

Diseño y puesta en marcha de un sistema de pirólisis catalítica de poliestireno expandido

Lizeth Alejandra Arenas Aguilar y Lizeth Dayana Cendales Sánchez

Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniera Química

Director:

Prof. Víctor Baldovino Medrano
Ingeniero Químico, PhD.

Codirectora:

Julieth Tatiana García Sánchez
Ingeniera Química

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga
2024

Dedicatoria

Este proyecto está especialmente dedicado a mis padres, quienes me acompañaron desde el principio, brindándome apoyo de todas las formas imaginables.

Agradezco profundamente su impulso para perseguir mis sueños y metas, así como por compartir cada paso de este camino conmigo.

Quiero expresar mi sincero agradecimiento a mis compañeros de universidad, ahora convertidos en grandes amigos, por haber compartido risas, buenos momentos y por brindarme un apoyo invaluable a lo largo de este camino.

También deseo reconocer y agradecer a nuestra codirectora del proyecto de investigación por su paciencia y constante ayuda durante todo el proceso.

Alejandra Arenas.

A Dora, mi madre, desde el comienzo de mis días siempre ha sido quien cree en mí, aunque ni yo lo haga, quien me animó cuando decidí estudiar esta carrera y quien ha sido mi base fuerte en la vida.

A Migue y Mayra, mis hermanos, la vida entera y este proyecto no sería ni la mitad de lo que es sin su compañía y cafecito caliente en las largas noches de redacción.

A los amigos que me dio la universidad, mis ahora colegas, por estar en las buenas, en las malas, en los días de estudio, en las mañanas de empanadas, en las noches de fiesta, por ser mi recuerdo más preciado de todos estos años, por acompañarme hasta el final.

Al profesor Víctor por la paciencia todos estos años. A Julieth, de forma especial, por ser desde el comienzo la mejor codirectora que pudimos tener, por hacer que todo este trabajo tuviera sentido, por adoptar con nosotras a JJ.

A Ángel, desde donde quiera que estés sé que este logro también es tuyo.

Por último, dedicarle este logro a mi pequeña Lizzie, todo el esfuerzo de años dio frutos, te doy gracias por nunca rendirte, porque aún con lágrimas en los ojos lo lograste. Y aunque quisiste ser veterinaria, azafata, actriz o microbióloga, el título de Ingeniera te queda perfecto.

Lizeth Cendales.

Tabla de contenido

	Pág.
Introducción.....	11
1. Estado del Arte	14
2. Objetivos	17
2.1 Objetivo general	17
2.2 Objetivos específicos.....	17
3. Metodología	17
3.1 Diseño del reactor.....	18
3.1.1 Dimensiones del reactor	19
3.1.2 Sistema de calentamiento y control de temperatura.....	21
3.1.3 Sistema de condensación y recolección de productos.....	22
3.2 Elaboración del protocolo de operación del equipo	23
3.3 Preparación de la mezcla de reacción	23
3.3.1 Identificación de productos de reacción	24
3.4 Análisis del efecto de las variables de operación.....	25
4. Análisis de resultados	26
4.1 Análisis del comportamiento térmico del reactor	26
4.2 Resultados catalíticos	28
4.3 Efecto de las variables de operación del reactor	30
4.3.1 Rendimiento de la reacción	30
4.3.2 Pureza del estireno	32

4.3.3 Cantidad de producto de líquido obtenido	30
5. Conclusiones	36
6. Recomendaciones	37
7. Participación en eventos.....	37
Apéndices	38

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Niveles y variables del experimento 3^2 y diseño y combinaciones para los niveles de experimentos.	25
Tabla 2. Resultados de porcentaje de rendimiento, porcentaje de pureza de estireno y masa de líquido obtenidos en los experimentos del sistema 3^2	30
Tabla 3. Resultados de ANOVA para la masa de líquido producida en la reacción.	32
Tabla 4. Resultados de ANOVA para la pureza de la reacción.	33
Tabla 5. Valores de las rampas para cada temperatura	43

Lista de Figuras

	Pág.
Figura1. Estructura del monómero y cadena del poliestireno.	12
Figura2. Diagrama de flujo de la metodología.	17
Figura3. Figural del sistema de reacción con sus partes.	19
Figura4. Componentes y dimensiones del cuerpo principal del reactor. a) Reactor desmontado y sus dimensiones. b) Reactor montado y termopar (línea roja) dentro del sistema del reactor. .	19
Figura5. Dimensiones del horno cerámico a) cerrado b) abierto.....	21
Figura6. Diferencia de temperatura entre el horno y el reactor en función del tiempo.	27
Figura7. Perfil de temperatura a lo largo del lecho catalítico.....	28
Figura8. Gráfico de barras comparativo entre la reacción sin catalizador y con catalizador para a) Rendimiento b) Masa de líquido c) Pureza obtenidos en ambos casos.	29
Figura9. Efecto principal la masa de líquido producto de la reacción al variar. a) Altura del lecho b) Temperatura del reactor. (-----) Promedio global y (.....) intervalos de confianza.	31
Figura10. Superficie respuesta y contorno respecto al líquido recuperado de la reacción.	32
Figura11. Efecto principal en la pureza de estireno en la reacción al variar. a) Altura del lecho b) Temperatura del reactor. (-----) Promedio global y (.....) intervalos de confianza.	33
Figura12. Superficie respuesta y contorno respecto a la pureza de estireno.	34
Figura13. Gráficos de efectos principales para el rendimiento de estireno en la reacción al variar a) la altura del lecho y b) la temperatura del reactor. (-----) Promedio global y (.....) intervalos de confianza.	35
Figura14. Superficie respuesta y contorno respecto al rendimiento.	36

Figura15. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 360°C.	41
Figura16. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 430°C.	42
Figura17. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 500°C.	42
Figura18. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 500°C.	43
Figura19. Montaje inicial del sistema de pirólisis	44
Figura20. Posición de cada una de las mangueras en la t de conexión.....	45
Figura21. Montaje final del sistema de pirólisis.....	46
Figura22. Resultados de los experimentos del sistema 3 ² con sus respectivas condiciones de reacción.....	1

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Análisis de las temperaturas del sistema horno-reactor.....	41
Apéndice B. Protocolo de operación del sistema de reacción de pirólisis catalítica de poliestireno expandido	44
Apéndice C. Desarrollo de las pruebas de cromatografía en los productos de reacción	47
Apéndice D. Planteamiento de los modelos de reacción	49
Apéndice E. Resultados de los experimentos del sistema 32 con sus respectivas condiciones de reacción	52
Apéndice F. Estudio de las ecuaciones para la realización del ANOVA	53

Resumen

Título: Diseño y puesta en marcha de un sistema de pirólisis catalítica de poliestireno expandido*

Autoras: Lizeth Alejandra Arenas Aguilar, Lizeth Dayana Cendales Sánchez. **

Palabras Clave: Poliestireno expandido, Pirólisis catalítica, Catalizador FCC, Estireno.

Descripción: En esta investigación se tuvo como primer objetivo poner en marcha un reactor semi-batch de acero inoxidable 316 completamente nuevo, hallando los parámetros del controlador para la temperatura y cuantificando cada una de sus partes para de esta forma crear un instructivo de uso del controlador del horno, revisando su grado de confiabilidad, realizando un protocolo de seguridad detallado del controlador/horno y los planos de cada uno de ellos. Una vez determinado todos los parámetros que se requieren como hallar las rampas de temperatura del horno para cada variable, calibraciones del controlador y puesta a punto de sistema horno/controlador se hace uso de este equipo para el aprovechamiento de poliestireno expandido en la obtención de estireno mediante pirólisis catalítica, empleando una mezcla de catalizador regenerado (FCC) y poliestireno sólido en forma de esferas con una composición del 15% respecto a la masa total de la mezcla en catalizador. Esta mezcla se llevó a un proceso de pirólisis catalítica en el reactor diseñado a diferentes temperaturas (360, 430 y 500°C) y diferentes volúmenes de lecho (2, 3 y 4 cm) llevando finalmente a cromatografía de gases el líquido de salida del proceso para así medir los valores de pureza y rendimiento, siendo estas las variables de respuesta, en cada uno de los niveles del experimento 3^2 . La metodología para este proyecto se divide en dos etapas: el diseño y puesta en marcha del sistema de reacción de pirólisis catalítica de poliestireno expandido y el diseño de experimentos para establecer las mejores condiciones de operación para maximizar la eficiencia del proceso. Finalmente, y con ayuda de un análisis estadístico se determinó que la variable de altura de lecho no mostraba un cambio significativo como se supuso al comienzo del proyecto, pero la variable de temperatura sí.

*Trabajo de grado.

**Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director PhD Víctor Baldovino Medrano.

Abstract

Title: Design and implementation of an expanded polystyrene catalytic pyrolysis system*

Authors: Lizeth Alejandra Arenas Aguilar, Lizeth Dayana Cendales Saánchez**

Key words: Expanded polystyrene, Catalytic pyrolysis, FCC catalyst, Styrene.

