



**UNIVERSIDAD DE SONORA**

Escuela de Ciencias Químicas

*Gvo. Ariel M. C.*

**DETERMINACION DE LAS CONDICIONES DE OPERACION  
EN LA HIDROGENACION DE LA CERA DE JOJOBA**

**INVESTIGACION TECNOLOGICA**

Que para obtener el Título de

**INGENIERO QUIMICO**

Presenta

**Dora Julia Borbón González**

**CENTRO DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS Y TECNOLOGICAS**

**Hermosillo, Sonora**

**Febrero 1978**



EL SABER DE MIS NIJOS  
HARA MI GRANDEZA  
BIBLIOTECA DE LA ESCUELA DE  
CIENCIAS QUIMICAS

# Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos  
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

## C O N T E N I D O

	Pag.
I. INTRODUCCION	1
II. RESUMEN	3
III. ANTECEDENTES	5
1) Propiedades y Usos del Aceite de Jojoba	6
2) Procesos y Condiciones de Hidrogenación Tradicionales	10
3) Hidrogenación de Aceite de -- Jojoba	20
IV. EXPERIMENTACION	22
1) Plan de Trabajo	23
2) Metodología de Trabajo .	26
3) Resultados	30
4) Discusión de Resultados	35
V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	39
VI. BIBLIOGRAFIA	41
VII. APENDICES	45
1) Técnica de Optimización	46
2) Manual de Operación del Reactor	57
3) Técnica de Filtrado	64

I. I N T R O D U C C I O N

La jojoba (*Simmondsia chinensis*) planta del desierto de la familia de las Buxaceas, crece en estado silvestre en una extensa zona del desierto de Sonora. Esta planta produce una semilla de aproximadamente un centímetro de diámetro y un -- gramo de peso en promedio. Esta semilla contiene alrededor de un 50% en peso de cera líquida, llamada comunmente aceite de jojoba.

El aceite de jojoba, debido a su composición química, puede ser hidrogenado para producir cera sólida de jojoba la cual, al igual que el aceite, tiene grandes posibilidades de industrialización.

El presente trabajo tiene como objetivo encontrar las condiciones de operación a las cuales el proceso de hidrogenación se lleva a cabo.

II. R E S U M E N

La experimentación se llevó a cabo a nivel  
boratorio, de acuerdo a la técnica de optimización EVOP-S

El equipo utilizado consistió en un reacto  
de 2 lts. de capacidad, tipo tanque agitado, Marca Parr;  
visto de controlador automático de temperatura para calen  
miento 0-400°C y serpentín de enfriamiento, de agitador c  
velocidad variable 0-1000 rpm tipo turbina modificada, y  
un medidor de presión 0-2000 psig. Como equipo auxiliar s  
usó una bomba de vacío marca Speedaire, mod. 37432-1 y un  
filtro acondicionado con calentamiento eléctrico.

Las variables que se estudiaron fueron: te  
ratura, presión y concentración de catalizador. El catali  
dor utilizado fué el G-53 de la compañía Girdler Chemical  
Inc., el cual contiene aproximadamente un 25% de níquel.  
rangos en los que se trabajó fueron: Temperatura de 100-1  
C, presión 200-240 psig, concentración de catalizador 5-8  
gr/lt.

Técnicamente hablando la corrida que mejor  
sultado dió fué la No.9, la cual se llevó a cabo bajo las  
güentes condiciones: temperatura 145°C, presión 220 psig,  
concentración de catalizador 7.9831 gr/lt.

III. ANTECEDENTES



**1. Propiedades y Usos del  
Aceite de Jojoba.**

El aceite de jojoba no es una grasa sino una cera líquida; las grasas, incluyendo los aceites de semilla de algodón y otros aceites vegetales, son triglicéridos, es decir una molécula de glicerol esterificada con tres moléculas de ácidos grasos. Las ceras como la de jojoba y el aceite de esperma de ballena son ceras-ésteres, es decir, una molécula de alcohol de cadena larga esterificada con una molécula de ácido graso de cadena larga. El aceite de jojoba es único entre los aceites vegetales, como también lo es el aceite de esperma de ballena entre los aceites animales (16).

Estructura Química.- El aceite de jojoba está compuesto enteramente de ésteres de alto peso molecular, ácidos y alcoholes mono-etilénicos de cadena lineal, los ácidos insaturados son una mezcla de ácidos eicosanóico (20 C; 71.3%), Docosanóico (22 C; 13.6%) pequeñas cantidades de Palmitoléico (18 C; 1.1%) y oléico (16 C; 0.1%). Los alcoholes insaturados son una mezcla de Eicosanol (20 C; 73.8%), y Docosanol (22 C; 44.9%), con pequeñas cantidades de Hexacosanol y alcoholes de bajo peso molecular, (16).

Del total de ésteres presentes en el aceite de jojoba el 85% son ésteres formados por ácidos y alcoholes de 20 y 22 carbonos. Los datos de composición del aceite de jojoba fueron obtenidos por cromatografía de gases por T.K. Miwa (16), y se reportan en la tabla #1.

El doble enlace en el aceite de jojoba natural tiene una estereoquímica cis. La posición convencional para un doble enlace en una grasa o aceite natural es la posición Número 9, sin embargo el aceite de jojoba tiene el doble enlace en las posiciones 11 y 13 en alcoholes y ácidos respectivamente (16).

Usos. - La cera de jojoba completamente hidrogenada es un producto duro, con un alto punto de fusión (70°C). (24), propiedad que le permite competir con las ceras de abeja, candelilla, carnauba y espermacety, de tal manera que pudiera utilizarse como constituyente en la elaboración de pulidores de pisos, brillantadores para muebles, calzado y automóviles, materiales aislantes, textiles, velas cerillos, gises, crayones y cosméticos.

Tabla No.1

COMPOSICION QUIMICA DEL  
ACEITE DE JOJOBA

Esteres de la Cera		%	Alcoholes Libres		%	%
33	Carbones	0.02	16	Carbones	0.05	Campesterol 0.05
34	"	0.08	18	"	0.04	Stigmasterol 0.08
35	"	0.04	20	"	0.49	Sitosterol 0.21
36	"	1.16	22	"	0.49	Otros 0.52
37	"	0.02	24	"	0.07	
38	"	6.23	26	"	0.01	
					1.11	
39	"	6.04				
40	"	30.56				
41	"	0.10				
			<u>Acidos Libres</u>			<u>%</u>
42	"	49.50	16	Carbones		0.08
43	"	0.06	18	"		0.23
44	"	8.12	19	"		0.01
45	"	0.03	20	"		0.60
46	"	0.86	21	"		0.03
48	"	0.16	22	"		0.03
50	"	0.06	24	"		0.02
		<u>97.05</u>				<u>1.00</u>

Fuente: (16)

2) . Procesos y Condiciones  
de Hidrogenación tradi-  
cionales .

La hidrogenación es una técnica muy importante en la industria de los aceites grasos. Se usa para convertir aceites líquidos, como los de algodón y soya, en grasas plásticas, las cuales son usadas en la manufactura de margarinas, abrillantadores etc.

Como se define la hidrogenación, se refiere -- a la reducción de los enlaces etilénicos en las cadenas de -- los ácidos grasos (13).

Además de su efecto sobre el punto de fusión y sobre la consistencia de aceites y grasas, la hidrogenación -- mejora la resistencia de los productos grasos a la oxidación-atmosférica, pues se saturan con hidrógeno los dobles enlaces fácilmente oxidables, de los ácidos grasos.

La estabilidad de una grasa parcialmente hidrogenada depende principalmente de su contenido menor de ácido linoléico (dos dobles ligaduras en su molécula), u otros ácidos poliinsaturados como el linoléico (tres dobles ligaduras) ya que estos ácidos se oxidan más fácilmente que el ácido -- oléico (una doble ligadura en su molécula).

Tal como se realiza en la industria, la hidrogenación de grasas, es un proceso en fase líquida, en la cual es dispersado hidrógeno gaseoso. Este se disuelve en la grasa calentada y, bajo la influencia de un catalizador sólido (casi siempre níquel), se combina con los radicales no-saturados de los ácidos grasos (13).

La mayor parte de los productos en donde se requieren grasas para su fabricación, éstas deben ser por lo general blandas, lo cual se logra con una hidrogenación parcial del aceite. El objetivo en la hidrogenación parcial, es hidrogenar selectivamente ciertos dobles enlaces (24). con esto se

...selecciona selectivamente se trata de hidrogenar preferentemente los ácidos grasos con dos ó más insaturaciones antes que los que tienen una sola insaturación, pues aquellos son los que principalmente contribuyen a que la grasa sea fácilmente oxidada.

La rapidez de la reacción y la composición del producto hidrogenado, dependen muchísimo de la naturaleza del catalizador y de las condiciones a las que se realiza la hidrogenación, entre ellas la temperatura, presión, grado de dispersión del hidrógeno en el aceite y la concentración del catalizador (13).

Condiciones de Temperatura y Presión.- La temperatura de reacción afecta la velocidad y extensión de la hidrogenación, como en cualquier reacción química. Su influencia es muy grande en la selectividad de hidrogenación.

La temperatura a la cual se lleva a cabo una reducción particular, es a menudo dependiente del catalizador; pues este no trabaja tan eficientemente más allá de su rango de temperatura especificado.

En el caso de ciertas reducciones catalizadas deben ser llevadas a cabo bajo condiciones de temperatura y presión elevadas. El catalizador seleccionado debe ser el adecuado a esas condiciones.

