

### **5.5.6 Pruebas de Destilación Reactiva a Nivel de Laboratorio**

La parte final del trabajo corresponde a la realización de las pruebas de síntesis de acetato de n-butilo mediante la esterificación de ácido acético con n-butanol en la torre de destilación reactiva a nivel laboratorio, operando a presión atmosférica.

Los resultados obtenidos a partir de la síntesis, caracterización y evaluación catalítica de los materiales sugieren que el material más adecuado para realizar las pruebas en la torre de destilación reactiva es el SBA-15 funcionalizado por la ruta grafting.

Las simulaciones de la columna de destilación reactiva realizadas en la sección 5.3 muestran que es necesario empacar 11 etapas con el material catalíticamente activo, que corresponde a la sección reactiva de la torre. Para el equipo disponible en el Laboratorio de Catálisis de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, el volumen de cada etapa es de  $60.5 \text{ cm}^3$ , lo que indica que es necesario un volumen total de catalizador de  $665.5 \text{ cm}^3$ . En este sentido el costo de producción de cada  $\text{cm}^3$  de SBA-15 funcionalizado por la técnica grafting es de \$11500, considerando solamente el costo de los precursores TEOS y MPTS, además del surfactante Brij-76, a partir de la ruta de síntesis presentada en la sección 2.4.

Las relaciones anteriores indican que el costo de producción de la sección reactiva es superior a \$7'600.000. Además considerando la ruta de síntesis seguida en este trabajo, que requiere el paso de 24 h en autoclave para producir  $5 \text{ cm}^3$  de SBA-15. De esta forma y trabando continuamente con los autoclave se requiere un tiempo total de síntesis de 133 días.

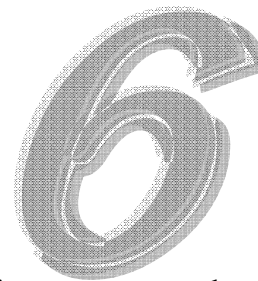
El alto costo energético y el alto requerimiento en tiempo de síntesis hicieron que no fuera posible realizar las pruebas de síntesis de acetato de n-butilo en la columna de destilación reactiva, con el fin de validar el comportamiento del SBA-15 funcionalizado por la ruta grafting a altas temperaturas y fuertes condiciones hidrodinámicas, como es la reacción bajo condición de ebullición.

Con el fin de reducir los costos de síntesis del catalizador para realizar las pruebas en la columna de destilación reactiva, es necesario diseñar un esquema tecnológico de alta eficiencia que requiera un menor número de etapas reactiva. Pero esta configuración involucra una alta relación de reflujo, al igual que altos requerimientos energéticos en el rehervidor de la torre.

Aunque no se realizaron las pruebas de síntesis de acetato de n-butilo en la columna de destilación reactiva, se espera que el material propuesto como el mejor en la primera parte del trabajo tenga una resistencia térmica superior a la de la resina comercial Amberlyst-15, bajo las condiciones catalíticas del sistema de destilación reactiva, porque para las mesofases SBA-15 y MCM-41 funcionalizadas por la ruta grafting, la temperatura a la cual ocurre la máxima velocidad de pérdida de peso debida a la descomposición de los grupos propil-acidosulfónico es 499 y 513 °C respectivamente, mientras que para la resina comercial Amberlyst-15, la descomposición de los grupos fenil-acidosulfónicos ocurre a 298°C, que representa un aumento en la resistencia térmica del material catalítico de 200°C.

Este trabajo deja las bases para realizar investigaciones futuras que involucren la síntesis de las mesofases MCM-41, MCM-48, SBA-15 y HMS. Como este es el primer trabajo realizado de este tipo al interior del grupo de investigación en Procesos Químicos, Catalíticos y Biotecnológicos, con el que se deja un protocolo completo de síntesis de las mesofases. Además la funcionalización de los materiales sumado al hecho que todas presentaron actividad catalítica abre una gama de posibilidades para evaluar estos materiales en otro tipo de reacciones, así como queda la necesidad de optimizar el procedimiento de síntesis de los materiales para diferentes tipos de sistemas reactivos de interés, sobre todos para estas reacciones que requieren sitios ácidos de Brønsted y que están limitadas por el equilibrio químico, que son potencialmente importantes para ser realizadas en columnas de destilación reactiva.