Description: The first objective of this research was to start up a completely new 316 stainless steel semi-batch reactor, finding the parameters of the temperature controller and quantifying each of its parts in order to create instructions for using the controller. oven, reviewing its degree of reliability, carrying out a detailed safety protocol for the controller/oven and the plans for each of them. Once all the required parameters have been determined, such as finding the oven temperature ramps for each variable, controller calibrations and fine-tuning of the oven/controller system, this equipment is used to use expanded polystyrene to obtain styrene. through catalytic pyrolysis, using a mixture of regenerated catalyst (FCC) and solid polystyrene in the form of spheres with a composition of 15% with respect to the total mass of the catalyst mixture. This mixture was taken to a catalytic pyrolysis process in the reactor designed at different temperatures (360, 430 and 500°C) and different bed volumes (2, 3 and 4 cm), finally taking the exit liquid from the reactor to gas chromatography. process in order to measure the purity and yield values, these being the response variables, at each of the levels of experiment 3². The methodology for this project is divided into two stages: the design and implementation of the expanded polystyrene catalytic pyrolysis reaction system and the design of experiments to establish the best operating conditions to maximize the efficiency of the process. Finally, and with the help of a statistical analysis, it was determined that the bed height variable did not show a significant change as assumed at the beginning of the project, but the temperature variable did.

*Degree work

**Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director PhD Víctor Baldivino Medrano.

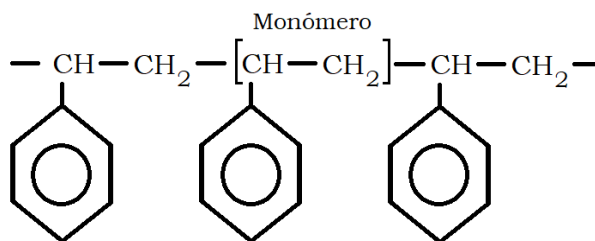
Introducción

En los últimos años, el problema de la contaminación plástica mundial y la continua producción de plásticos de un solo uso ha generado la necesidad de crear estrategias para mitigar este problema medioambiental. En 2022, se alcanzó una producción mundial de 460 millones de toneladas de plástico (Becerra, 2022), siendo China su mayor fabricante con el 24 %, seguido por Europa y América del Norte, los cuales poseen un 20 % cada uno respecto al total mundial (Góngora, 2014). Container Recycling Institute (Euromonitor International) afirma que cada minuto es vendido cerca de un millón de envases plásticos alrededor del mundo, de los cuales, ni la mitad llegan a ser recicladas. Por otro lado, se descubrió que para el 2017 eran encontrados anualmente entre 5 y 13 millones de toneladas de residuos plásticos en el océano (Taylor & Laville, 2017), aunque, como consecuencia de la crisis que se produjo gracias a la pandemia en 2020, hubo una disminución de un 2.2 % en el consumo de plásticos de un solo uso (Becerra, 2022). En Colombia, se consumen 1.25 millones de toneladas de plástico por año, distribuido mayormente en bolsas plásticas marcadas, pitillos y tapas (GreenPeace et al., 2019). El 74 % de estos residuos terminan en rellenos sanitarios, generando contaminación que puede llevar a riesgos a la fauna y flora marina y terrestre (GreenPeace et al., 2019). De acuerdo con Greenpeace, solo en el 2017, la producción de desechos en Bogotá fue de 6.265 toneladas diarias, de la cual, 56% corresponden a plásticos de un solo uso (Greenpeace et al., 2019).

Dentro de los principales plásticos de un solo uso podemos encontrar el poliestireno expandido, también conocido como EPS (por sus siglas en inglés) o *icopor* (acrónimo que toma de la fábrica original llamada Industria Colombiana de Porosos) en Colombia. El poliestireno expandido es un derivado del poliestireno con una estructura de celdas cerradas y rellenas de aire, ver Ilustración1. (Rodríguez & Montilla, 2021). Es un material aislante con alta resistencia

mecánica y térmica que lo convierte en un candidato ideal para el transporte de alimentos calientes y fríos, protección de elementos, entre otros (García, 2019). Por esto, se ha convertido en un gran problema a la hora de reciclar, dado que el residuo orgánico con el que tiene contacto directo lo convierte en un material inútil o poco aprovechables para los tipos de recuperación utilizados comúnmente en Colombia. Además, gracias a su baja densidad, 50 kg/m³ (Quintero, 2013; Rodríguez & Montilla, 2021), es poco atractivo para el reciclador. Otra de las preocupaciones que se tiene alrededor de este material es su tiempo de degradación y la ausencia de un sustituto viable debido a que su materia prima de fabricación no es renovable (Arthuz & Pérez, 2019).

Figura 1. Estructura del monómero y cadena del poliestireno.



Para el reciclaje de los plásticos comerciales existen cuatro métodos principales: el tratamiento primario, el secundario, el reciclado cuaternario y el reciclado químico (Arthuz & Pérez, 2019; Zambrano, 2022). En el tratamiento primario se usan operaciones mecánicas para obtener un producto de similares características al producto original. En el tratamiento secundario los desechos son convertidos en productos de diferentes formas y con mayor espectro de aplicaciones mediante fusión (Arthuz & Pérez, 2019; Zambrano, 2022). El reciclado cuaternario consiste en la incineración del residuo para obtener energía (Arthuz & Pérez, 2019; Zambrano, 2022). Finalmente, el reciclado químico busca el aprovechamiento integral de los elementos constitutivos del plástico por transformación de éste en hidrocarburos (Arthuz &

Pérez, 2019), convirtiéndose en uno de los procedimientos más completos y atractivos en cuanto a rendimiento, valor agregado, precio y ventajas que éste conlleva (Arandes et al., 2004). La pirólisis o craqueo es un proceso endotérmico de reciclaje tipo químico en el que las cadenas poliméricas del material plástico se descomponen a condiciones anaeróbicas (ausencia de oxígeno) (Zambrano, 2022) en compuestos de valor con menor peso molecular que pueden ser usados como combustibles o productos químicos para diferentes industrias (Contreras, 2014). Este método se divide en tres tipos: hidrocraqueo, pirólisis térmica y pirólisis catalítica (Contreras, 2014; Panda et al., 2010). Una de las ventajas del tratamiento mediante pirólisis es la posibilidad de tratar plásticos contaminados, mezclados o residuos que no pueden ser reciclados mecánicamente (Zambrano, 2022).

La pirólisis catalítica es un tipo de pirólisis en la que la descomposición de los compuestos del material polimérico se da en presencia de un catalizador, lo que disminuye la temperatura en la reacción de degradación, la energía de activación aparente y el tiempo y puede ayudar a mejorar el rendimiento de los productos obtenidos (Pérez et al., 2021; Taípe, 2020; Zambrano, 2022). En el caso del poliestireno expandido, se ha reportado que es posible recuperar como producto una mezcla líquida compuesta principalmente por estireno, benceno y tolueno (Pérez et al., 2021). Sin embargo, cada catalizador tiene un impacto diferente sobre el proceso y los productos (Pérez et al., 2021; Taípe, 2020; Zambrano, 2022). Dentro de los diferentes tipos de catalizadores reportados para este tipo de pirólisis se encuentran los catalizadores de FCC (*Fluid Catalytic Cracking* -craqueo catalítico fluido- por sus siglas en inglés), zeolitas naturales y sintéticas, aluminosilicatos amorfos, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Fe_2O_3 y catalizadores con fases metálicas como Co-Mo/Z y Cu- Al_2O_3 (Zambrano, 2022). Dado que el aumento del rendimiento del estireno dentro del producto líquido se podría favorecer con un catalizador fuertemente ácido

que sea capaz de craquear las cadenas del polímero, generando así una pirólisis más selectiva, en este trabajo se plantea el uso de un catalizador comercial de craqueo catalítico el cual está compuesto por una mezcla de una matriz inerte (caolín), una matriz activa (alúmina), un aglomerante (sílice o sílice-alúmina) y una zeolita Y (Cerqueira et al., 2008; Torres & Torres, 2010).

En el Centro de Investigaciones en Catálisis (CICAT) de la Universidad Industrial de Santander se reportó el uso de estireno proveniente de la pirólisis térmica de poliestireno expandido que puede ser usado como materia prima para la producción de resinas de intercambio iónico (Jaime, 2020), lo cual permite darle un segundo uso al residuo. Sin embargo, no se determinó si el uso de una pirólisis catalítica, podía generar una mayor cantidad de estireno y un producto de mayor pureza. Además, el grupo de investigación no contaba con un sistema que permitiera realizar este tipo de reacciones para la recuperación de estireno, por lo cual, el proyecto propone el diseño y puesta en marcha de un sistema de pirólisis catalítica que permita la obtención de estireno y el estudio de las condiciones de operación para mejorar la pureza del producto líquido.