La presión de hidrógeno, otra forma de energía, puede ser tan beneficiosa como perjudicial. Existe un informe sobre el efecto perjudicial de un incremento en presión, desde presión atmosférica hasta 45 psig, en la reducción de acetilenos. Conforme aumentaba la presión, la selectividad fué disminuyendo hasta nulificarse al llegar a 45 psig (14).

hasta una presión alta, disminuye el tiempo de reacción considerablemente. La hidrogenación de N, N-dietilnicotidamida requiere 20 hrs. para la conversión a piperidina, en presencia de un catalizador de Rhodio en comparación con la misma reducción llevada a cabo a temperatura ambiente y 70 atm, con una cantidad menor de catalizador, se completó en 30 minutos (11)

Agitación.- Para que una reducción se lleve a cabo, es necesario que el catalizador esté distribuido en forma homogénea en el medio de reacción; esto se logra mediante agitación del sistema reaccionante. Además, la agitación se hace necesaria para lograr suficiente adsorción de hidrógeno en el catalizador. Se ha demostrado que en todas las reducciones (excepto en microescala) la adsorción del hidrógeno se detiene cuando la agitación se detiene por cualquier medio. Se puede mantener una reacción exotérmica bajo control con el cese del mezclado (agitación)(11). Una diferencia de 50 rpm entre dos reducciones similares puede causar una notoria diferencia en el tiempo de reacción.

En casi la totalidad de los trabajos de hidrogenación revisados no se reporta el tipo de agitador que se utilizó, excepto Wisniak (24) quien reporta que utilizó un agitador tipo turbina.

Influencia del Catalizador.- La cantidad de catalizador es importante; puede variar con el reactante a ser reducido, con el tipo de reacción y con el tipo de experimento. Reducciones a alta presión requerirán menos catalizador que una reacción correspondiente a baja presión. (11). Un incremento en la cantidad de catalizador en una reducción, tiene un efecto más grande que el lineal en la velocidad de reacción; doblando la cantidad de catalizador se puede causar un incremento de 5 a 10 veces en la velocidad de reacción. (11).



El catalizador seleccionado para una determinada reducción depende de los reactantes de que se trate y de las condiciones de reacción.

Los catalizadores se inactivan ó pierden su selectividad fácilmente a consecuencia de diversos venenos que puede haber en el aceite ó en el hidrógeno. El aceite que se quiere hidrogenar debe estar libre de fosfátidos, gomas, jabón y de compuestos de hidrógeno. Los venenos gaseosos comunes que hay que eliminar rigurosamente del hidrógeno, purificándolo, son los compuestos de azufre, tales como: ácido sulfhídrico, sulfuro de carbono, compuestos orgánicos de azufre y monóxido de azufre.(13).

Johnston (12) hizo un estudio de los catalizadores comercialmente disponibles con el fin de encontrar un producto con alta selectividad y baja isomerización. Define la selectividad de un catalizador como la razón de las velocidades de hidrogenación del éster del ácido linolénico (tres dobles ligaduras) y éster del ácido linoléico (dos dobles ligaduras). Esta razón ó proporción fué determinada en la hidrogenación de una mezcla de iguales proporciones de estos ésteres. Encontró que las relaciones de las constantes de reacción para catalizadores de níquel a 140°C están en el rango de 1.48- 2.71; para catalizadores de paladio a 25°C de 1.68 - 1.99; para catalizadores de platino a 25°C, de 1.33 - 1.61.

Con respecto al contenido de transisómeros, de los ésteres mezclados reducidos con los tres tipos de catalizador metálico, obtuvo los siguientes resultados: 18-22.8% de transisómero para catalizadores de níquel, 16.7-20.5% para catalizadores de paladio y 6.3-8.4% para catalizadores de platino produce una isomerización baja, pero también su selectividad es baja.

Zacjew (25), llevó a cabo una serie de hidrogenaciones con aceite de algodón, con paladio como catalizador. El autor reporta que el paladio es un catalizador muy activo para la hidrogenación de dobles enlaces carbón-carbón, pero este catalizador no es muy usado debido a que es muy caro y, que normalmente forma más isómeros que el níquel. Recomienda usar el níquel.

Selectividad.- El concepto de una hidrogenación selectiva se aplica en el caso en el cual un componente poli-insaturado es frecuentemente hidrogenado a un componente monoinsaturado. Esta definición de selectividad es atribuida a Richardson (19). Moore et al. (15) quien mostró que el ácido linoléico es hidrogenado más fácilmente que el ácido oléico.

Allen (4) estableció que cuando un catalizador está saturado con hidrógeno (como sucede en las hidrogenaciones a alta presión), muchos de los sitios activos atraparán átomos de hidrógeno y la probabilidad de que dos átomos de hidrógeno estén en una posición geométrica correcta para reaccionar con cualquier enlace que se acerque al catalizador es grande. Las condiciones que favorezcan la saturación continua del catalizador favorecerán por lo tanto a una baja selectividad, porque cualquier doble enlace insaturado que se acerque a los átomos de hidrógeno puede ser saturado.

Cuando se efectúa una determinada hidrogenación a baja presión, se tiene bajo transporte de hidrógeno desde el aceite hacia el catalizador; los átomos de hidrógeno simple que lleguen hasta los sitios activos del catalizador tendrán gran probabilidad de reaccionar con un doble enlace, habrá muy pocos sitios activos con dos átomos de hidrógeno en una posición geométrica correcta para reaccionar con un doble enlace. Por lo tanto la reacción será una media hidrogenación

dehidrogenación del doble enlace, esto significa que reaccionará un átomo de hidrógeno simple con un doble enlace, esto trae como consecuencia una isomerización posicional y geométrica. Esta teoría fué demostrada por Cousins (8), durante la hidrogenación del éster del ácido linoléico.

Allen concluye de lo anterior, que es evidente que la selectividad y la formación de transisómeros en una hidrogenación son limitados por las condiciones a las que se efectúe la reducción y por la naturaleza del catalizador usado.

La formación de isómeros, como es entendida hoy, es clara si uno considera el efecto que el cambio de las variables tienen sobre la concentración ó disponibilidad de hidrógeno sobre la superficie del catalizador. Cualquier cambio que tienda a disminuir la disponibilidad de hidrógeno en la superficie del catalizador tenderá a incrementar la selectividad. Por ejemplo, considere el efecto de un incremento en temperatura, ésta incrementará la velocidad de reacción, el hidrógeno sobre la superficie del catalizador se consumirá más rápidamente si todos los otros factores, incluyendo la velocidad de suplenia de hidrógeno a la superficie, permanecen constantes, entonces la disponibilidad de hidrógeno sobre la superficie del catalizador decrecerá y la reacción será más selectiva. Similarmente si se adiciona más catalizador a la reacción, y todos los demás factores permanecen constantes, la suplenia de hidrógeno al catalizador decrece y la reacción se hace más selectiva.

Se han hecho estudios acerca de los efectos individuales de las variables para tratar de llegar a una hidrogenación más selectiva. Ejemplos de estos trabajos son los de Bailey, Feuge & Smith (5), sus estudios revelaron que un in -

cremento en la temperatura, teniendo las demás variables - -- constantes, incrementa la selectividad.

Isomerización.- La hidrogenación catalítica-- de una grasa insaturada produce isómeros insaturados grasos.- Swern (1964), y muchos investigadores han demostrado que no-- solamente el doble enlace experimenta una isomerización geométrica de CIS a TRANS, sino que también el doble enlace emigra a lo largo de la cadena formando isómeros posicionales (9). - los isómeros CIS-TRANS muestran, en general, diferencias en - las propiedades físicas. La forma CIS suele tener el punto de fusión más bajo, mayor solubilidad en solventes inertes, ó - calor de combustión más elevado y la constante de ionización del ácido es mayor (13).

Allen & Johnston (3) publicaron en 1960 un tra-- bajo sobre isomerización durante el proceso de hidrogenación, a continuación se resumen algunas de sus conclusiones: cuando un doble enlace emigra el doble enlace nuevo puede estar en - la posición CIS ó TRANS, a menos que haya impedimento estérico a la isomerización geométrica. Estas isomerizaciones se -- cree que sean causadas por una secuencia de hidrogenación-de-- hidrogenación. Durante la hidrogenación, un átomo de hidróge-- no quemiasorbido puede adicionarse a un doble enlace y for-- mar un centro libre que, probablemente, ataque al catalizador. Si el centro está parcialmente cubierto con hidrógeno, un - - átomo de hidrógeno puede ser removido por el catalizador para formar un nuevo doble enlace. Este nuevo doble enlace puede - estar en una nueva posición y en una nueva configuración geo-- métrica. Parece entonces que la isomerización geométrica y po-- sicional está relacionada con la selectividad de la reacción. Si la reacción es llevada a gran temperatura, la selectividad se vé incrementada, así también la isomerización posicional y geométrica.

Dutton (9) dice que la tendencia del catalizador a producir isómeros es esencialmente una función de la -- temperatura y es solo ligeramente influenciada por la concentración del catalizador. La velocidad de hidrogenación es marcadamente afectada por la temperatura y concentración del catalizador. Estos resultados implican que pequeñas cantidades de Trans-ácidos pueden ser formados si la temperatura de hidrogenación es baja.

La teoría sobre la selectividad y la formación de isómeros ha sido desarrollada por varios autores (1,2, 6, 7, 10, 22, 23). La teoría está basada sobre una media hidrogenación del doble enlace con hidrógeno atómico. La teoría postula que el gas hidrógeno es quemiasorbido en forma de hidrógeno atómico por el catalizador níquel, la reacción tiene lugar sobre los centros activos del níquel. La reacción consiste en la adición de un átomo de hidrógeno a uno de los dobles enlaces para formar un radical libre. Este radical libre puede entonces reaccionar con otro átomo de hidrógeno para completar la reacción, ó ceder un átomo de hidrógeno al catalizador para volver a formar el doble enlace. La reacción puede ser considerada como una competencia entre el gas y la grasa para suplir átomos de hidrógeno a los centros activos del níquel.