## CONCLUSIONES



Las cuatro mesofases MCM-41, MCM-48, SBA-15 y HMS se sintetizaron con un alto grado de ordenamiento estructural. Los resultados obtenidos para cada uno de estos materiales en el análisis de difracción de rayos X (XRD) son consistentes con los reportes disponibles en la literatura, tanto para los picos característicos de alta intensidad como para los picos de baja intensidad, así como para los armónicos de los picos principales.

La síntesis de las cuatro mesofases de sílica MCM-41, MCM-48, SBA-15 y HMS, permitió evaluar diferentes tipos y tamaños de celda estructural, las cuales variaron no solo en el tipo de fase, que para los materiales MCM-41, SBA-15 y HMS es hexagonal y para el MCM-48 es cúbica, sino también en el tamaño del d-spacing el cual varió desde 35 hasta 66 Å dependiendo de la mesofase sintetizada. Además los materiales sintetizados con surfactantes no-iónicos como el SBA-15 y el HMS presentan un mayor espesor de pared que los materiales sintetizados con un surfactante iónico como los MCM-41 y MCM-48, debido a la ausencia de fuerzas electrostáticas durante el proceso sol-gel. Los resultados de distribución y tamaño de poro, área superficial y espesor de pared no se mostraron en este trabajo debido a que no fue posible realizar el análisis de porosimetría a todos los materiales sintetizados y funcionalizados.

Las dos rutas de funcionalización, grafting y co-condensación mostraron ser efectivas para la incorporación de los grupos mercaptopropil en las sílicas mesoporosas, como fue evidenciado por el análisis conjunto entre las técnicas de caracterización fisicoquímica FTIR y TGA. Entre las dos rutas los mayores grados de funcionalización se lograron por la vía de co-condensación, con un rendimiento del 97.1% para el MCM-48 y un 99.5% para el SBA-15. Estos altos grados de funcionalización generaron materiales térmica y estructuralmente menos estables que los funcionalizados por la ruta grafting. Para estos materiales las temperaturas de máxima velocidad de pérdida de peso debida a la descomposición de los grupos acidosulfónicos es cercana a 500°C, a diferencia de los materiales funcionalizados por la ruta de co-condensación con temperaturas de hasta 437°C.

El parámetro de análisis propuesto en este trabajo para el rendimiento del proceso de oxidación, llamado Relación de Aumento de Peso, el cual tiene un valor teórico de 1.64, que está dado por la relación entre los pesos moleculares de los grupos propil acidosulfónico y propil mercaptano, sugiere un comportamiento decreciente en la estabilidad estructural de las mesofases funcionalizadas y oxidadas MCM-41, MCM-48, SBA-15 y HMS. Estos resultados además confirman la mayor estabilidad estructural de los materiales funcionalizados por la ruta grafting. Entre más lejano al valor teórico de 1.64 esté la Relación de Aumento de Peso calculada para cada material, mayor es la cantidad de pérdida de grupos funcionalizados como lixiviados durante el proceso de oxidación o en los lavados posteriores de los materiales.

Todas las mesofases funcionalizadas por las rutas grafting y co-condensación presentaron actividad catalítica comparable con la resina comercial Amberlyst-15. Dicha actividad catalítica fue superior a la que exhibe el blanco durante la esterificación de ácido acético con n-butanol hacia acetato de n-butilo. Esto indica que los materiales fueron funcionalizados efectivamente con los grupos acidosulfónicos en la estructura de sílica. Este resultado cumple con uno de los principales objetivos de esta tesis, en la que se pretendía sintetizar materiales con alta resistencia térmica y que fueran catalíticamente activos para la producción de acetato de n-butilo.