1. Estado del Arte

La constante acumulación de plásticos de un solo uso, como el poliestireno expandido, hace necesaria la búsqueda de nuevas estrategias para mitigar la contaminación asociada con su disposición final. En Colombia, se han implementado medidas permanentes e importantes en algunos departamentos como en San Andrés y Providencia, con la prohibición de ingreso, uso y comercialización de plásticos; o el incentivo dado en Boyacá por la implementación de envases a base de materiales degradables (García, 2019). Sin embargo, aún se requiere aumentar los

esfuerzos en la creación e implementación de estrategias de reciclaje que permitan darle un segundo uso a estos residuos.

Entre los distintos métodos de eliminación de residuos plásticos, la pirólisis catalítica ha demostrado ser un método adecuado de reciclaje de materia prima, transformando el material polimérico de los desechos en monómeros, combustibles u otros materiales de alto valor (Corma Canos et al., 2017). Se ha reportado diferentes tipos de reactores usados en laboratorio para este tipo de estudios: reactores por lotes y *semi-batch*, reactores de lecho fijo y de flujo continuo, también se ha reportado el uso de reactores con lechos fluidizados tanto para métodos de reciclaje como para la obtención de combustibles (Férez, 2007). Los materiales en los que comúnmente son fabricados vienen desde el vidrio con conexiones de goma o aluminio (Pérez et al., 2021; Taipe, 2020), reactores fabricados de borosilicato tipo *Pyrex* (Taipe, 2020) hasta reactores fabricados de igual forma con autoclaves de acero inoxidable (Férez, 2007). El mayor problema de los sistemas de vidrio es que son frágiles y si se desea trabajar con temperaturas de lecho mayores que 500 °C se deben manufacturar en cuarzo, el cual tiene un costo elevado por lo que una opción más práctica es el uso de reactores de acero inoxidable que tienen mayores resistencia mecánica y conductividad térmica (Gamboa Poveda & AlvarezMartinez, 2008).

Por otro lado, una amplia gama de catalizadores sólidos para la pirólisis catalítica de poliestireno expandido han sido estudiados en la literatura, dentro de los que se encuentran zeolitas naturales y sintéticas, aluminosilicatos amorfos, $\text{Al}(\text{OH})_3$, Zn, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Fe_2O_3 , catalizadores con fases metálicas como Co-Mo/Z y Cu- Al_2O_3 y catalizadores de FCC (Adnan et al., 2014; Cerqueira et al., 2008; Corma Canos et al., 2017; Torres & Torres, 2010; Zambrano, 2022). Este último es un material micro- mesoporoso conformado por una mezcla de una matriz inerte (caolín), una matriz activa (alúmina), un aglomerante (sílice o sílice-alúmina) y una zeolita

Y. Su composición química es básicamente sílice y alúmina en porcentajes hasta de un 90 % (Cerqueira et al., 2008; Torres & Torres, 2010). En la literatura consultada, se ha reportado la pirólisis catalítica usando diferentes sistemas de reacción y una gran variedad de catalizadores. Una de las estrategia usada para las reacciones de pirólisis es el uso de aditivos y solventes orgánicos como aceites minerales y aceites a base de plantas (Dong et al., 2000). También el tratamiento térmico que permitan aumentar la densidad del poliestireno expandido y, con ello, mejorar el rendimiento en masa. Sin embargo, estos procesos afectan la integridad del catalizador usado. Además, el caso del uso de solventes se genera una mayor cantidad de residuos. Por lo tanto, en este trabajo se propone el uso de una mezcla entre el catalizador y el poliestireno, preparada por molienda que permita un mayor contacto entre estos y un aumento de la densidad del poliestireno expandido.

Ahora, diferentes autores han mostrado que la pirólisis catalítica favorece al aumento del rendimiento hacia estireno en reacciones con poliestireno expandido. Por ejemplo, Pérez y colaboradores reportaron un rendimiento de 66.42 % en peso cuando se usaba MgO a una temperatura de 400 °C, mientras que en la pirólisis térmica, sin catalizador, el rendimiento era más bajo, 23.27 % (Pérez et al., 2021). Por otro lado, Zambrano encontró que el uso de una zeolita de tipo ZSM-5 regenerada del proceso de craqueo catalítico generaba un rendimiento del 50 % en la fracción líquida cuando se usaba un 1 % de catalizador y sin la presencia de catalizador fue mucho mayor, 73.8 % (Zambrano, 2022) lo cual nos hacer ver que el uso de catalizador y el tipo de este mismo determina de cierta forma los resultados dependiendo de igual manera del tipo de polímero.

Teniendo en cuenta lo anterior, en este trabajo se hicieron el diseño y puesta en marcha de un sistema de pirólisis catalítica de acero inoxidable, usando un catalizador de FCC mezclado

mecánicamente con poliestireno expandido del tipo *icopor* de baja densidad con ayuda de un molino de bolas cerámicas.

2. Objetivos

2.1 Objetivo general

Realizar el diseño y puesta en marcha de un sistema de pirólisis catalítica de poliestireno expandido.

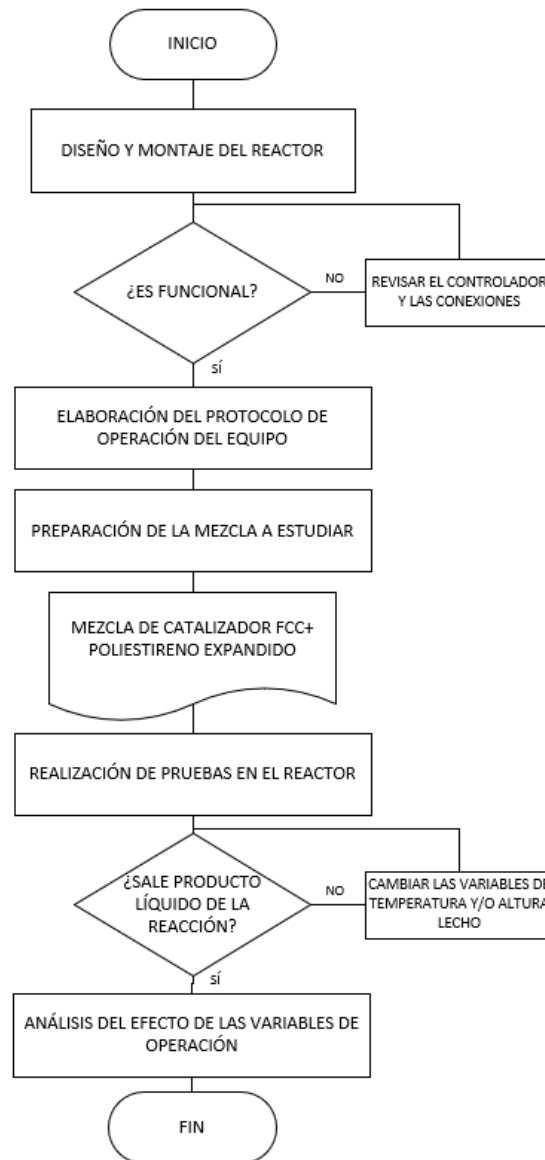
2.2 Objetivos específicos

- Diseñar un sistema de pirólisis catalítica de poliestireno expandido.
- Elaborar un protocolo para el desarrollo de las pruebas de pirólisis catalítica de poliestireno expandido.
- Establecer las condiciones de operación del sistema de pirólisis catalítica de poliestireno expandido donde se obtenga la mayor eficiencia en la producción de estireno.

3. Metodología

La metodología adoptada en este proyecto consistió en el diseño del reactor, la elaboración de su protocolo de operación, la preparación de la mezcla de reacción y el análisis de las mejores condiciones de operación. Las etapas se presentan en la **Figura2** y se detallan en las siguientes secciones.

Figura2. Diagrama de flujo de la metodología.

