5.00	258.75	464.40									
17			009P5.56	8.00	90.00						3.50	217.49	309.60									
18			010P5.56	8.00	90.00						6.75	298.13	309.60									
19			011P5.56	7.50	84.38						3.50	434.97	290.25									
20			011P5.56	7.00	78.75						3.50	434.97	270.90									
21			012P5.56	7.00	78.75						3.50	652.46	270.90									
22			013P5.56	9.00	101.25						5.50	787.46	348.30									
23			014P5.56	12.00	135.00						5.00	258.75	464.40									
24			015P5.56	8.00	90.00						6.75	298.13	309.60									
25			016P5.56	9.00	101.25						6.25	281.25	348.30									
26			017P5.56	8.00	90.00						6.58	288.68	309.60									
27			018P5.56	6.00	67.50						0.00	0.00	0.00									
28			019P5.56	8.00	90.00						3.00	206.24	309.60									
29			020P5.56	7.00	78.75						4.50	239.85	270.90									
30			020P5.56	7.00	78.75						4.50	239.99	270.90									
31			020P5.56	7.00	78.75						4.50	239.99	270.90									
32			020P5.56	7.00	78.75						4.50	239.99	270.90									
33			021P5.56	8.00	90.00						8.50	1319.94	309.60									
34	022P5.56	8.00	90.00						8.50	1319.94	309.60											
35	023P5.56	8.00	90.00						2.75	802.44	309.60											
						Utiles de Escritorio, Cinta de impresora, hojas			Ingeniero													
									Instrumentos													
									Consumo eléctrico													
													Ingeniero , Inspector de Calidad									
														Insumos : Lubricantes, grasa, trapos industriales etc								
														Instrumentos y Herramientas de trabajo								
														Consumo eléctrico								
														Depreciación de Maquinarias								
														Empleados de Logística (Almacén), Transporte								

N/O	MAQUINA	ITEM	PLANO	COSTO DE DISEÑO						COSTO DE FABRICACION DE UTILAJES										
				COSTO DIRECTO			GASTOS DE FABRICACIÓN			COSTO DIRECTO			GASTOS DE FABRICACIÓN				GASTOS ADMINISTRATIVOS			
				M.O. D.	M.P.D	Costo	M.O.I.	M.P.I	OTROS GASTOS	M.O. D.	M.P.D	Costo	M.O.I.	M.P.I	OTROS GASTOS					
				tiempo (horas)	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo	tiempo (horas)	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo	Costo				
45	LACH.	UTIL.	001P5.56	10.00	112.50						13.75	455.63	387.00							
46	22125		002P5.56	8.00	90.00						5.50	1552.50	309.60							
49	PB7A	UTIL.	001P5.56	12.00	135.00						6.65	295.88	464.40							
50	PB8C	UTILAJES	001P5.56	8.00	90.00						7.50	315.00	309.60							
51			002P5.56	10.00	112.50						5.00	258.75	387.00							
52			003P5.56	12.00	135.00						5.00	258.75	464.40							
53			004P5.56	8.00	90.00						2.50	194.99	309.60							
54			005P5.56	9.00	101.25						3.50	217.49	348.30							
55			006P5.56	8.00	90.00						3.75	223.11	309.60							
56			007P5.56	8.00	90.00						5.00	258.75	309.60							
57			008P5.56	9.00	101.25						8.50	329.99	348.30							
58			009P5.56	8.00	90.00						5.50	262.49	309.60							
59			010P5.56	7.00	78.75						2.75	200.61	270.90							
68	PB31/8	UTILAJES	001P5.56	12.00	135.00						4.50	247.50	464.40							
69			002P5.56	8.00	90.00						3.25	211.86	309.60							
70			003P5.56	8.00	90.00						2.75	401.22	309.60							
71			004P5.56	9.00	101.25						8.08	324.23	348.30							
72			005P5.56	12.00	135.00						6.00	281.25	464.40							
73			006P5.56	7.00	78.75						3.50	225.00	270.90							
74			007P5.56	7.50	84.38						3.50	217.49	290.25							
75			008P5.56	7.00	78.75						1.25	166.86	270.90							
76			009P5.56	8.00	90.00						8.00	318.74	309.60							
77			010P5.56	12.00	135.00						4.50	247.50	464.40							
78			011P5.56	12.00	135.00						6.00	281.25	464.40							
79			012P5.56	7.50	84.38						3.50	217.49	290.25							
80			013P5.56	6.00	67.50						1.50	172.49	232.20							
81			014P5.56	8.00	90.00						8.00	318.74	309.60							
82			015P5.56	12.00	135.00						4.50	247.50	464.40							
83			016P5.56	12.00	135.00						6.00	281.25	464.40							
84			017P5.56	7.00	78.75						3.50	450.00	270.90							
85			018P5.56	12.00	135.00						4.50	247.50	464.40							
86	019P5.56	8.00	90.00						3.25	423.72	309.60									
87	020P5.56	12.00	135.00						6.00	281.25	464.40									
88	021P5.56	7.00	78.75						2.75	200.61	270.90									
89	022P5.56	12.00	135.00						5.00	258.75	464.40									
90	023P5.56	8.00	90.00						5.00	1004.94	309.60									
91	024P5.56	12.00	135.00						6.00	281.25	464.40									
92	025P5.56	10.00	112.50						5.00	258.75	387.00									
93	026P5.56	10.00	112.50						5.00	258.75	387.00									
				Utiles de Escritorio, Cinta de impresora, hojas						Ingeniero , Inspector de Calidad sobre simbologia										
				Instrumentos						Consumo eléctrico										
				Ingeniero , Inspector de Calidad						Insumos : Lubricantes, grasa, trapos industriales etc										
				Instrumentos y Herramientas de trabajo						Consumo eléctrico										
				Depreciación de Maquinarias						Empleados de Logística (Almacén), Transporte										