Los materiales sintetizados y funcionalizados por la ruta de co-condensación presentan mayor actividad catalítica que los materiales funcionalizados por la ruta grafting, excepto para el MCM-41. Esta mayor actividad catalítica puede estar relacionada con las mayores cargas de grupos acidosulfónicos logradas por la ruta de co-condensación.

Los materiales con mesofase hexagonal presentan una mayor relación entre la actividad catalítica y carga final de grupos acidosulfónicos, en relación con el material de mesofase cúbica, esto para las dos rutas de funcionalización. Este comportamiento posiblemente se debe a que la fase cúbica presenta mayores restricciones a la transferencia de masa, lo que limita su actividad catalítica. Adicionalmente esta relación aumenta para los materiales que presentan un mayor d-spacing, el cual está directamente relacionado con el tamaño de poro, lo que permite realizar una mejor catálisis de la reacción.

Las pruebas de actividad catalítica muestran que los materiales funcionalizados por la ruta grafting alcanzan un grado mayor de conversión que la resina comercial Amberlyst-15 para tiempos superiores a 900 min. Este comportamiento de los materiales funcionalizados por la ruta post-síntesis valida la mayor resistencia térmica y estructural de estos materiales, inicialmente notada en los análisis termogravimétricos. Estas características son especialmente provechosas en reactores convencionales, que requieren un mayor tiempo de contacto entre reactivos y catalizador.

A partir de los tres parámetros utilizados para comparar el comportamiento de los materiales funcionalizados, los cuales fueron (i) estabilidad térmica, (ii) actividad catalítica y (iii) relación entre actividad catalítica y carga final de grupos acidosulfónicos, se determinó que el material más adecuado para realizar las pruebas esterificación de ácido acético con n-butanol hacia acetato de n-butilo en la columna de destilación reactiva a presión atmosférica fue el SBA-15 funcionalizado por la ruta grafting. Además en este trabajo también se sugiere evaluar el material MCM-41 funcionalizado por la misma ruta, debido a que presenta un comportamiento similar al SBA-15. Las diferencias son sutiles, como es la mayor estabilidad térmica y la menor relación entre actividad catalítica y carga final de grupos acidosulfónicos. Estos hechos hacen necesario observar el comportamiento de los materiales en la columna de destilación reactiva, porque ambos son potencialmente importantes para actuar como catalizadores en este proceso.

La estabilidad térmica de los materiales SBA-15 y MCM-41 funcionalizados por la ruta grafting, que para este trabajo se tomó como la temperatura a la cual se da la mayor velocidad de pérdida de peso debida a la descomposición de los grupos acidosulfónicos, es de 499°C y 513°C respectivamente. El aumento en la resistencia térmica para los materiales sintetizados en este trabajo y en relación con la resina comercial Amberlyst-15 es de 200°C; debido a que la temperatura a la cual se descomponen los grupos bencil acidosulfónicos es de 298°C. Esto da pie para sugerir que los materiales aquí sintetizados pueden presentar un mejor comportamiento catalítico para la síntesis de acetato de n-butilo por destilación reactiva a presión atmosférica.

El análisis de la estática permitió diseñar el esquema tecnológico más adecuado para la síntesis de acetato de n-butilo por destilación reactiva a partir de la esterificación de ácido acético con n-butanol, para el proceso realizado tanto a 0.33 atm como a 1 atm. Las condiciones obtenidas a partir de este análisis permitieron realizar la simulación del proceso en ASPEN PLUS, para el cual se propuso una torre con un número menor de etapas respecto a lo reportado en la literatura, alcanzando una pureza similar en la corriente principal del proceso.

Las comparaciones energéticas entre los procesos de síntesis de acetato de n-butilo por destilación reactiva a 0.33 y 1 atm, mostraron que el cambio de tecnología hacia el proceso realizado a presión atmosférica disminuye el consumo energético en 26.6%. La reducción en el costo de compra de los equipos de transferencia de calor es 20% y para los fluidos de servicio la reducción es 25% en el agua de enfriamiento y 28% en el vapor sobrecalentado. Estos resultados mostraron el potencial que tiene la sustitución de tecnología a partir de un cambio en las propiedades fisicoquímicas del catalizador, como son la estabilidad térmica y estructural, sumada a una actividad catalítica similar a las resinas ácidas comerciales, como Amberlyst-15, que fue el punto de referencia en este trabajo.