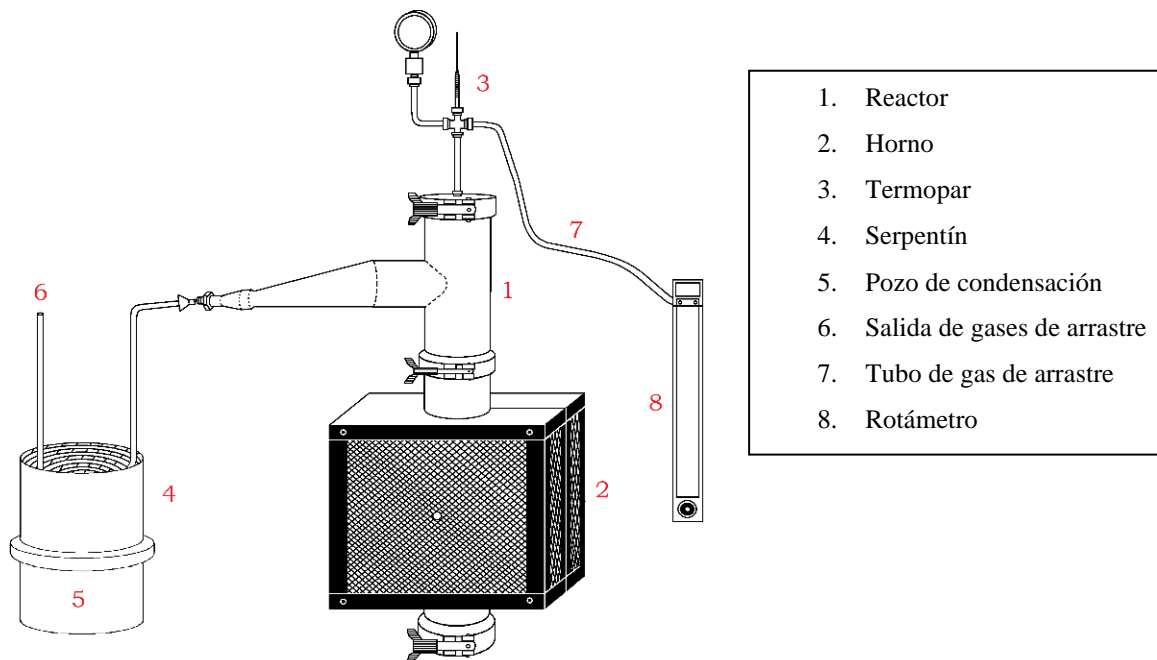


3.1 Diseño del reactor

El reactor semi-batch diseñado se compuso de un recipiente tubular con entrada de gases por la parte superior y salida semicónica de vapores lateral, un condensador tipo serpentín que se encuentra dentro de una base tubular, un horno cuadrado situado en la parte más externa del reactor, un rotámetro para alimentar gas al reactor la cual se encuentra al lado derecho de todo el sistema, tres empaques de goma en forma de anillo plano puestos en cada una de las divisiones metálicas en el reactor que se utilizan para sellar y asegurar que los gases no salgan del reactor y

una tapa desmontable cilíndrica que va en la parte inferior del reactor para su mejor limpieza . La Figura3 muestra el reactor y cada una de las partes que lo conforman. En los siguientes incisos se detallan cada uno de estos sistemas.

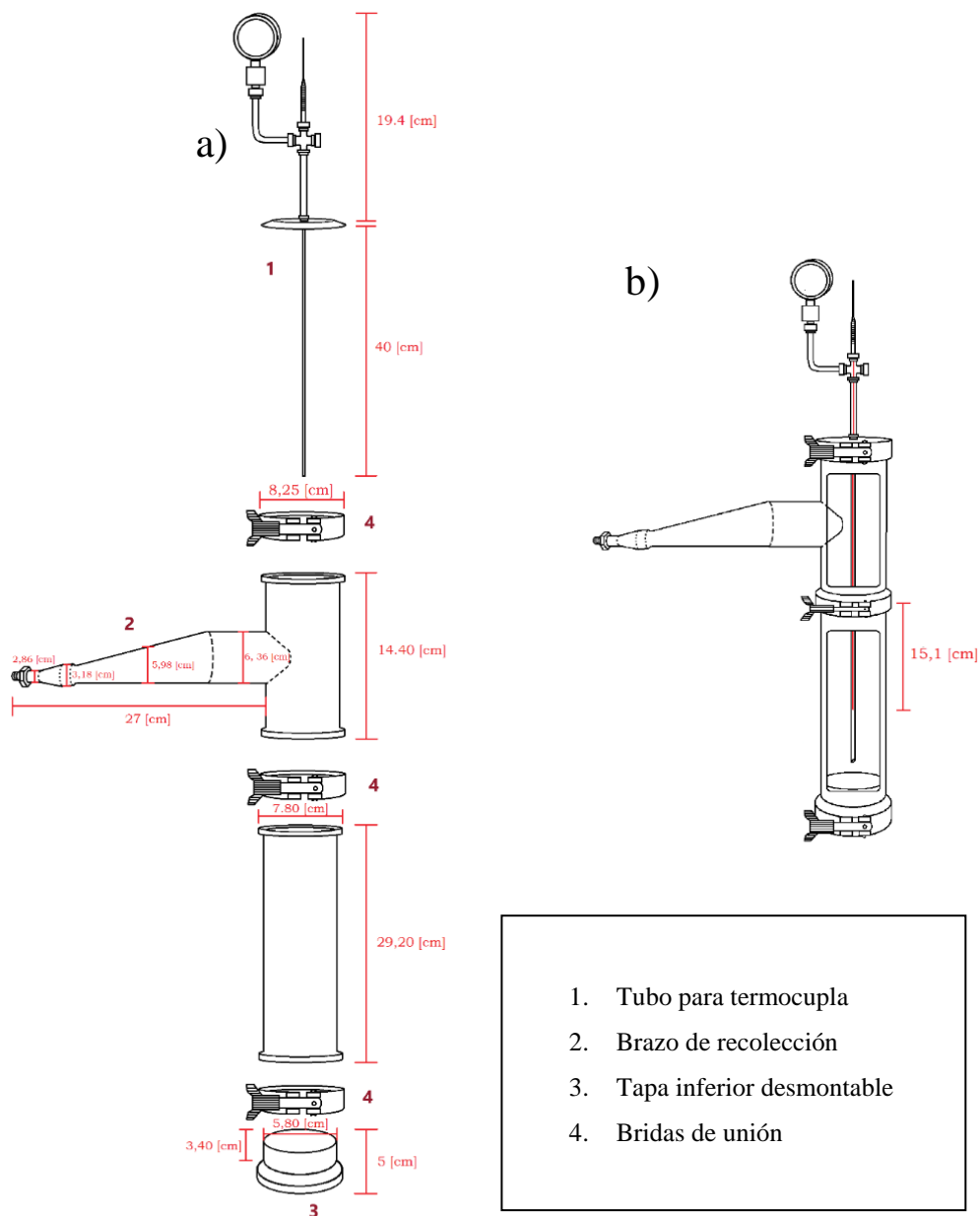
Figura3. *Figura del sistema de reacción con sus partes.*



3.1.1 Dimensiones del reactor

El diseño del reactor se hizo en conjunto con la empresa *OIL DIVISIÓN COLOMBIA S.A.S.* El reactor constó de un tubo hecho totalmente de acero inoxidable 316 con excepción de los empaques en forma de anillo plano hechos de goma. **La Figura4-a** muestra las partes del cuerpo del reactor y sus dimensiones.

Figura4. *Componentes y dimensiones del cuerpo principal del reactor. a) Reactor desmontado y sus dimensiones. b) Reactor montado y termopar (línea roja) dentro del sistema del reactor.*



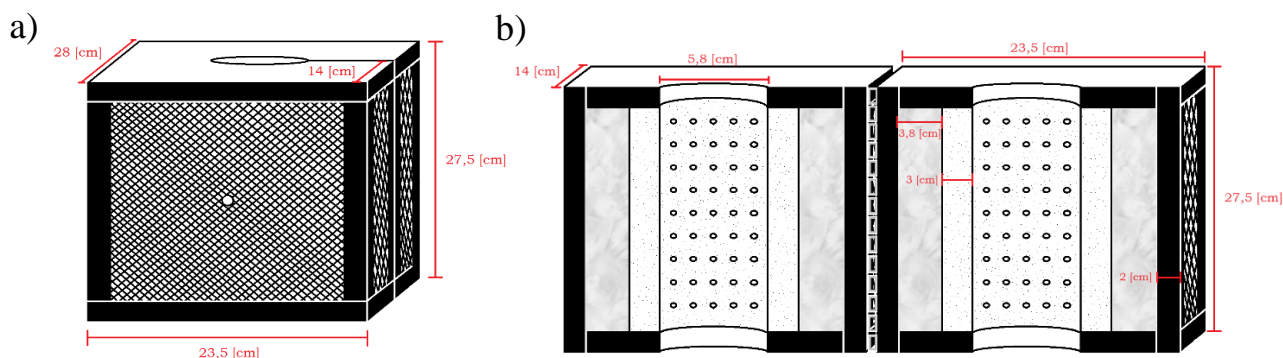
El reactor cuenta con un tubo interno para ubicar un termopar (1), un brazo que conecta al condensador con una caída que evita que los líquidos producidos se devuelvan a la zona de reacción (2) y la parte inferior del mismo consta de una tapa desmontable en acero inoxidable en forma de T invertida la cual se insertaba a presión (3), con lo que se garantizaba que no hubiera ni derrames ni fugas, además de que facilitaba la limpieza del fondo del reactor. La decisión de este material se tomó gracias a su fácil limpieza, menor fragilidad, alta conductividad y

resistencia térmica a comparación del vidrio (Gamboa Poveda & AlvarezMartinez, 2008). El reactor presenta un volumen de 1335 cm^3 , con una altura total de 68 cm, altura de cuerpo de 29.20 cm y diámetro interno de 5 cm. Este último valor es mucho mayor que los reportados en la literatura, con volúmenes que van desde 60 cm^3 (Contreras, 2014) a 1000 cm^3 (Taípe, 2020) en pruebas de laboratorio ya que usualmente se realizan estas pruebas en reactores de vidrio mucho más angostos por lo cual se decidió desde el comienzo realizar pruebas en un reactor con mayor volumen y diferente material para observar el comportamiento de la reacción.