Cinética.- Nielsen (17), Swicklik (20) y Vandenheuvel (21) probaron que la hidrogenación de ácido oléico y linoléico no siempre siguen una cinética de 1er. orden. Establecen que la hidrogenación puede presentar un período inicial durante el cual la velocidad de reacción es cero o cercana a cero. Mostraron que al hidrogenar aceite de ajonjolí el período de inducción no es el mismo para los ácidos oléico y linoléico. Durante el período de cinética de primer orden, un cambio de temperatura tiene la misma influencia sobre las --

constantes específicas de velocidad de hidrogenación en los ácidos oléico y linoléico, lo cual significa que la energía de activación por doble enlace hidrogenado es independiente del ácido.

En años recientes algunos investigadores han contribuido ampliando la información sobre el mecanismo de reacción, el efecto de las variables de operación sobre la velocidad de hidrogenación, isomerización y selectividad en hidrogenación. Están generalmente de acuerdo que la reacción procede por una serie de pasos de transferencia de masa y pasos de adsorción-desorción y que bajo condiciones propias, la resistencia principal puede ser concentrada sobre la reacción química en la superficie catalítica ó reacción de superficie (Wisniak & Albright, 1961; Eldib & Albright, 1957), (10). Respecto a las variables de operación, están de acuerdo que la selectividad y la isomerización son favorecidas por baja presión del hidrógeno, baja agitación, alta temperatura e incrementando la concentración del catalizador (24).

3) . Hidrogenación de Aceite  
de Jojoba .

La literatura sobre la hidrogenación del aceite de jojoba es poca y superficial. En una patente asignada a Taussky (1964) se da un ejemplo donde la jojoba es hidrogenada a 225°F y 250 psig, usando una mezcla de catalizador conteniendo 2/3 de níquel y 1/3 de cobre, el producto final se asemeja al aceite de esperma, Warth (1956) reporta que el aceite de jojoba puede ser fácilmente hidrogenado por un producto similar al de la hidrogenación de aceite de algodón y que el producto resultante consiste en grandes perlas blancas lustrosas (24).

La investigación más reciente sobre hidrogenación de aceite de jojoba se ha hecho por Wisniak y Holin en Israel (24) y por Thomas K. Miwa (14) en Estados Unidos.

Las condiciones de la hidrogenación reportadas por Wisniak (16) y Miwa (14) difieren totalmente, como lo podemos apreciar en la tabla No.2.

Tabla No.2                      CONDICIONES DE HIDROGENACION  
DE ACEITE DE JOJOBA.

PARAMETRO	WISNIAK	MIWA
Presión	100-200 psig	2000 psig
Temperatura	90-100°C	150°C
Catalizador	G-53	G-53
Concentración de catalizador	3 gr/lt	5 gr/lt
Tiempo	15-30 min.	2-3 hrs.



IV. EXPERIMENTACION

1). Plan de Trabajo.

De acuerdo a la revisión bibliográfica se concluye que no existe un criterio definido respecto a las condiciones de operación del aceite de jojoba. Las condiciones de hidrogenación reportadas por Wisniak (24) y Miwa (14) difieren notablemente.

El presente trabajo tiene como objetivo el determinar las condiciones de operación a las cuales la hidrogenación se puede llevar a cabo. Es conocido que los variables que intervienen en la reacción de hidrogenación son: temperatura, presión, agitación, tipo de catalizador y concentración del mismo. En este caso, la experimentación se limitará a tres variables: temperatura, presión y concentración de catalizador. La agitación se mantendrá constante, a un valor suficiente para que exista una buena dispersión y se utilizará un sólo tipo de catalizador.

La experimentación se realizará de acuerdo a la técnica de optimización EVOP-SSD y para iniciarla se tomarán como referencia los datos bibliográficos. (18).

El equipo que se usará para llevar a cabo la experimentación consiste en un reactor de 2 lts. de capacidad, tipo tanque agitado marca Parr, provisto de controlador automático de temperatura para calentamiento 0-400°C y serpentín de enfriamiento, de agitador de velocidad variable 0-1000 rpm tipo turbina modificada, y de medidor de presión 0-2000 psig.

Como equipo auxiliar se usará una bomba de vacío marca Speedaire, modelo 3Z432-1 y un filtro acondicionado para calentamiento eléctrico, con el objeto de evitar solidificación del producto durante la filtración. El curso de la reacción se seguirá determinando el índice de Yodo de las muestras según la técnica de Wijs. (AOCS Cd 1-25).

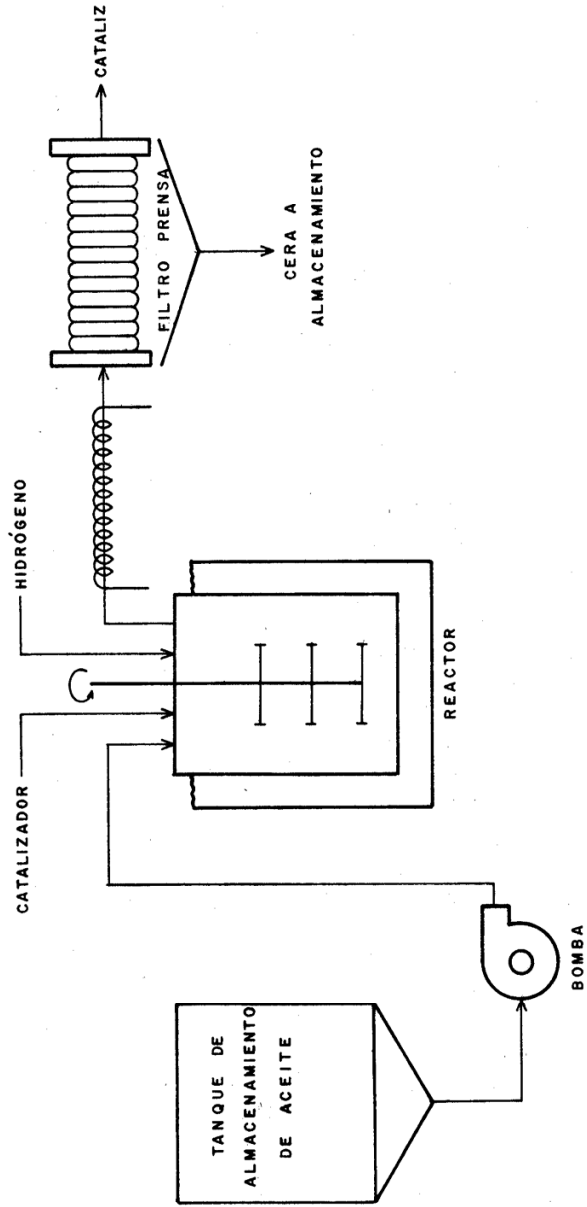


FIG. Nº 1  
DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCE  
DE HIDROGENACION

## 2) Metodología de Trabajo.

El aceite que se utilizó en las corridas experimentales provino de extracciones mecánicas efectuadas en es te mismo Centro, dicho aceite se sometió previamente a un tra tamiento de neutralización alcalina.

Como catalizador se usó el producto G-53, de - Gilder Chemical, Inc., cuya composición es la siguiente: 25% de níquel, 15% de soporte Kieselguhr y 60% de aceite comestible endurecido ó cebo, como protector. El hidrógeno utilizado fué de 99.95% de pureza según el vendedor.

La experimentación aquí reportada se realizó- bajo las siguientes consideraciones:

El tiempo de reacción se fijó en 2 hrs. en ba- se a corridas preliminares.

La agitación se fijó a 850 rpm, considerada co mo sificiente para mantener la dispersión.

El volúmen de aceite utilizado en todas las co rridas fué siempre 0.7 lts.

Fué necesario acondicionar la válvula de toma- de muestras del reactor con un tramo de tubo de Cu, de 15 cm. de longitud y 1/4" de diámetro, con el fin de tener mayor fa- cilidad al tomar las muestras. Dicho tubo se acondicionó con- una chaqueta de calentamiento con vapor, esto fué con el fin- de evitar que la válvula de toma de muestras se tapara con -- los residuos de la 1ra. muestra, que se solidificaban, imposi bilitando el tomar las muestras posteriores; de esta forma, - indirectamente, se logró mantener caliente tal válvula. La me todología utilizada para realizar el trabajo fué la siguiente

a) Se carga el reactor con el aceite y el catalizador, esta última cantidad es según la corrida de que se trate. (Apéndice 2).

b) Se enciende el calentamiento y se fija la temperatura deseada (Apéndice 2).

c) Se enciende la agitación, fijando las rpm a las que se quiere trabajar. La agitación, en este paso, es con el único fin de estabilizar más rápidamente la temperatura fijada. (Apéndice 2).

d) Cuando la temperatura es cercana a la fijada, detiene la agitación y se procede a hacer vacío.

e) Después de haber hecho vacío en el sistema se enciende de nuevo la agitación.

f) Una vez que se ha estabilizado la temperatura fijada, se procede a la admisión de hidrógeno al reactor (Apéndice 2), la presión dependerá de la corrida de que se trate, a partir de este momento se cuenta el tiempo de reacción.