El análisis económico riguroso, que fue estimulado por los resultados encontrados en las comparaciones energéticas, y que se basó en el método de optimización MINLP, reportó que con ligeros cambios en el esquema de procesamiento es posible alcanzar un aumento en la productividad cercana al 9%, considerando que el costo del nuevo catalizador es superior a la resina comercial Amberlyst-15 hasta en un 50%. La nueva configuración requiere en primer lugar que se elimine los equipos de vacío, para que el sistema opere a presión atmosférica y en segundo lugar se debe aumentar la relación de reflujo en casi cinco veces el valor original; además la sección reactiva ya no debe ubicarse entre las etapas 8-18 sino entre las etapas 7-17, de igual forma las corrientes de alimentación ya no se adicionan sobre las etapas 7 y 17 sino en las etapas 6 y 16, para el alimento fresco y la recirculación de la corriente orgánica respectivamente. Es de destacar que para los dos procesos comparados el número total de etapas es 25. Los pocos cambios que deben realizarse en la configuración de la torre son una motivación técnica que suma a la relevancia que tiene sintetizar catalizadores con propiedades térmicas mejoradas.

Las pruebas catalíticas en la torre de destilación reactiva, para la síntesis de acetato de n-butilo requiere que se empaquen 11 etapas con el catalizador, cada una con un volumen de  $60.5 \text{ cm}^3$ . El catalizador propuesto como el más adecuado para realizar dicha pruebas es el SBA-15 funcionalizado por la ruta grafting y el costo de síntesis de este material es de  $\$11500/\text{cm}^3$  solamente en reactivos. La sola síntesis del catalizador requiere una inversión económica superior a  $7'600.000$  y un tiempo de 133 días. Estos condicionantes limitaron la realización de las pruebas catalíticas en la torre de destilación reactiva a presión atmosférica.

Este primer trabajo realizado por el grupo de investigación en Procesos Químicos, Catalíticos y Biotecnológicos de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, en la síntesis y caracterización de sílicas mesoporosas funcionalizadas por rutas in-situ y post-síntesis, abre una serie de posibilidades para realizar trabajos posteriores relacionados también con la síntesis, caracterización y evaluación de estos catalizadores, así como el diseño de nuevos procesos de destilación reactiva u otras tecnologías relacionadas y por qué no, en aplicaciones diferentes a las catalíticas, que puedan presentar estas sílicas mesoporosas funcionalizadas para las cuales los tamaños de sus poros y el orden estructural sean especialmente ventajosas.



## PERPECTIVAS Y RECOMENDACIONES

Una parte de este trabajo que quedó inconclusa es la determinación de área superficial, y el tamaño y distribución de poro, así como la construcción de las isothermas de adsorción-desorción, debido a unos inconvenientes presentados con el equipo de caracterización ASAP 2020, ubicado en el Laboratorio de Materiales Nanoestructurados y Funcionales de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, por lo tanto cuando sean superados estos inconvenientes será realizada la caracterización propuesta, para tener un mejor entendimiento de los materiales sintetizados y de su relación con la actividad catalítica.

Esta actividad catalítica es un parámetro que debe ser objeto de estudio para los trabajos posteriores de los materiales aquí sintetizados. En este sentido, es necesario evaluar a mayores temperaturas de reacción los materiales que aquí se presentan como los más promisorios con el fin de realizar pruebas de destilación reactiva a presión atmosférica. Para estas pruebas catalíticas es necesario considerar dos aspectos principales, el primero esta relacionado con el cuidado de la salud humana porque los vapores de ácido acético son altamente tóxicos, por esto se requiere equipos sofisticados de reacción y caracterización cuantitativa de la mezcla reactiva para realizar estas medidas. En segundo lugar debe analizarse la esterificación de ácido acético con alcoholes más pesados de manera tal que generen acetatos de mayor temperatura de ebullición, sobre todo estos que actualmente se producen por tecnologías convencionales reacción-tren de separación, con el fin de evaluar el comportamiento de los catalizadores a altas temperaturas y para determinar la viabilidad de su síntesis en sistemas de destilación reactiva.