3.1.2 Sistema de calentamiento y control de temperatura

Para alcanzar y mantener la temperatura de reacción se utilizó un horno cuadrado de cerámica revestido con fibra de cuarzo que ya poseía el laboratorio, por lo que el reactor desde su diseño se consideró para ser acoplado a este equipo. El horno solo poseía una lámina delgada de acero que lo cubría por lo que se decidió adherirle una rejilla con mayor grosor como refuerzo, ver Figura5.

Figura5. Dimensiones del horno cerámico a) cerrado b) abierto



El equipo cuenta con un sistema de control de temperatura que utiliza un termopar para medir la temperatura al interior del reactor, lo cual enciende la resistencia al interior del horno para mantener la temperatura en el *set point* indicado. El gradiente de temperatura entre el horno y el reactor y el tiempo de estabilización de la temperatura se determinaron mediante la toma de

valores en intervalos de cinco minutos durante una hora y media para temperaturas de 360, 430 y 500 °C, usando los valores para rampas de calentamientos en cada caso, siendo 16.7, 20.2 y 23.7 °C /min, respectivamente.

Adicionalmente, se realizaron mediciones para determinar la zona isotérmica dentro del reactor utilizando un termopar a las mismas temperaturas presentadas en la **Tabla 1**. Los datos fueron tomados moviendo el termopar de forma vertical de dos maneras: cada 5 cm y cada 1 cm. En ambas ocasiones se dejó estabilizar la temperatura 5 min antes de tomar los datos de temperatura tanto del reactor como del horno. También se tuvo en cuenta que la distancia máxima sería 15,1 cm, siendo el espacio entre la punta de la termocupla y la parte más alta del cuerpo del reactor, ver **Figura4-b**. Para mantener la mezcla del catalizador y el poliestireno (PSE+FCC) a la altura requerida (zona de reacción) se utilizaron perlas de borosilicato de diámetro 1.3 cm.

3.1.3 Sistema de condensación y recolección de productos

Junto con el reactor se adquirió un serpentín en acero inoxidable 316, el cual permite el intercambio de temperatura del producto a la salida del reactor con un baño de agua con hielo seco para disminuir la temperatura del serpentín y generar un mayor grado de condensación y aumentar la obtención de los productos líquidos de la reacción. Los vapores que no se condensaron se pasaron por un saturador de gases compuesto de una solución de NaOH altamente concentrada con el fin neutralizar los gases ácidos de propano, propeno, etano, eteno y butano que se esperaba obtener del proceso, todo esto antes de desechar la corriente gaseosa (Zambrano, 2022).

Se escogió nitrógeno como gas de arrastre para llevar los vapores generados y mantener las condiciones inertes al interior del reactor. El flujo de gas de arrastre se midió con un

rotámetro de la marca *Platon LGX*. Se utilizó un flujo 0.211 L/min de nitrógeno para todas las pruebas realizadas en este proyecto.

3.2 Elaboración del protocolo de operación del equipo

Para poder asegurar que el equipo realizara mediciones de forma apropiada se estableció un protocolo de operación del reactor, el cual se detalla en el **Apéndice B**. Las generalidades del protocolo se describen a continuación.

3.3 Preparación de la mezcla de reacción

Para poder llegar a la mezcla final de poliestireno expandido con catalizador al 15% en peso total con una consistencia homogénea se decidió realizar una mezcla mecánica para mejorar el contacto entre el estos dos. Se utilizó poliestireno expandido comercial en forma esférica de 1.9 mm de diámetro, al que posteriormente se le realizó un proceso de molienda junto con el catalizador al 15% respecto al peso del PSE en un molino de bolas cerámico de 6 L marca *Fisher Scientific Company* a una velocidad aproximada de 71.2 rpm y usando 80 cuerpos molidores cerámicos esféricos con peso aprox. de 100 g cada uno por un lapso de 1 hora. La forma final consistía en partículas con forma de discos planos con el mismo diámetro de las esferas de poliestireno expandido inicial, con un aumento de densidad de 0.07 g/cm³ del poliestireno expandido inicial a 1.15 g/cm³ en la mezcla final. La medición de las densidades se llevó a cabo a 20°C en un picnómetro de He (Anton Parr), haciendo 8 réplicas en cada medición.

Las condiciones del proceso de pirólisis del poliestireno expandido se establecieron considerando la temperatura a la que las perlas de poliestireno se ablandan (120 °C), se derriten (160 °C) y se volatilizan (entre 480-500 °C) (Kannan et al., 2007). Considerando esto, se decidió utilizar temperaturas entre los 300 °C y 500 °C para llevar a cabo el proceso de pirólisis.

3.3.1 Identificación de productos de reacción

Para la identificación del producto condensado líquido, obtenido del proceso de pirólisis, se utilizó un equipo de cromatografía de gases marca Hewlett Packard 6890 con una columna HP-5 cuyo horno se operó a una temperatura de 260 °C y 6.1 psi por 20 min para todas las muestras analizadas. Se utilizó dodecano al 2%p/p como estándar externo y ciclohexano como solvente para los análisis. La mezcla cumplió los requerimientos en cuanto a tiempos de retención y dilución. El **apéndice C** detalla las pruebas realizadas para la selección del solvente y el procedimiento seguido para la determinación del factor de respuesta.

Con los datos obtenidos, se calcularon el rendimiento de la reacción (Ec. 6), pureza de estireno (Ec. 4) y cantidad de producto estireno recuperado en el proceso respecto al poliestireno expandido utilizado en cada prueba (Ec. 5) utilizando las siguientes ecuaciones.

$$M_{ii} = M_{mi} (1 - 0.15) \quad \text{Ec. 1}$$

$$M_{Ev} = M_{tv} \left(\frac{\%W_x}{100} \right) \quad \text{Ec. 2}$$

$$\text{impurezas} = M_{rv} - M_{Ev} \quad \text{Ec. 3}$$

$$\% \text{ pureza}_{\text{Estireno vial}} = \frac{M_{Ev}}{M_{rv}} * 100 \quad \text{Ec. 4}$$

$$M_{ri} = \frac{M_{tr} * \% \text{ pureza}_{\text{estireno vial}}}{100} \quad \text{Ec. 5}$$

$$\text{rendimiento} = \frac{M_{ri}}{M_{ii}} * 100 \quad \text{Ec. 6}$$

Donde, M_{ii} : Cantidad de poliestireno expandido inicial sin catalizador [g], M_{mi} : Cantidad de mezcla inicial con catalizador [g], M_{Ev} : Estireno puro dentro de la muestra del vial [g], M_{tv} : Cantidad total del líquido en el vial (solventes + líquido recuperado) [g], M_{rv} : Cantidad de líquido recuperado puesto en el vial [g], M_{ri} : Cantidad total de estireno recuperado del PSE

inicial puesto en cada prueba [g] y M_{tr} : Cantidad total de líquido recuperado de cada prueba (estireno + impurezas) [g].

3.4 Análisis del efecto de las variables de operación

Se realizó un diseño de experimentos para determinar las condiciones de operación del sistema de pirólisis catalítica de poliestireno expandido donde se obtenía la mayor eficiencia en la producción de estireno. Así, se diseñó un experimento tipo 3^2 de una única réplica y las combinaciones de los experimentos, como se muestra en la **Tabla 1**. Se definieron como variables del experimento la temperatura y la altura del lecho, debido a que la primera tiene gran influencia en la energía de activación de la reacción (Pérez et al., 2021) y la segunda podría influenciar el comportamiento catalítico debido a la existencia de un perfil de temperatura axial en el reactor, el cual se evidencia en la sección 4.1. La nomenclatura para las reacciones fue la siguiente: RTXAY, donde X es la temperatura usada y Y la altura del lecho.

Tabla 1. Niveles y variables del experimento 3^2 y diseño y combinaciones para los niveles de experimentos.

Variables	Niveles		
	-	o	+
A: Altura lecho [cm]	2	3	4
B: Temperatura [°C]	360	430	500
RXN	Experimento	A	B
R-T360A2	1	-	-
R-T430A2	2	-	o
R-T500A2	3	-	+
R-T360A3	4	o	-
R-T430A3	5	o	o
R-T500A3	6	o	+
R-T360A4	7	+	-
R-T430A4	8	+	o
R-T500A4	9	+	+

Para determinar cuál de las variables tiene mayor significancia sobre el rendimiento de la reacción, la pureza del estireno y la cantidad de producto líquido total obtenido, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) considerando un error tipo I del 10% ($\alpha = 0.1$), siguiendo el método de Tukey [Meixi Yang et. al] para establecer si existe significancia estadística sobre las variables y si existe interacción. El análisis se complementó con los gráficos de efectos principales (Douglas Montgomery & George Runger, 2019) y las superficies de respuesta creadas usando el software *design expert* para determinar el punto óptimo de operación, el desarrollo se detalla en el **Apéndice F**.

Por último, el blanco de la reacción, realizado sin catalizador, se llevó a cabo por triplicado para determinar el error estándar de la reacción para temperaturas similares en diferentes ocasiones y así ver el nivel de confianza del equipo.