La presión se debe mantener constante durante toda la corrida, esto se logra controlando el flujo de hidrógeno, con la válvula del manómetro del tanque de hidrógeno y la válvula de admisión de hidrógeno del reactor. La temperatura también se debe mantener constante, lo cual se logra operando el sistema de enfriamiento del reactor (serpentín).

g) Se toman las muestras a los intervalos especificados: a los 20, 40, 60, 90 y 120 minutos. Una vez transcurridas las 2 hrs. se detiene la reacción, despresurizándose

el reactor. (Apéndice 2).

h) Se descarga el reactor y se procede a su limpieza (Apéndice 2).

i) Las muestras tomadas durante la corrida se filtran, con el fin de separar el catalizador que lleva la cera.

j) Se procede a la determinación del índice de yodo de cada una de las ceras (técnica de determinación del índice de Yodo. (AOCS Cd 1-25).

Esta metodología es general para todas las corridas. En base a la técnica de optimización utilizada (18) se determinan las condiciones de las primeras 4 corridas, -- las cuales se llevan a la práctica de acuerdo a la metodología antes citada. De acuerdo a los análisis de índice de Yodo se evalúan y comparan entre sí las corridas, se elimina la de resultados más pobres y de acuerdo a la técnica de optimización se determina un nuevo punto, más óptimo con respecto a los anteriores, el cual se debe llevar a la práctica, analizar sus resultados y comparar con los restantes, determinando de esta manera un nuevo punto más óptimo.

Los espectros de absorción al infrarrojo fueron obtenidos en un espectrofotómetro infrarrojo Perkin-Elmer Modelo 267 bajo las siguientes condiciones: Scan time F, -- Slit N, time constant 1. Todos los espectros fueron obtenidos usando  $CS_2$  como solvente, a una concentración de 16.6 -- gr/lt, utilizando celdas de absorción con espaciadores de -- 0.2 mm. Se utilizó  $CS_2$  puro en una celda similar en el haz de referencia para eliminar las bandas de absorción del solvente, aún cuando éste no absorba en la región de interés de -- (AOCS Official Method Cd 14-61).



3) Resultados .

Tabla No. 3

CONDICIONES Y RESULTADOS DE EXPERIMENTACION  
EN HIDROGENACION DE ACEITE DE JOJOBA.

Corrida No.	Temperatura °C	Presión lb/in	Concentración de catalizador gr/lt	r p m	Tiempo min	Indice de lodo	Hidrogenación %
1a.	100	200	5	850	20	70.0	15.66
1b.	100	200	5	850	40	55.0	33.73
1c.	100	200	5	850	60	40.0	51.81
1d.	100	200	5	850	90	26.0	68.67
1e.	100	200	5	850	120	15.0	81.92
2a.	120	200	5	850	20	18.0	78.31
2b.	120	200	5	850	40	5.0	93.97
2c.	120	200	5	850	60	2.5	96.98
2d.	120	200	5	850	120	0.7	99.15
3a.	110	240	5	850	20	47.0	43.37
3b.	110	240	5	850	60	7.8	90.60
4a.	110	220	7.5	850	20	56.1	32.4
4b.	110	220	7.5	850	40	34.0	59.03
4c.	110	220	7.5	850	60	16.0	80.72
4d.	110	220	7.5	850	120	2.2	97.34
5a.	127	240	6.6665	850	20	22	73.49
5b.	127	240	6.6665	850	60	0.9	98.91
6a.	128	230	3.6108	850	20	59	28.91
6b.	128	230	3.6108	850	60	3	96.38
7a.	140	200	5.1848	850	20	10	87.95
7b.	140	200	5.1848	850	60	0.7	99.15
8a.	130	200	7.6234	850	20	10	87.95
8b.	130	200	7.6234	850	40	1.5	98.19
8c.	130	200	7.6234	850	60	1.0	98.79
8d.	130	200	7.6234	850	90	0.63	99.24
9a.	145	220	7.9831	850	10	1.4	98.31
9b.	145	220	7.9831	850	20	0.68	99.18
9c.	145	220	7.9831	850	40	0.57	99.31