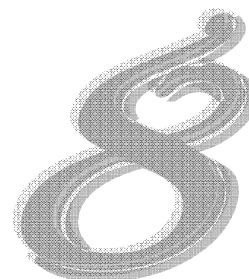
El siguiente paso en la investigación debe estar centrado en determinar la relación existente entre las condiciones de síntesis y sus propiedades catalíticas y térmicas. Además ese estudio debe tener como objetivo principal la optimización de las condiciones de síntesis del catalizador para producir acetato de n-butilo a partir de la esterificación de ácido acético con n-butanol. Las mesofases que deben ser evaluadas en dicho trabajo son la SBA-15 y la MCM-41 funcionalizadas con el grupo mercaptopropil por la ruta grafting.



Para realizar las pruebas catalíticas en la torre de destilación reactiva es necesario diseñar un esquema de procesamiento de acetato de n-butilo de alta productividad con el fin de utilizar una menor cantidad de catalizador, el cual seguramente debe requerir un alto reflujo y una alta relación de rehervidor. Otra alternativa es realizar las pruebas catalíticas en un equipo sofisticado, que en primer lugar permita alcanzar la temperatura de ebullición del sistema reactivo y que además asegure un régimen completamente agitado. Este tipo de equipos requiere bombas para un rápido transporte de vapores, al igual que sistemas de condensación altamente eficientes y un sellado que asegure que no se producen pérdidas desde el sistema en forma de vapores, los cuales además son perjudiciales para la salud humana, debido a la presencia de ácido acético en los mismos. La menor cantidad en el requerimiento de catalizador no necesariamente indica que la cantidad de este debe ser poca, por lo que es conveniente realizar un escalado en el método de síntesis de estos materiales funcionales, de tal manera que permita obtener una mayor cantidad de catalizador a fin de reducir al máximo el tiempo de síntesis total del catalizador.

Un trabajo que debería realizarse simultáneamente con los anteriormente propuestos, es observar la actividad catalítica que presentan los materiales sintetizados en este trabajo, sobre reacciones que requieren sitios ácidos de Brønsted y que además estén limitadas por el equilibrio químico. Si estos materiales son catalíticamente activos para otro tipo de reacciones y si además tienen una resistencia térmica suficiente que permita llevar a cabo la reacción en condiciones de ebullición de la mezcla reactiva se dispondría de una gran variedad de sistemas que deberían ser evaluados en procesos de destilación reactiva, tanto desde el punto de vista económico como tecnológico. Se estima que con un aumento en la resistencia térmica de solo 20°C respecto al catalizador comercial Amberlyst-15, para materiales con actividad catalítica similar, permitiría evaluar cerca de 120 nuevos procesos para ser realizados por destilación reactiva. Estas perspectivas incentivan la continuación de trabajos en esta misma dirección, lo que llevaría a desarrollos tecnológicos con un impacto potencial en el mercado de la química fina.

## APÉNDICES



### Apéndice A: Determinación por Titulación de la Concentración de Ácido Acético en la Mezcla Reactiva Estequiométrica.

La curva de calibración para la determinación de la concentración de ácido acético por titulación se realizó a partir de la preparación de tres mezclas que contienen los cuatro componentes del sistema reactivo (ácido acético, n-butanol, acetato de n-butilo y agua). Las preparaciones se realizaron con fracciones molares de ácido acético de 0.1, 0.3 y 0.5, y con cantidades molares iguales de n-butanol. La fracción molar restante de la mezcla se distribuyó en partes iguales para los productos de reacción acetato de n-butilo y agua, como se muestra en la Tabla A. 1. Las mezclas a titular se prepararon de esta manera porque las pruebas de actividad catalítica se hacen partiendo de una mezcla que contiene solamente cantidades estequiométricas de los reactivos.