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

La sección de resultados se divide en tres partes, la primera se enfoca en los análisis del comportamiento de la temperatura en el reactor, la segunda en los resultados en presencia del catalizador y la tercera se enfoca en el análisis del diseño de experimentos realizado para determinar las condiciones óptimas de operación para la producción de estireno a partir del poliestireno expandido.

4.1 Análisis del comportamiento térmico del reactor

Los datos de temperatura del horno y el reactor a lo largo del tiempo permitieron estimar el cambio de temperatura hasta la estabilización, como se observa en la **Figura6**. Se puede ver que el perfil de temperatura fue similar para todas los valores estudiados. Además, se pudo analizar que la temperatura se estabiliza luego de 70 min desde que es iniciada la prueba reactor/horno a temperatura ambiente. Una vez estabilizada la temperatura dentro del reactor, se observó que la

diferencia entre los valores que reportaba el controlador que tenía el horno y el reactor era en promedio 90 °C para todos los casos. También se puede ver que el pico máximo de temperatura se encontró al cabo de 15 min de iniciado el proceso. Todas las pruebas posteriores y de las cuales se hizo toma de resultados se iniciaron luego de llegar al tiempo de estabilización encontrado.

Figura6. Diferencia de temperatura entre el horno y el reactor en función del tiempo.

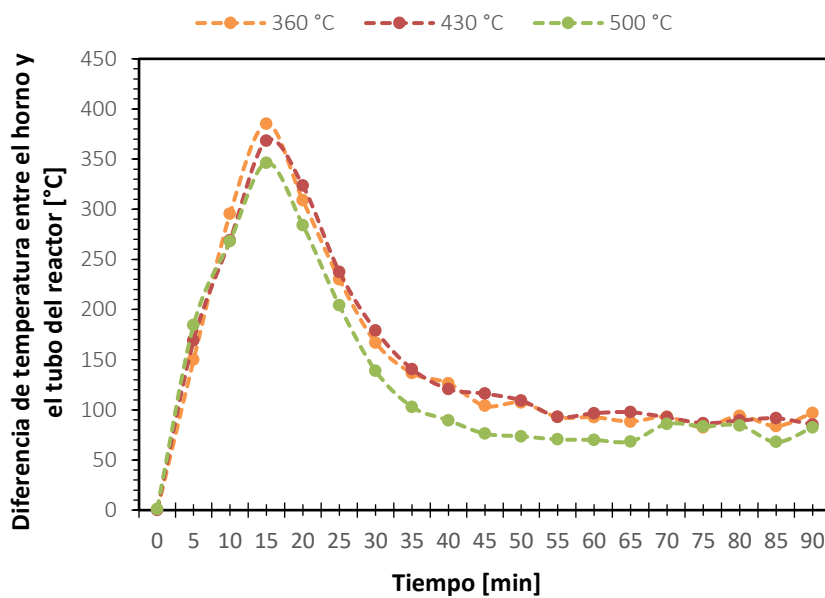
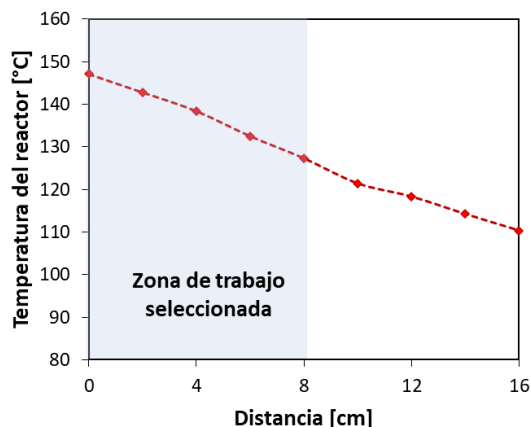


Figura7. Perfil de temperatura a lo largo del lecho catalítico



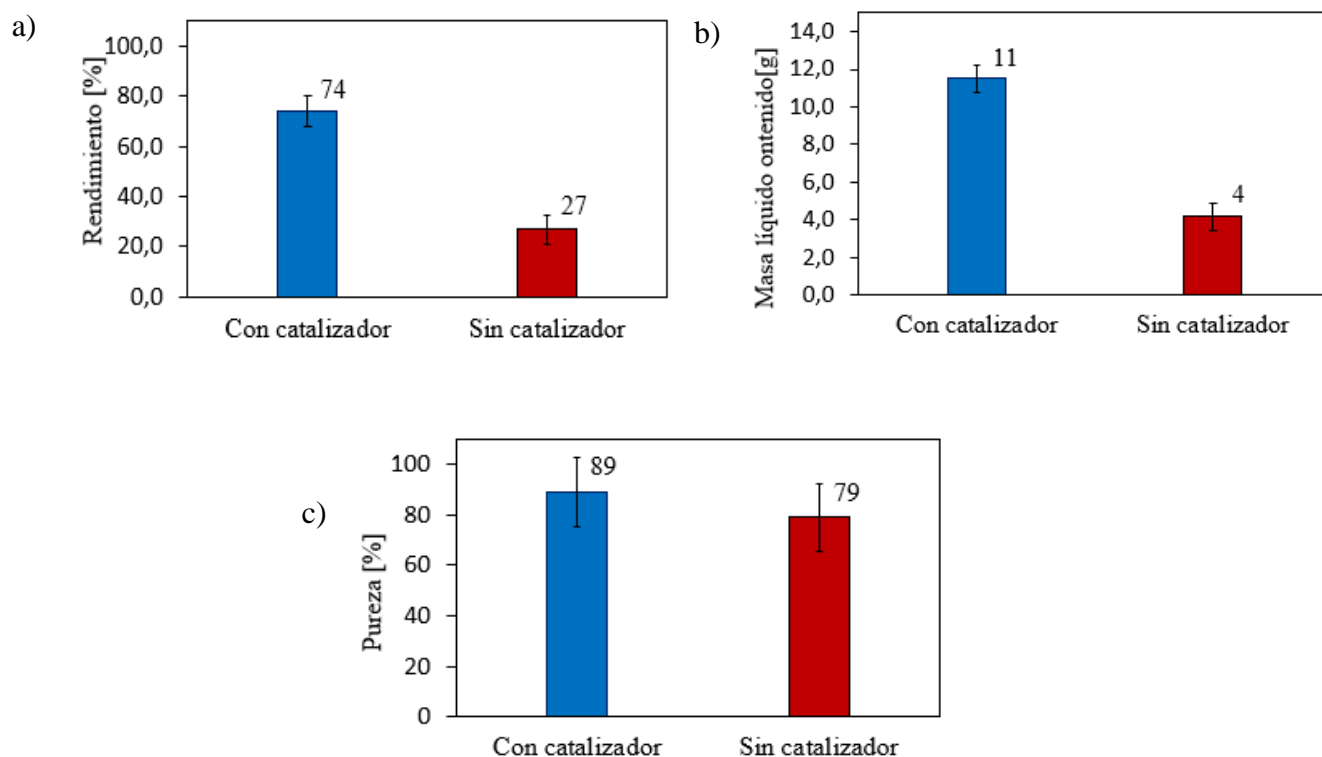
La **Figura7** muestra el perfil de temperatura axial en el reactor. Se puede observar que la temperatura tiene variaciones a lo largo de toda la longitud estudiada, por lo que no se pudo establecer una región isotérmica dentro del tubo del reactor. Sin embargo, con los resultados de esta medición se definió una zona de trabajo en la que existe una diferencia de 20 °C. Para determinar si esta diferencia afecta el comportamiento catalítico se añadió la altura de lecho como variable de estudio dentro del diseño de experimentos presentado en la sección 3.4.

4.2 Resultados catalíticos

Los primeros ensayos catalíticos hechos en el reactor diseñado tuvieron como propósito comparar la pirólisis térmica, sin catalizador, con la pirólisis catalítica. Las pruebas se llevaron a cabo a 430 °C y usando 4 cm de lecho, el lecho de reacción consistía en 5 cm de borosilicato y 4 cm de mezcla de poliestireno expandido + catalizador. La **Figura8** muestra los resultados para el rendimiento, la pureza y la cantidad de líquido obtenido con ambos tipos de prueba. Fue evidente un aumento tanto de la masa del líquido obtenido como del rendimiento hacia el estireno en pruebas realizadas con presencia del catalizador a diferencia de cuando hubo ausencia de este, mostrando valores mucho más significativos en comparación a los valores que se muestran en las gráficas de pureza para esta misma comparación. En comparación con la literatura, Zambrano

reportó que el rendimiento generado al usar un 1% de catalizador regenerado FCC era del 50 % en la fracción líquida y que en ausencia de catalizador fue mucho mayor (73.8%) (Zambrano, 2022), esto se puede atribuir a que sus pruebas de laboratorio se realizaron con una mezcla de poliestireno y polipropileno.

Ilustración 8. Gráfico de barras comparativo entre la reacción sin catalizador y con catalizador para a) Rendimiento b) Masa de líquido c) Pureza obtenidos en ambos casos.