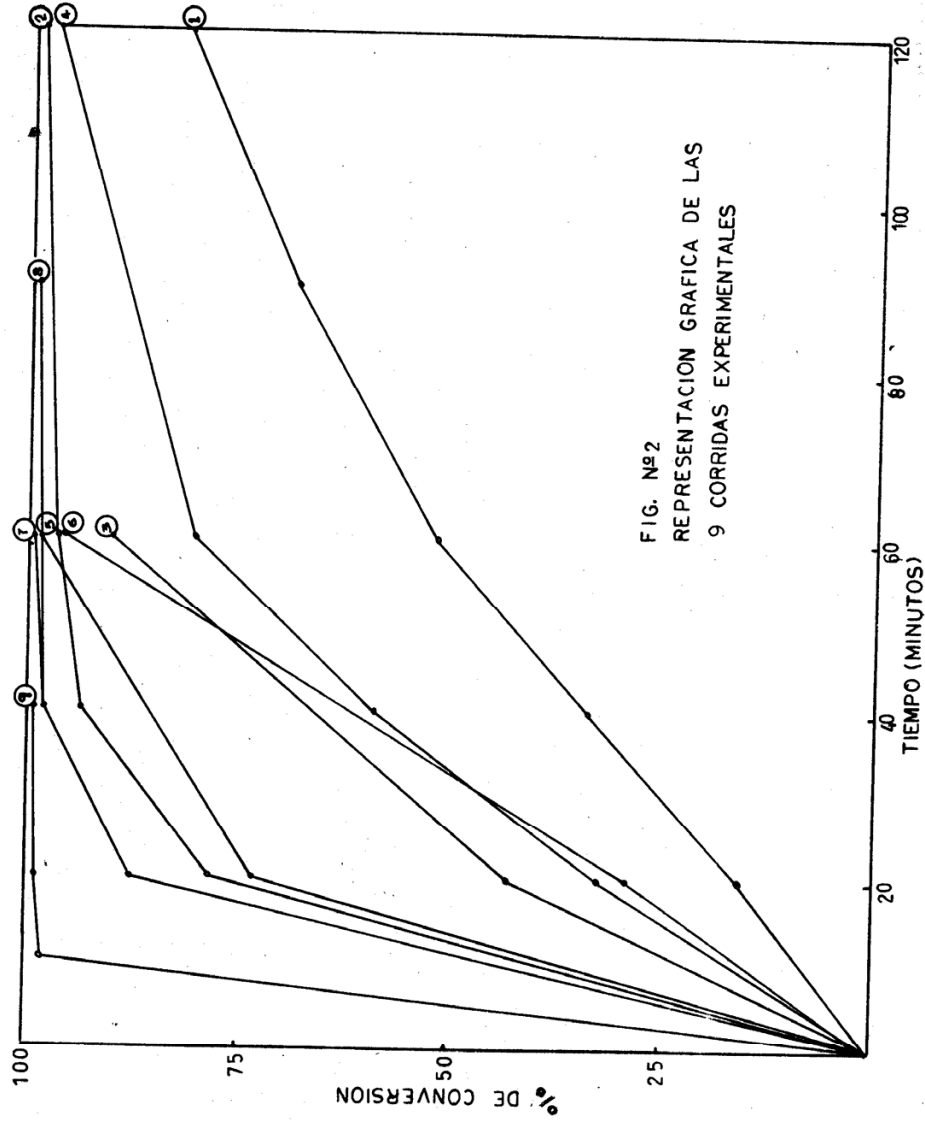


FIG. Nº 2  
REPRESENTACION GRAFICA DE LAS  
9 CORRIDAS EXPERIMENTALES

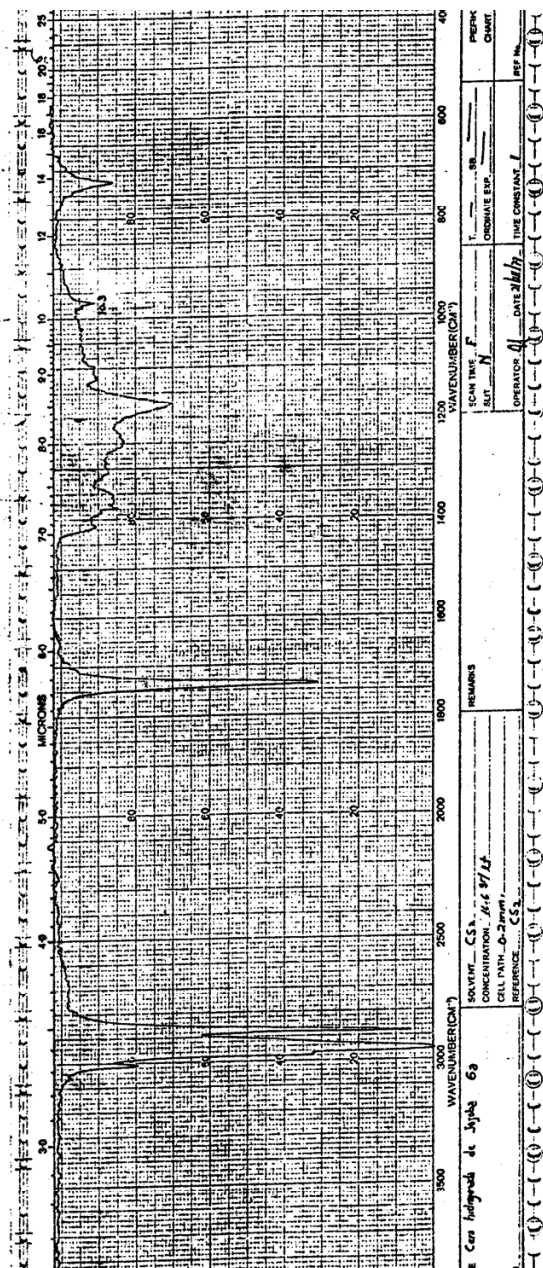


Fig. No.3

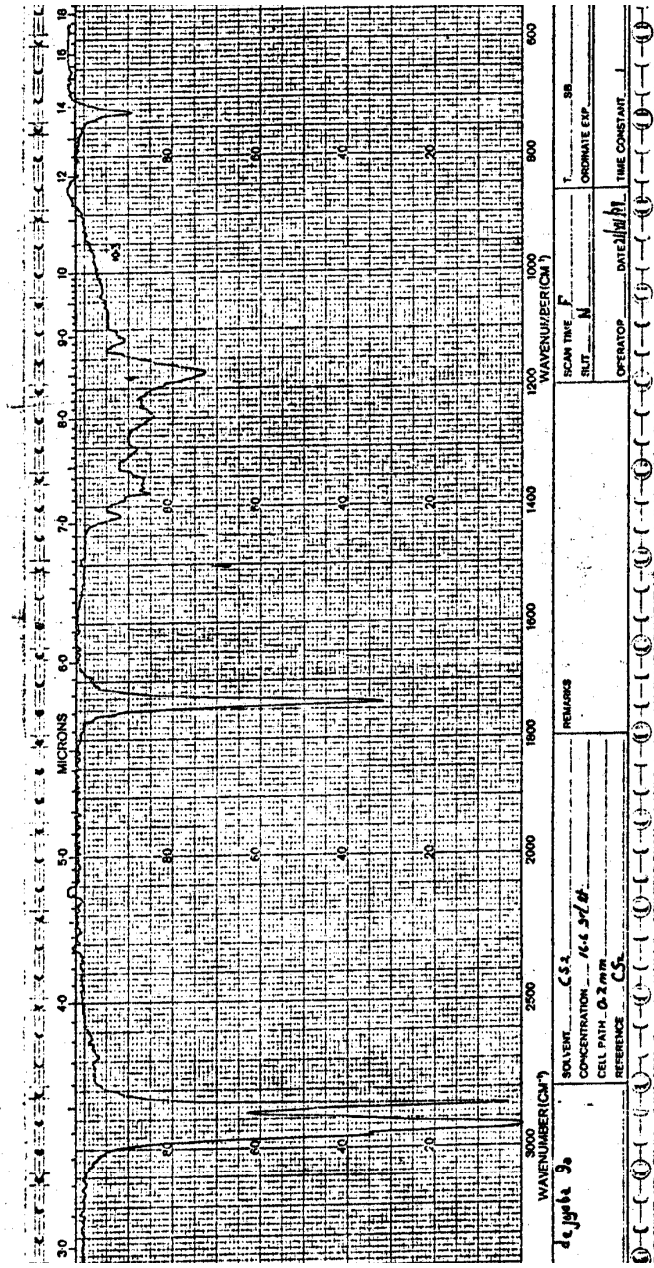


Fig. No. 4

#### 4) **Discusión de Resultados.**

Aunque el propósito del presente experimento, no es determinar cual ó cuanto es la influencia de las variables aquí estudiadas sobre la reacción de hidrogenación, si es posible realizar algún análisis cualitativo de las corridas experimentales efectuadas.

Así por ejemplo, comparando la corrida No.1 -- con la No.2, en las cuales únicamente hubo variación de la -- temperatura, de acuerdo a la Figura No.2, se puede observar -- un incremento considerable en la pendiente de la curva; lo -- que conduce a una reducción en el tiempo de hidrogenación, pa -- ra iguales niveles de conversión.

Comparando las corridas No.2 y No.3, en donde -- la corrida No.3 se realiza a presión más elevada, igual con -- concentración de catalizador y temperatura más baja, se observa -- que existe una disminución en la pendiente de la curva, Figu -- ra No.2; lo que conduce a un aumento en el tiempo de reacción -- para iguales niveles de conversión, al menos abajo de un 95%.

Comparando las corridas No.3 y No.4 en donde -- la temperatura se mantuvo igual para ambas y hubo disminución -- en la presión y aumento en la concentración de catalizador pa -- ra la No.4, Figura No.2, se observa una disminución en la pen -- diente y por tanto un aumento en el tiempo de hidrogenación, -- a iguales niveles de conversión, al menos abajo de un 95%.

Comparando las corridas No.4 y No.5, en donde -- esta última se efectúa a mayor temperatura y presión, a una -- concentración de catalizador menor, se observa un aumento con -- siderable en la pendiente, Figura No.2, lo que conduce a una -- disminución en el tiempo de hidrogenación, a iguales niveles -- de conversión.

Comparando las corridas No.5 y No.6, en donde esta última se efectuó a la misma temperatura, menor presión y menor concentración de catalizador, se puede observar una disminución en la pendiente, Figura No.2, aumentando por lo tanto el tiempo de reacción, para iguales niveles de conversión.

Comparando las corridas No.6 y No.7, ésta última efectuada a una mayor temperatura, menor presión y mayor concentración de catalizador, se observa un considerable aumento en la pendiente de la curva, Figura No.2, resultando por lo tanto una disminución notoria en el tiempo de reacción para los mismos niveles de conversión.

Comparando las corridas No.7 y No.8, efectuada ésta última a menor temperatura, igual presión y mayor concentración de catalizador, se observa que las curvas casi se superponen, ocurriendo iguales niveles de conversión, a los mismos tiempos de reacción.

Comparando las corridas No.8 y No.9, efectuada ésta última a mayor temperatura, mayor presión y concentración de catalizador ligeramente mayor, se puede observar un aumento considerable en la pendiente, Figura No.2, resultando por lo tanto en un menor tiempo de reacción, a iguales niveles de conversión.

De acuerdo a los objetivos del presente trabajo y analizando la Figura No.2 se puede observar que la técnica de experimentación seleccionada funciona adecuadamente, ya que conduce de una manera secuencial hacia un óptimo.



Durante la extracción y otros procesos, con la hidrogenación y oxidación, la configuración cis de un compuesto insaturado como el aceite de jojoba puede ser isomerizado a configuración trans apareciendo en el espectro infrarrojo de estos compuestos una banda a  $10.3 \mu$  ( $1970 \text{ cm}^{-1}$ ) característica de trans-configuración de un doble enlace aislado. El análisis del espectro infrarrojo de la primera muestra muestra una de las corridas de hidrogenación, muestra una pequeña banda de trans-isomerización a  $10.3 \mu$  excepto la muestra donde no aparece (Fig. #3 y Fig. #4). La débil intensidad de esta banda y la falta de un estándar adecuado no permitieron la cuantificación de ella.

V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Es posible convertir la cera de jojoba líquida a una cera sólida por medio de un proceso de hidrogenación, utilizando las técnicas tradicionales.

La reacción de hidrogenación de aceite de jojoba se puede llevar a cabo a condiciones moderadas.

De acuerdo al objetivo del trabajo, la corrida No. 9 es la que produce mejores rendimientos a tiempos menor de reacción y por lo tanto, técnicamente hablando, la óptima.

Se recomienda comparar las corridas desde el punto de vista económico, para poder decidir, en una base técnica-económica cual es la óptima.

VI. BIBLIOGRAFIA

- 1.- Allen R.R. & Kiess A.A., JAOCS, 32, pags. 400-405, --- (1955).
- 2.- Allen R.R. & Kiess A.A., JAOCS, 33, pags. 355-359, - (1956).
- 3.- Allen R.R. & Johnston P.V., J. Am. Oil Chemists' Soc., - 37, pags. 16-18, (1960).
- 4.- Allen R.R., J. Am. Oil Chemists' Soc., 39, pags. 457- - 459, (1962).
- 5.- Bailey A.E., Feuge R.O. & Smith B.A., Oil & Soap, 12, - pags. 169-176, (1942).
- 6.- Blekingh J.J.A., Discussions Faraday Soc., 200-201, - - (1951).
- 7.- Chahine M.H., Cousins E.R. & Feuge R.O., JAOCS, 33, pa- ginas 396-401, (1958).
- 8.- Cousins, E.R., Guice W.A. & Feuge R.D., J. Am. Oil Che- mists' Soc., 36, pags. 24-28, (1959)
- 9.- Dutton H.J., J. Am. Oil Chemists' Soc., 39, pags. 95-97 (1962).
- 10.- Eldib I.A. & Albright L.F., Ind. Eng. Chem., 49, pags.- 825-831, (1957).
- 11.- Freifelder Morris. "Practical Catalytic Hidrogenation", Wiley Interscience, pags. 70-76, (1971).
- 12.- Johnston A.E. Macmillan D., Dutton H.J. & Cowan J.C., - J. Am. Oil Chemists' Soc., 28, 115-119, (1951).

- 13.- Kirk & Othmer "Tecnología de la Industria Química", tomo 8 pags. 963-967.
- 14.- Miwa K. Thomas; Comunicación Personal.
- 15.- Moore K., Richter G.A. & Van Ardesdel W.B., J. Ind. Eng Chem., 9, pags. 451-462, (1917).
- 16.- National Academy of Sciences, Products from Jojoba, -- Pags. 1-23. (1975).
- 17.- Nielsen K. Hansen H.J.M. & Nielsen V.R., J. Am. Oil - - Chemists' Soc., 37, 271-274, (1960).
- 18.- "Process Improvement With Simplex Self-Directing Evolutionary Operations", Chemical Engineering, pags. 117- - 126, Julio 5, 1965.
- 19.- Richardson A.S., Knuth C.A. & Milligan C.H., Ind. Eng.- Chem., 16, 519-522, (1924).
- 20.- Swiklik L.J., Hollingsworth C.A. & Daubert B.F., J. Am.- Chemists' Soc., 32, pags. 69-73, (1955).
- 21.- Vandenheuvel F.A., J. Am. Oil Chemists' Soc., 33, pags. 347-350, 531-535, (1956).
- 22.- Willard J.G. & Martinaz M.L., JAOCS, 38, pags. 282-286, (1961).
- 23.- Wisniak J., Albright L.F., Ind. Eng. Chem., 53, pags. - 375-380, (1961).
- 24.- Wisniak J. & Holin M., Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.,

25.- Zaczew M., J. Am. Oil Chemists' Soc., 37, pages. 11-14  
(1960).