**Tabla A. 1.** Fracción molar de las mezclas preparadas para la curva de calibración

AcAc	n-BuOH	n-BuAc	H <sub>2</sub> O
0,1	0,1	0,4	0,4
0,3	0,3	0,2	0,2
0,5	0,5	0,0	0,0

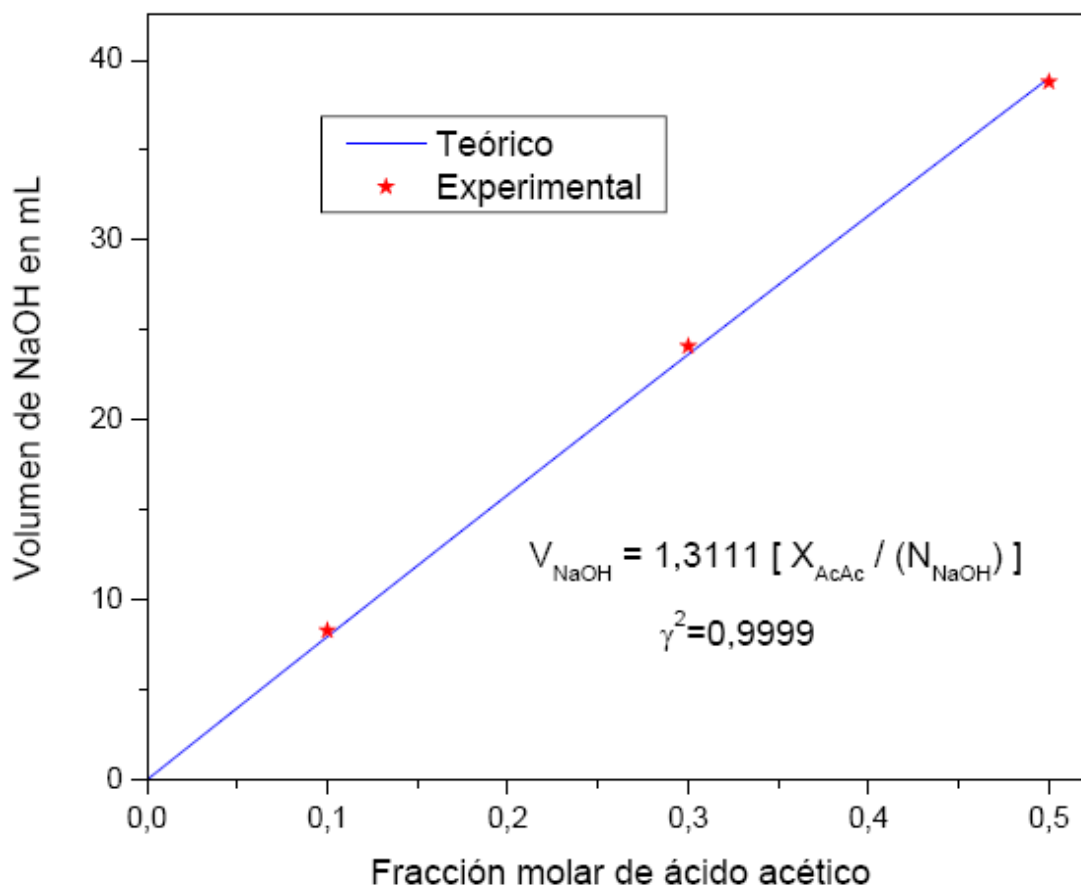
Cada mezcla se tituló bajo en protocolo descrito en el numeral 2.4.10. Y las medidas se realizaron por duplicado con una solución titulante de NaOH al 0.0167 N.

El volumen promedio gastado del agente titulante (NaOH) para cada una de las mezclas preparadas es mostrado en la Figura A.1. En la cual además se presenta la curva teórica del volumen que debe ser utilizado para la neutralización del ácido acético en la mezcla del sistema reactivo, pero debe hacerse la salvedad que esta curva teórica es solamente válida para una solución de NaOH al 0.0167 N.