Adicionalmente, mediante espectrometría de masas se determinó que el producto líquido contenía tolueno, etilbenceno, benceno y α -metil-estireno además del estireno. Lo cual coincide con lo reportado por algunos autores que hacen uso de la técnica de pirólisis para obtener

subproductos del poliestireno expandido (Adnan et al., 2014; Pérez et al., 2021; Zambrano, 2022).

4.3 Efecto de las variables de operación del reactor

La **Tabla 2** muestra los resultados de rendimiento, pureza y cantidad de líquido obtenidos con las ecuaciones 6, 4 y 5, para cada experimento de la **Tabla 1**, respectivamente. En la reacción realizada a 360 °C y 4 cm de altura (R-T360A4) no se obtuvo producto líquido, por lo cual, los valores de rendimiento, pureza y masa de líquido son cero. A continuación, se presenta el análisis de la influencia de cada una de las variables de entrada sobre el rendimiento, la pureza y la cantidad de líquido.

Tabla 2. Resultados de porcentaje de rendimiento, porcentaje de pureza de estireno y masa de líquido obtenidos en los experimentos del sistema 3².

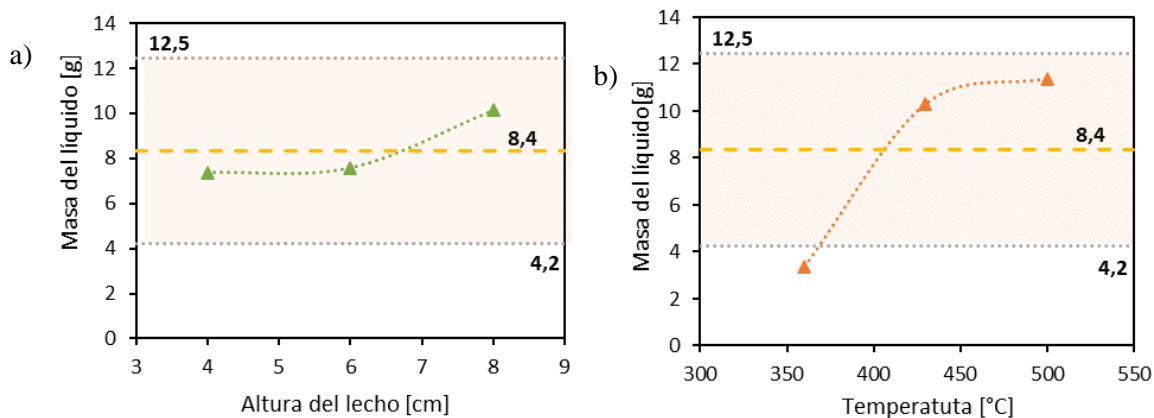
RXN	A: Altura lecho	B: Temperatura	%Rendimiento	% Pureza	Masa de líquido [g]
R-T360A2	-	-	6.53	26.80	3.34
R-T430A2	-	o	74.07	89.11	11.52
R-T500A2	-	+	30.76	58.93	7.23
R-T360A3	o	-	15.27	45.73	6.78
R-T430A3	o	o	29.64	76.58	7.86
R-T500A3	o	+	20.90	52.65	8.06
R-T360A4	+	-	0	0	0
R-T430A4	+	o	29.67	64.66	11.54
R-T500A4	+	+	58.35	77.78	18.86

4.3.1 Cantidad de producto de líquido obtenido

La Figura9 muestra el gráfico de efectos principales para la cantidad de líquido producido en la reacción. El análisis muestra que la temperatura (Figura9-b) podría tener significancia sobre la variable de respuesta. Se observó un cambio entre el nivel de 360 °C y 430 °C. La altura del lecho, Figura9-a, no muestra cambios significativos para los resultados promedio de cada nivel,

coincidiendo con los resultados presentados en las secciones anteriores. Para determinar la significancia estadística y la interacción se realizó el ANOVA sobre los resultados.

Figura 9. Efecto principal la masa de líquido producto de la reacción al variar. a) Altura del lecho b) Temperatura del reactor. (-----) Promedio global y (.....) intervalos de confianza.



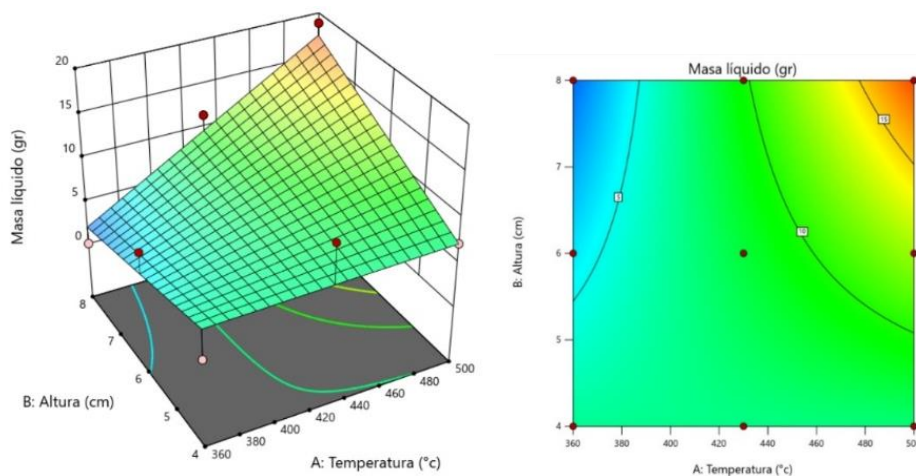
La **Tabla 3** muestra los resultados del ANOVA, en donde únicamente existe significancia estadística entre la interacción de los dos factores, por lo que la altura y la temperatura no tienen significancia individual. La existencia de interacción entre los factores indica que la respuesta de un factor se ve influenciada por los niveles del otro. Esto concuerda con otras investigaciones en donde para un mismo tiempo de reacción la conversión del poliestireno expandido es mayor a mayor temperatura de reacción (Kannan et al., 2007). Por lo tanto, a pesar de que el perfil de temperatura axial no influye el rendimiento y la pureza del estireno obtenido, sí afecta la cantidad total del producto líquido, el cual está compuesto de productos no deseados como benceno, tolueno y compuestos alquilados del estireno.

Tabla 3. Resultados de ANOVA para la masa de líquido producida en la reacción.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrada	Fo	Valor P	Significancia estadística
A: Altura	14.28	2.00	7.14	0.61	0.60066	No
B: Temperatura	113.39	2.00	56.69	4.82	0.11566	No
Interacción AB	66.58	1.00	66.58	5.66	0.09771	Sí
Error	35.30	3.00	11.77			
Total	229.55	8.00				

Para encontrar las condiciones óptimas donde se obtiene la mayor cantidad de líquido se analizó la superficie de respuesta en la Figura10. La superficie muestra que a medida que aumentan la temperatura y la altura del lecho se maximiza la cantidad de líquido que se obtiene, además no se observan puntos críticos en la zona intermedia.

Figura10. Superficie respuesta y contorno respecto al líquido recuperado de la reacción.

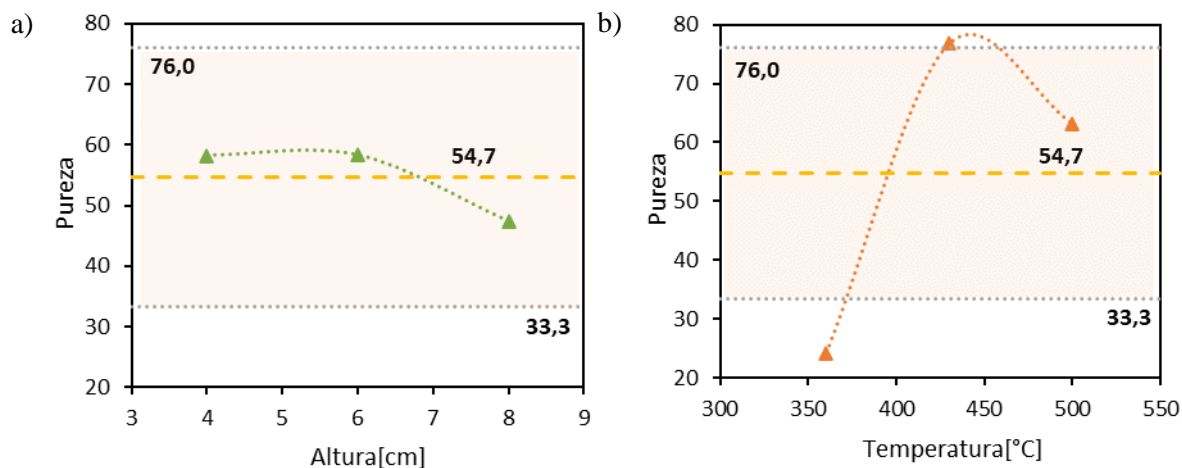


4.3.2 Pureza del estireno

De manera similar al análisis del rendimiento, sección 4.3.1, se elaboraron los gráficos de efectos principales para los resultados de pureza del estireno, ver **Figura11**. El análisis sugiere que la temperatura tuvo un fuerte efecto sobre la pureza, siendo 430 °C el punto donde se obtuvo la mayor pureza. Por su parte, la **Figura11-a** no muestra existencia de cambios significativos de la pureza cuando se modifica la altura del lecho, evidenciando nuevamente que el perfil de

temperatura axial (estudiado mediante el cambio de la temperatura del lecho) del reactor no generó un efecto significativo sobre la pureza del producto líquido.