VII. A P P E N D I C E S

---



1).- Técnica de Optimización.

El método de optimización EVOP-SSD (Operaciones-Evolucionarias Autodirigidas Simplex), es una "versión manual"-simplificada del proceso automático de optimización. No requiere el uso de una computadora de control de proceso en línea -- (18). Este método toma una figura geométrica regular, conocida como un simplex, como una base. Los experimentos se localizan - de tal manera que la función objetivo es evaluada en los puntos formados por los vértices de la figura geométrica. Se rechaza - el vértice que ha sido de valor inferior respecto a los otros, - la dirección general de la búsqueda, puede entonces ser tomada como una dirección contraria al peor punto, seleccionada de tal manera que el movimiento pasa a través del centro de gravedad - de los puntos remanentes; se selecciona un nuevo punto a lo -- largo de esta dirección, de tal manera que se preserve la forma de la figura geométrica y se evalúe la función en este punto.

El método procede por el proceso de rechazo y regeneración del punto de resultados más pobres, hasta que la figura llega al óptimo, esto se manifiesta cuando los subsecuentes movimientos no nos llevan a resultados más productivos.

Método SIMPLEX-EVOP. Pasos a seguir:

1.- Selección de la variable dependiente a optimizar y determinación, en base a las características de proceso, de las variables independientes controlables que se incluirán - en el estudio.

2.- Definición de las restricciones a que están-sometidas las variables independientes, así como los valores límites que puedan adquirir algunas variables dependientes, diferentes de la fijada en 1.

3.- Definir el tamaño del incremento que se daría a cada variable incluida en 2.

4.- Especificar los experimentos iniciales, es decir, calcular las coordenadas de los puntos de arranque.

5.- Llevar a la práctica las corridas especificadas en 4.

6.- De acuerdo a los resultados obtenidos en el inciso anterior y a las reglas del método Simplex, calcular los nuevos valores que deben tener las variables independientes y efectuar la corrida correspondiente en la planta.

Este último inciso se repetirá indefinidamente según se notará al discutir las reglas del método Simplex-Evop. A continuación se analiza cada uno de los puntos anteriores.

1.- La elección del criterio de optimización está íntimamente ligado con la economía del proceso y los requerimientos del mercado. Ejemplos de variables dependientes usadas con frecuencia en estudios de optimización son las siguientes: ganancias, costo de operación, calidad del producto, impurezas, etc.

La jerarquización de las variables independientes en cuanto a la magnitud de su importancia es un problema ya más complicado y puede suceder que a priori se tenga una idea falsa al respecto, pero una ventaja adicional del método de optimización aquí tratado es que genera información que permite resolver este problema.

Existen dos peligros en la implantación del método Simplex-Evop en lo que a este punto respecta, uno es el de la inclusión de variables que en realidad no sean de mayor importancia, el otro es la no inclusión de alguna que resulte muy importante.

Este último error es mucho más grave en cuanto - puede llevar a conclusiones totalmente falsas.

Si se incluyen, equivocadamente variables de poca importancia este se manifestará a la larga en los resultados obtenidos en la optimización lo que permitirá tomar las medidas correctivas adecuadas. Si en cambio lo que sucede es que no se incluye en el estudio una o más variables importantes y no se ejerce control adecuado sobre ellas resultaría que la variación en la respuesta proveniente de la variación de las variables no-incluidas será atribuida a otras de las variables provocando una deformación absoluta en la interpretación del comportamiento del sistema.

Cuando el número de variables que se sepan importantes es muy elevado puede escogerse sólo un grupo de ellas para el estudio con la condición de que las otras se mantengan a un nivel constante.

2.- Las restricciones en las variables de control proviene de las limitaciones del equipo, de las condiciones de seguridad y de las disponibilidades de materiales. Suelen existir combinaciones de variables que por consideraciones económicas se descartan a priori y se pueden incluir dentro de las restricciones del sistema.

En cuanto a las variables dependientes además de los factores arriba mencionados suele ser de importancia el aspecto de las especificaciones que deben llenar los productos del proceso.

3.- La elección del tamaño de incremento, al que también llamaremos tamaño de paso, es uno de los puntos más delicados y de mayor importancia; son varias las condiciones que se deben llenar en este sentido y una decisión errónea puede invalidar totalmente la información generada por la técnica de optimi-

Un límite inferior para el tamaño de paso en las variables está fijado por la sensibilidad de los instrumentos de medición y la exactitud de los métodos de análisis; por ejemplo: si un medidor de presión nos permite leer solo hasta diferencias de medio  $\text{kg/cm}^2$  el tamaño de paso en la presión no podrá ser menor que  $0.5 \text{ kg/cm}^2$  y en general deberá ser mayor que esto.

Otro efecto perjudicial de un tamaño de paso demasiado pequeño es que la rapidez con que se avanza hacia el óptimo es menor a menores tamaño de incremento, este punto será más claro una vez que se explica la técnica Simplex.

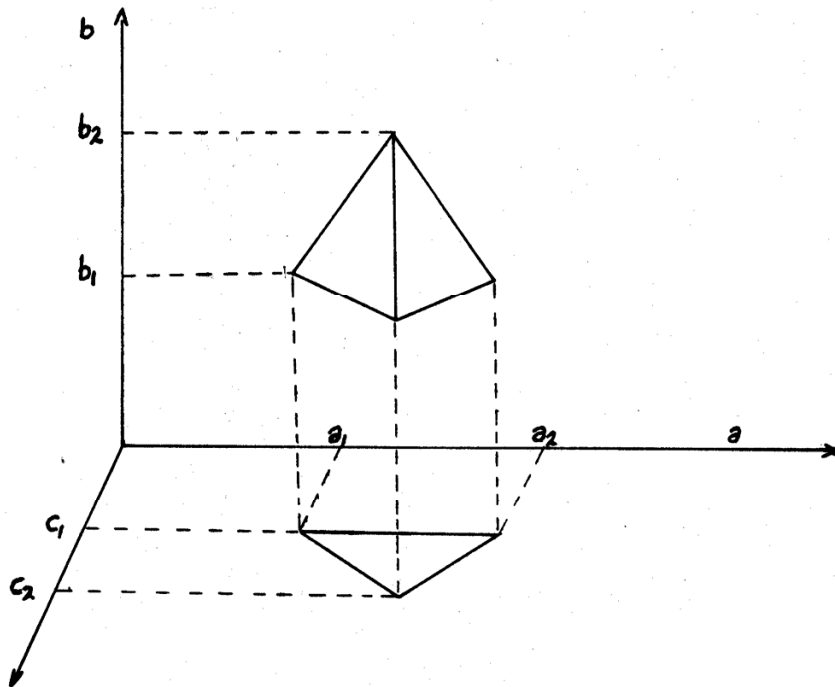
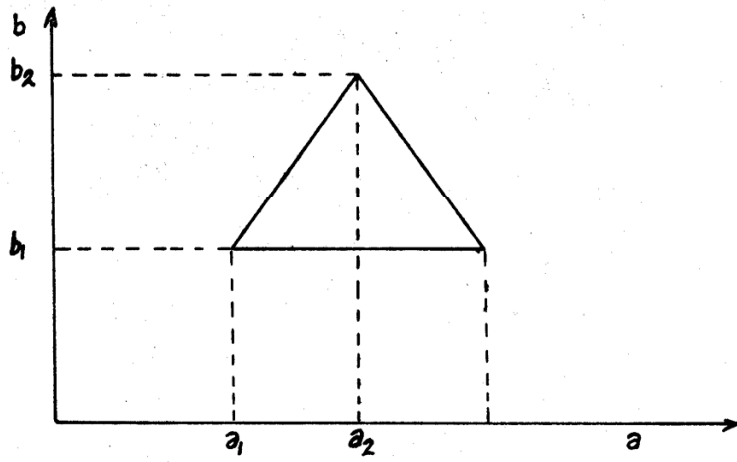
4.- En dos dimensiones (con 2 variables independientes) se necesitan fijar 3 puntos de arranque que deben estar colocados de tal forma que generen un triángulo equilátero.

En 3 dimensiones la figura correspondiente es -- tetraedro regular; en general en n dimensiones la figura básica está formada por  $(n + 1)$  puntos equidistantes entre sí.

Para la determinación de las coordenadas de estos puntos es necesario conocer el tamaño de paso escogido para cada variable y el nivel normal de operación de cada variable.

Para dos dimensiones las coordenadas de uno de los puntos serán las de operación normal de la planta, sean -- estas  $(a_1, b_1)$  además conocemos  $(\Delta a)$  y  $(\Delta b)$  los incrementos -- escogidos para cada variable. De la figura 5 se puede ver que:

$$\begin{aligned} a_2 &= a_1 + \Delta a \\ b_2 &= b_1 + \Delta b \end{aligned} \quad \text{-----}(1)$$



Y que las coordenadas de los tres puntos son:

$$(a_1, b_1)$$

$$(a_2, b_1)$$

----- (2)

$$\left(\frac{a_1 + a_2}{2}, b_2\right)$$

A partir de  $a_1, b_1, \Delta a$  y  $\Delta b$  y con las expresiones (1) y (2) se calculan las coordenadas de los tres puntos de arranque.