A partir de resultados teóricos similares, del volumen necesario de NaOH (con diferentes concentraciones) para neutralizar la cantidad de ácido acético presente en el sistema cuaternario, se encontró la ecuación genérica que relaciona: (i) el volumen de NaOH utilizado en la titulación de ácido acético desde la mezcla de reacción que contienen inicialmente solo cantidades estequiométricas de los reactivos, (ii) la Normalidad de la solución de NaOH y (iii) la fracción molar de ácido acético en la mezcla. Esta ecuación también es presentada en la Figura A.1. Al igual que el coeficiente de correlación obtenido para esta curva que es de 0.9999.

La ecuación presentada en la Figura A.1 es solamente valida para mezclas estequiométricas que además utilicen el protocolo de medición del numeral 2.4.10.

**Figura A.1.** Curva de calibración por titulación de ácido acético



## Apéndice B: Datos de Actividad Catalítica

Las pruebas de actividad catalítica son mostradas gráficamente en la Figura 47.a, para los materiales funcionalizados por la ruta grafting y en la Figura 47.b, para los materiales funcionalizados por la ruta de co-condensación. Además en cada gráfica también se incluyen las curvas obtenidas para el blanco y para la resina comercial Amberlyst-15.

En este Apéndice B se incluyen las tablas de datos con las cuales se realizó la Figura 47. Estas tablas muestran las milimoles de ácido acético convertido por cada gramo de material utilizado como catalizador (mmol AcAc/ g cat) y el tiempo en el cual se hizo cada medida de la concentración de ácido acético (Tiem, min) según el protocolo mostrado en el numeral 2.4.10. Esta medida es específica para cada catalizador.

La Tabla A. 2, contiene los datos obtenidos para las pruebas de actividad catalítica de los materiales funcionalizados por la ruta grafting, además se incluyen los datos para el blanco y la resina comercial Amberlyst-15. Por otro lado la Tabla A. 3, presenta la información de las pruebas de actividad catalítica para los materiales funcionalizados por la ruta de co-condensación. Nuevamente se incluyen los datos para el blanco y para Amberlyst-15, de la misma forma en que son presentados los resultados en la Figura 47.

**Tabla A. 2.** Datos de actividad catalítica de los materiales funcionalizados por la ruta grafting

Blanco		Amberlyst-15		HMS-Gr		MCM-41-Gr		MCM-48-Gr		SBA-15-Gr	
Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat
0	0,00	0	0,00	0	0,00	0	0,00	0	0,00	0	0,00
27	0,47	21	13,02	24	3,31	29	8,57	27	4,08	21	6,59
68	1,87	65	41,91	60	9,05	72	27,41	68	13,29	66	32,85
97	3,09	95	53,24	108	20,11	100	39,39	115	22,83	97	42,61
169	8,69	165	80,71	169	35,61	159	52,87	154	28,79	155	57,04
240	10,31	236	92,33	219	63,71	198	69,63	165	60,37	195	72,19
295	13,34	294	100,62	342	78,36	266	66,16	381	81,74	262	75,01
940	15,43	938	116,98	482	92,69	1143	129,98	490	95,65	1140	132,26
				637	110,95			646	111,11		
				1318	144,02			1407	148,97		

**Tabla A. 3.** Datos de actividad catalítica de los materiales funcionalizados por la ruta co-condensación

Blanco		Amberlyst-15		HMS-Co		MCM-41-Co		MCM-48-CO-13%		SBA-15Co13	
Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat	Tiem (min.)	mmol AcAc/ g cat
0	0,00	0	0,00	0	0,00	0	0,00	0	0,00	0	0,00
27	0,47	21	13,02	25	6,30	20	0,03	24	12,10	23	9,04
68	1,87	65	41,91	68	23,33	54	9,05	49	18,22	49	21,28
97	3,09	95	53,24	98	34,39	102	21,80	99	37,20	95	33,52
169	8,69	165	80,71	156	50,27	154	39,19	146	54,95	146	43,32
240	10,31	236	92,33	196	61,73	233	55,18	203	62,15	201	59,20
295	13,34	294	100,62	264	64,32	365	69,90	273	79,23	272	68,63
940	15,43	938	116,98	1141	120,01	475	80,12	398	91,60	397	81,59
						628	100,19	530	98,67	530	91,90
						1391	130,12	682	102,50	682	97,20
								1402	107,87	1401	98,77

El ajuste de datos a partir del cual se obtiene la actividad catalítica de cada material y que fue presentado en la Tabla 5, junto con el respectivo coeficiente de correlación obtenido en cada caso, considera solamente datos con una conversión menor al 20%, es decir, estos para los cuales la cantidad convertida de ácido acético por cada gramo de catalizador no se supera las 100 milimoles.

## Apéndice C: Ecuaciones para el Cálculo del Potencial Económico de la Columna de Destilación Reactiva.

A continuación se presenta el sistema de ecuaciones utilizado en la sección 5.5.5 para realizar los cálculos de los parámetros de diseño de las columnas de destilación reactiva, como son el diámetro y la altura de la torre, el área efectiva de los equipos adicionales del proceso (condensador, rehervidor, eyectores y decantador). Las etapas específicas de la torre (etapa de rectificación o reactiva). De igual forma se presentan las ecuaciones que permiten calcular los costos operativos del proceso, como son los gastos por consumo de energía eléctrica, el consumo energético debido al funcionamiento de los fluidos de servicio.

El sistema de ecuaciones (A.1) a (A.15), permite calcular los costos de capital de los procesos de destilación reactiva, mientras que las ecuaciones (A.16) a (A.18) son para realizar el cálculo de los costos operativos de cada proceso. Finalmente en este mismo Apéndice se presenta el valor de las constantes requeridas a lo largo del cálculo y la nomenclatura utilizada en el sistema de ecuaciones.

### Calculo de costos de capital:

#### Diámetro de la columna

$$D_{Col} = \sqrt{\frac{V_{Reh}^4}{\pi F_C} \sqrt{\frac{RT_{Reh}}{P} N \left( \sum_{i=1}^{nc} MW_i y_i \right)}} \quad (A.1)$$

#### Altura de la columna

$$H_{Col} = (N - 2)HETP + H^0 \quad (A.2)$$

#### Carga máxima de catalizador por etapa

$$M_{Cat|Et} = 150 \frac{\pi}{4} D_{Col}^2 HETP \quad (A.3)$$

Carga total de catalizador en la columna

$$M_{Cat} = M_{Cat|Et} N_R \quad (A.3)$$

Área de rehervidor

$$A_{Reh} = \frac{Q_{Reh}}{K_W \Delta T_{Reh}} \quad (A.4)$$

Área de condensador:

$$A_{Con} = \frac{Q_{Con}}{K_W \Delta T_{Con}} \quad (A.5)$$

Costo de las etapas de separación (no-reactivas)

$$C_{E|S} = C_6 D_{Col}^{C7} HETP^{C8} (N - N_R) \quad (A.6)$$

Costo de las etapas reactivas

$$C_{E|R} = (C_9 D_{Col}^2 HETP) N_R \quad (A.7)$$

Costo de la coraza de la columna

$$C_{Cor} = C_3 D_{Col}^{C4} H_{Col}^{C5} \quad (A.8)$$

Costo de condensador y de rehervidor

$$C_{Con|Reh} = C_1 (A_{Reh}^{C2} + A_{Con}^{C2}) \quad (A.9)$$

Costo capital de la columna

$$C_{CC} = C_{E|S} + C_{E|R} + C_{Cor} + C_{Con|Reh} \quad (A.10)$$

Volumen del decantador

$$V_{Dec} = \frac{F_{Des} MW_{MDec} \tau_{Dec}}{\rho_{MDec}} \quad (A.11)$$