Para 3 dimensiones conoceremos  $a_1, b_1, c_1, \Delta a, \Delta b$  y  $\Delta c$ . De la figura 3 se puede notar que:

$$a_2 = a_1 + \Delta a$$

$$b_2 = b_1 + \Delta b \text{ -----(3)}$$

$$c_2 = c_1 + \Delta c$$

$$(a_1, b_1, c_1)$$

$$(a_2, b_1, c_1)$$

$$\left(\frac{a_1 + a_2}{2}, b_2, c_1\right) \text{ -----(4)}$$

$$\left(\frac{a_1 + a_2}{2}, \frac{b_1 + b_2}{2}, c_2\right)$$

En general para n dimensiones tendremos:

$$\begin{aligned}
 a_2 &= a_1 + \Delta a \\
 b_2 &= b_1 + \Delta b \\
 c_2 &= c_1 + \Delta c \\
 &\text{-----} \\
 d_2 &= d_1 + \Delta d
 \end{aligned}
 \tag{5}$$

. . .  
 . . .

$$\begin{aligned}
 n_2 &= n_1 + \Delta n \\
 (a_1, b_1, c_1, \dots, n_1) \\
 (a_2, b_1, c_1, \dots, n_1) &\text{-----} \tag{6}
 \end{aligned}$$

$$\left( \frac{a_1 + a_2}{2}, b_2, c_1, \dots, n_1 \right)$$

$$\left( \frac{a_1 + a_2}{2}, \frac{b_1 + b_2}{2}, c_2, \dots, n_1 \right)$$

$$\left( \frac{a_1 + a_2}{2}, \frac{b_1 + b_2}{2}, \frac{c_1 + c_2}{2}, d_2, \dots, n_1 \right)$$

$$\begin{array}{ccccccc}
 \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & & \\
 \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & & \\
 \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & & \\
 \left( \frac{a_1 + a_2}{2}, \frac{b_1 + b_2}{2}, \frac{c_1 + c_2}{2}, \frac{d_1 + d_2}{2}, \dots, n_2 \right)
 \end{array}$$

Y las ecuaciones (5) y (6) nos permitirán calcular las coordenadas para los puntos de arranque.

De las ecuaciones se debe notar que los instrumentos de medición deben ser capaces de detectar cambios en las variables de la mitad del tamaño de los incrementos correspondientes en vista de que las variables son llevadas a niveles que son el promedio entre el nivel bajo y el incrementado, por ejem. para  $a$ , debemos poner el valor:

$$\frac{a_1 + a_2}{2} = \frac{a_1 + a_1 + \Delta a}{2} = a_1 + \frac{\Delta a}{2}$$

En este caso  $a_1$  se incrementa en  $\frac{\Delta a}{2}$  unidades.

De las ecuaciones (5) y (6) se nota que el método para construir los puntos de arranque es muy sencillo, a saber:

El primer punto corresponde a la operación normal de la planta; en el siguiente se lleva a su nivel alto la primera variable y las demás se quedan en su nivel bajo, para el tercer punto, la primera variable se lleva al promedio entre nivel bajo y alto, la segunda se lleva al nivel alto y las demás no se alteran; en el cuarto punto la 1a. y 2a. variables se ponen en el promedio, la 3a. se lleva a su nivel alto y las demás se dejan en su nivel bajo. Esta secuencia se continúa hasta que la última variable se lleve a su nivel alto, todas las demás estarán en el promedio y se tendrán los  $(n + 1)$  puntos deseados.

Esta forma de calcular los puntos de arranque implica la colocación del punto normal de operación en uno de los vértices de la figura, otra forma de calcular los puntos de arranque se encuentra descrita en las publicaciones sobre el método



todo simplex y es, para cuando el punto normal de operación se coloca en el centro de la figura.

5.- Las condiciones calculadas en el punto anterior se llevan una a una al proceso y se registran las  $(n + 1)$  respuestas.

Cuando se trata de un proceso continuo es necesario que una vez que se ha hecho cada alteración se deje transcurrir el tiempo necesario para que la planta llegue al estado estacionario.

Las reglas de cálculo del método Simplex-Evop son una generalización del concepto antes mencionado para cualquier número de variables.

La optimización con más de dos variables impide el uso de una descripción gráfica. Sin embargo, los resultados y los cálculos pueden vertirse sobre una tabla de cálculo y seguir las instrucciones en ellas indicadas.

En un principio la tabla se llena con las coordenadas de los puntos de arranque y las respuestas correspondientes.

Para 6 variables tendremos 7 puntos de arranque. En la columna de respuestas se observa cual es el valor más pequeño (si se quiere maximizar) y la hilera correspondiente se considera como la hilera MIN. Se suman los valores en las columnas para cada variable omitiendo el valor que se encuentre en la hilera MIN.

El resultado de esta suma se divide entre el número de variables independientes y se multiplica por dos. A la hilera de valores obtenida de esta manera se le restan los valores correspondientes de la hilera MIN, obteniéndose las --

coordenadas del nuevo punto que se debe probar en el proceso.

Las condiciones calculadas de la manera anterior se llevan a la planta y se registra el valor de la nueva respuesta.

Se llena otra tabla igual con los puntos de la tabla anterior excepto el que dió el resultado peor (hilera MIN) en cuyo lugar entra el nuevo punto con su respuesta correspondiente y se repite el mismo procedimiento, para calcular las siguientes coordenadas.

Esta secuencia se repite indefinidamente, sujeta a algunas reglas adicionales para situaciones especiales.

#### REGLA I.

Si un resultado ha ocurrido en  $(n + 1)$  Simplex sucesivos y no ha sido eliminado por el método, entonces descarte dicho punto y reemplácelo por una réplica, es decir, lleve de nuevo las condiciones indicadas por el punto a la planta y reemplace la respuesta anterior por la obtenida.

Si el punto es un óptimo genuino, la operación replicada tenderá a ser alta. Si por lo contrario el resultado fué alto sólo por error experimental, es muy poco probable que la observación repetida sea de nuevo un resultado tan alto, y el punto será entonces eliminado.

Menor dificultad causan los resultados falsamente bajos, en vista de que tenderan a ser eliminados rápidamente, sin embargo, para evitar movimientos inútiles conviene aplicar la regla II.

Quando el resultado del último punto sea menor, no se debe rechazar éste sino el menor de los restantes. El rechazado el último punto implicaría volver a las condiciones del punto rechazado en el Simplex anterior.

REGLA III.-

Quando el rechazo de un punto implique la violación de alguna restricción, se debe rechazar el inmediato en magnitud.

La sucesión de estos eventos definida por las reglas anteriores conducirá eventualmente a las condiciones óptimas de operación del proceso; la operación en condiciones próximas al óptimo se manifestara por el hecho de que ninguna de las reglas anteriores permitirá salir de una cierta región. Cuando se considere que se está cerca del óptimo se puede disminuir el tamaño de peso, para ver si se puede mejorar algo más la respuesta, también se pueden incluir variables que no se hayan considerado inicialmente para ver si hay niveles de ellas mejores, desde el punto de vista de la respuesta, que el que se les fió durante el estudio.

## 2).- Manual de Operación del Reactor.-

### 1.- Manejo del reactor.

Siempre use las dos manos cuando levante la - bomba, sujetándola por debajo de las dos válvulas que están - en la parte superior. No use la polea para levantarla. Colo - que la bomba dentro del calentador (coraza del reactor) y bá - jela hasta que el anillo de cierre de la bomba descansa en - la parte superior del plato de aluminio. No son necesarias - abrazaderas ó algún otro accesorio para mantener la bomba en - su lugar. Deslice la banda en las poleas y ajuste el soporte - del motor de manera que la banda esté apretada solo moderada - mente con un dobles natural de más o menos 1/2". Asegúrese - que la flecha del agitador gire libremente en forma manual - antes de echar a andar el motor.

Para sujetar el cinturón de seguridad quitar - los dos tornillos de la parte superior del soporte del motor - y sujetar el soporte de seguridad al soporte del motor en es - te sitio. Luego quitar la tuerca y arandela extremas del ci - lindro montado; unir el cinturón de seguridad y asegurarlo - con la tuerca extrema.

### 2.- Conexiones eléctricas.

Las conexiones al reactor son hechas a través - del controlador de temperatura 4821. Asegurarse que cheque - el enchufe eléctrico y que el circuito es capaz de soportar - la carga del reactor antes de empezar a operar el aparato. - Si el enchufe no tiene una conexión a tierra, entonces debe - ser hecha en forma separada al calentador ó al plato de la - base del reactor.

### 3.- Bomba.

a) Para abrir la bomba: la bomba debe ser sacada fuera del calentador (coraza del reactor) antes de intentar quitar el tornillo de la cubierta y la parte superior. Colocar la bomba en una superficie plana y abrir la válvula de desahogo de gas para descargar cualquier presión interna; aflojar los 6 tornillos del anillo. Aflojar el tornillo de punta cónica en la abrazadera extrema y bajar la abrazadera para que descansa en la mesa. El anillo puede ahora ser quitado, y la parte superior (cabezal) con todos los accesorios que tiene unidos está libre para ser levantada del cilindro. Manejar la parte superior cuidadosamente de manera que no se dañe la flecha de agitación y los otros accesorios cuando estén fuera del cilindro.

b) Para cerrar la bomba: antes de cerrarla -- examine la empaquetadura del cabezal (parte superior) cuidadosamente para asegurarse que está en buenas condiciones. -- Examine las superficies mate del cilindro y el cabezal para estar seguro que están limpias y libres de virutas; ponga el cabezal en el cilindro, teniendo cuidado de no dañar las partes mate.

Deslice las dos secciones del anillo en su lugar y levante la abrazadera para rodearlas. La posición de la abrazadera debe ser tal que el tornillo penetre en la abertura que queda entre las 2 secciones del anillo, apriete el anillo con una llave para desplegar las secciones firmemente contra el lado interno de la abrazadera. El paso final es apretar los 6 tornillos de compresión. El apretado se debe hacer en forma de cruz antes de hacerlo progresivamente en forma circular. Si se tiene una llave para esfuerzo de ro

tación, aplicar 25 ft-lbs. a cada tornillo. Deje la bomba reposar por cinco minutos después del apretado inicial y luego apretar los 6 tornillos otra vez. Esto compensará cualquier tendencia de la empaquetadura de teflón a fluir bajo la carga de presión.

c) Presurizado de la bomba: el gas para el reactor puede ser suministrado de un tanque de abastecimiento comercial a través de un regulador de presión ó a través de una válvula de tanque con medidor mod. CGA 350. La conexión al reactor es hecha con una manguera para presión 4383, la cual es proporcionada con el aparato. La manguera tiene un niple macho de 1/2" NPT en uno de los extremos con una abrazadera de 1/4" la cual se ajustará a la mayoría de las válvulas de tanque y reguladores. El accesorio cónico en el otro extremo se ajusta dentro de un encaje (hueco) en la válvula de entrada A522 HC. La abrazadera de 1/4" puede quitarse de la manguera si ésta va a ser unida a un encaje (socket) de 1/8", pero no desatornille los accesorios los cuales aseguran el niple insertado en uno de los extremos de la manguera. Ponga una pequeña cantidad de cinta para sellar de teflón en las roscas de tubería y conecte la manguera a la válvula del tanque; luego una el extremo cónico a la válvula de entrada A522 HC. No use cualquier pasta para rosca en este accesorio cónico para presión.

Cheque todas las válvulas antes de admitir el gas dentro del sistema. La válvula aguja 4301, unida al costado de la válvula de entrada A522HC, debe permanecer cerrada durante el proceso de suministro. La válvula de desahogo de gas 4301 debe también estar cerrada a menos que la bomba se esté purgando. ó a menos que haya un flujo continuo a tra

vés de la bomba durante una corrida. La válvula de control -  
unida al tanque de gas debe estar cerrada y la válvula de en-  
trada A522HC abierta antes de que la válvula principal del -  
tanque sea abierta, abra la válvula del tanque únicamente un  
cuarto de vuelta; luego use el regulador ó la válvula de con-  
trol de flujo de gas que se encuentra en la bomba. Siempre -  
observe el medidor de presión inmediato, cuando se esté admi-  
tiendo gas, de manera que no se exceda la máxima presión de  
trabajo. Recuerde que cualquier subsecuente aumento en tempe-  
ratura elevará la presión de la bomba. También asegúrese que  
la presión en el tanque de gas es siempre mayor que la pre-  
sión en la bomba; de otra manera el líquido puede forzar la  
salida de la bomba y entrar en el tanque de gas cuando está-  
abierta la válvula de entrada.

d) Desahogo de gas: la válvula aguja localiza  
za transversalmente a la cabeza de la válvula de entrada de-  
be ser usada cuando se descarga gas para ajustar la presión-  
de la bomba, ó cuando se da salida a la presión residual al-  
final de una corrida. Se pueden hacer conexiones de tubería-  
a la salida de 1/8" NPT en esta válvula para llevar los ga-  
ses exahustos a una cubierta ó a cualquier otro punto de des-  
carga seguro.

e) Toma de muestras líquidas: muestras líqui-  
das pueden sacarse de la válvula de muestreo líquido 4301 --  
adherida a un costado de la válvula de entrada de gas cuando  
la bomba está presurizada. Siempre cierre la válvula de en-  
trada antes de sacar una muestra líquida, y abra la válvula-  
de muestreo con precaución pues el líquido puede ser descar-  
gado con fuerza considerable. Un tubo de entrega A579 HC, --  
puede ser unido a la válvula de muestreo para descargar la -  
muestra líquida dentro de un recipiente apropiado. Puede ser

conveniente adicionar una pequeña cantidad de gas a través de la válvula de entrada después de sacar una muestra líquida. Esto limpiará el tubo de entrada de manera que la siguiente muestra líquida será verdaderamente representativa de la mezcla de la bomba.

#### 4.- Controlador Automático de Temperatura -- 4821.-

El voltaje de línea para el controlador marcado a operar a 115 volts. debe caer dentro del rango de 110 a 120 volts., ó dentro de 220 a 240 volts., si está marcado para 230 volts. El controlador operará ya sea a 50 ó 60 Hz. -- con corriente alterna, pero el motor usado en el reactor -- Parr debe estar especificado ya sea para 50 ó 60 Hz.

Coloque el controlador cerca del reactor en una mesa en donde haya un acceso conveniente a un enchufe eléctrico capaz de soportar hasta 20 amperes. Deje un espacio de por lo menos 6 pulgadas entre el controlador y la base del reactor, de esta manera el controlador no será afectado excesivamente por la radiación de calor.

Todo el alambrado del reactor es conducido a través de un conductor flexible de acero inoxidable de corta longitud, del cual uno de los extremos está sujeto al reactor. Quitar la cubierta trasera y de los lados del controlador e insertar el extremo del conductor en el orificio que se encuentra cerca de la base de la unidad y apretar la tuerca de seguridad en el accesorio. Conecte los alambres calentadores a las terminales 1 y 2 y conecte los alambres del motor a las terminales 3 y 4 (vea el diagrama de alambrado que viene dentro de la cubierta del controlador). Inserte el ter



mopar del controlador dentro de la celda y presiónelo hasta el fondo del orificio. Conecte el otro terminal del termopar dentro del enchufe en la parte posterior del controlador.

La potencia para el controlador debe ser suministrada por un enchufe de 3 ranuras con conexión a tierra. Operación del controlador. Para activar el calentador, encienda el interruptor de potencia y fije el dial del controlador a la temperatura deseada. Mueva el interruptor selector de calentamiento a la posición High para elevar la temperatura rápidamente a la temperatura que se fijó (set point), esto es para temperaturas de operación arriba de 150°C. Para temperaturas abajo de 150°C vuelva el interruptor de nuevo a Low antes de que alcance el set point, para prevenir pasarse excesivamente. La luz roja indicadora brillará siempre que la temperatura de la bomba esté abajo del set point y el calentador esté energizado. El set point puede ser cambiado en cualquier momento no importando si el calentador está en On ó en Off.

La temperatura de la bomba puede leerse en cualquier momento dando vuelta al dial hasta tener el medidor de desviación en cero; ó puede ser leída adicionando la lectura del medidor de desviación a la temperatura que se tiene fijada con el dial si éste está dentro de los 50° de la temperatura fijada ligeramente para tener el calentador, abajo del punto de control correcto después el sistema alcanza el estado estable. Si existe algún peligro de un sobrecalentamiento durante el período inicial de calentamiento entonces ajustar el controlador unos 5 ó 10° abajo del nivel deseado hasta que la temperatura se aproxime al set point, entonces hacer el ajuste final.

## 5.- Velocidades de Agitación.-

El reactor cuenta con un motor eléctrico de velocidad ajustable 64E8 con el objeto de poder variar la velocidad de agitación. Es un motor de corriente directa al cual se le suministra corriente de un controlador Bodine operando de una línea de 115 volts. y 50 ó 60 Hz. Los pasos requeridos para poner el sistema en operación son los siguientes:

a) Conectar el cordón de potencia del controlador a un enchufe de 115 volts. y 50/60 Hz.

b) Una el cable verde conectado al motor al otro cable verde proveniente del controlador esto es con el fin de proveer la conexión a tierra.

c) Fije el botón de control de velocidad en cero, la potencia en Off y el switch funcional en la posición Brake.

d) Vuelva el switch de potencia a On. Se encenderá la luz piloto.

e) Fije el switch funcional a Forward. El motor no deberá operar con la perilla de control de velocidad fija en cero. Se debe tener la siguiente precaución: No de marcha atrás al motor; esto podría desatornillar la flecha de agitador de su acoplamiento.

f) Dé vuelta a la perilla de control de velocidad en el sentido de las manecillas del reloj hasta que el motor empieza a rotar, ajuste para obtener la velocidad deseada.

3).- Técnica de Filtrado.

Las muestras de cera, tomadas durante el transcurso de la hidrogenación, se filtran a vacío con el fin de separarles el catalizador. El vacío es para hacer más rápido el filtrado. El procedimiento es el siguiente:

Se conecta un matraz Kitasato a una bomba de vacío, se coloca en la boca del matraz un embudo butcherer acondicionado con chaqueta de calentamiento eléctrico; el calentamiento del embudo es con el fin de que la muestra no se enfríe y solidifique. Se acondiciona un papel filtro al embudo, se vierte en él una sustancia que ayude al filtrado en este caso Celita (el catalizador queda retenido en este lecho).

Una vez que se han efectuado todos los pasos anteriores (el embudo ya debe estar caliente), se vierte la muestra y se enciende la bomba de vacío. (Al momento de iniciar el filtrado, la muestra debe estar en estado líquido a una temperatura de aproximadamente 75°C)