Figura11. Efecto principal en la pureza de estireno en la reacción al variar. a) Altura del lecho b) Temperatura del reactor. (---) Promedio global y (·····) intervalos de confianza.



La **Figura11-b** muestra los resultados del análisis de varianza aplicado a los datos del experimento, los cuales indican que no existe interacción entre las dos variables sobre la pureza. Por otro lado, la temperatura tiene significancia, lo que concuerda con el análisis de efectos principales.

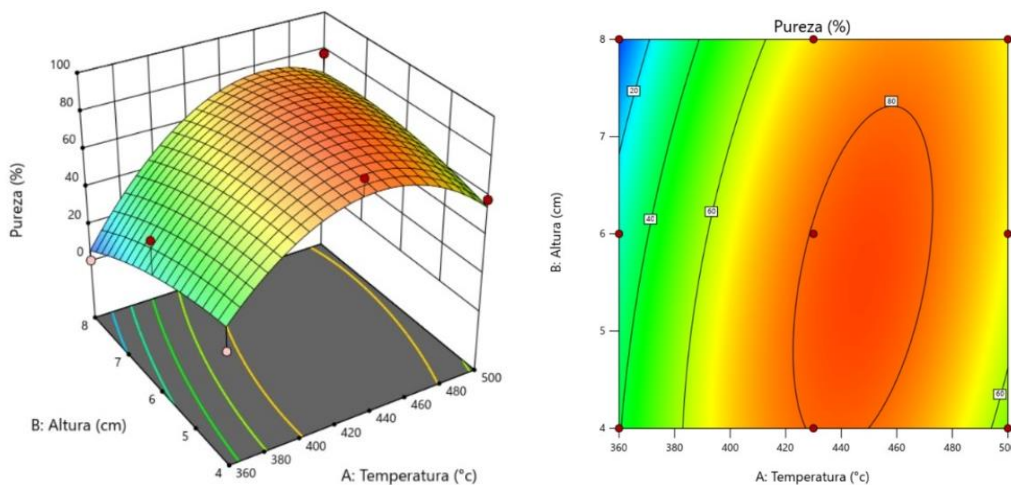
Tabla 4. Resultados de ANOVA para la pureza de la reacción.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrada	Fo	Valor P	Significancia estadística
A: Altura	234.10	2.00	117.05	0.32	0.74980	No
B: Temperatura	4470.52	2.00	2235.26	6.06	0.08834	Sí
Interacción AB	356.55	1.00	356.55	0.97	0.39795	No
Error	1106.19	3.00	368.73			
Total	6167.36	8.00				

La superficie de respuesta obtenida al analizar la pureza del estireno producido con respecto a las variables de entrada muestra una región con un máximo dentro de la zona de las variables de

entrada analizadas. Se observa que esta región se encuentra entre la temperatura de 440 °C y 460 °C y que la altura del lecho no afecta esta tendencia.

Figura12. Superficie respuesta y contorno respecto a la pureza de estireno.

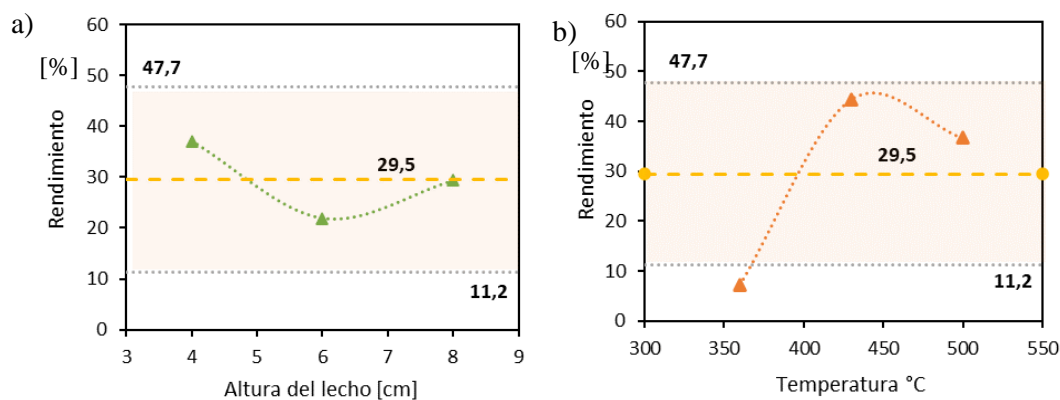


4.3.3 Rendimiento de la reacción

En la **Figura13** se presentan los gráficos de efectos principales usados para analizar el efecto de la altura del lecho y la temperatura sobre el rendimiento del estireno obtenido en la reacción. Estas gráficas muestran el cambio en el promedio de la variable respuesta estudiada (rendimiento) para cada nivel de las variables de entrada del diseño experimental. Mediante la gráfica se determina si existe un efecto de la variable de entrada cuando uno de los puntos cruza el intervalo de confianza (marcado por la zona sombreada) (Douglas Montgomery & George Runger, 2019). En este sentido, la Figura13 sugiere que solo la temperatura tiene un fuerte efecto sobre el rendimiento, Figura13-b, obteniéndose el mayor rendimiento a una temperatura de 430 °C. Esto quiere decir, que no se requiere operar el reactor a condiciones de temperatura por encima de los 500°C (siendo la temperatura a la que se inicia la degradación de poliestireno expandido) para generar el producto líquido. De hecho, el aumento de la temperatura puede

generar una mayor producción de compuestos gaseosos o coquización (Kannan et al., 2007; Sánchez et al., 2017). Por otro lado, los valores en la Figura13-a son más cercanos al promedio total del experimento, sugiriendo que el efecto no sería significativo cuando se cambia la altura del lecho. Es decir, la altura del lecho no tuvo una fuerte influencia sobre el rendimiento hacia estireno.

Figura13. Gráficos de efectos principales para el rendimiento de estireno en la reacción al variar a) la altura del lecho y b) la temperatura del reactor. (-----) Promedio global y (·····) intervalos de confianza.



La significancia estadística de las variables de entrada sobre el rendimiento se evaluó mediante una prueba ANOVA. Los resultados se muestran en la **Tabla 5**.

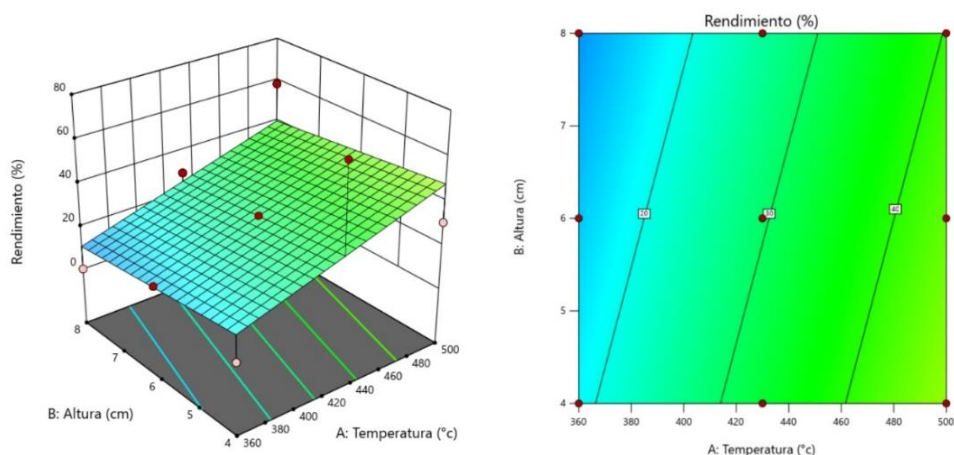
Tabla 5. Resultados de ANOVA para el rendimiento en la reacción.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrada	F _o	Valor-p	Significancia estadística, $\alpha = 0.1$
A: Altura	345.81	2.00	172.90	0.41	0.6985	No
B: Temperatura	2308.32	2.00	1154.16	2.71	0.2130	No
Interacción AB	560.57	1.00	560.57	1.31	0.3348	No
Error	1279.92	3.00	426.64			
Total	4494.61	8.00				

El análisis de varianza no determinó que la altura del lecho o la temperatura tuviesen significancia estadística suficiente, así como la existencia de interacción entre los dos factores. Sin embargo, se observa que el efecto de la temperatura es mayor que la de la altura del lecho, lo cual coincide con las gráficas de efectos principales presentadas en la Figura14.

El análisis de la tendencia a las que se inclina el rendimiento de la reacción respecto a las variables de entrada se analizó con la superficie de respuesta mostrada en la **Figura14**. debido a la baja influencia de las variables, se observa un plano sin ningún punto crítico.

Figura14. Superficie respuesta y contorno respecto al rendimiento.



5. Conclusiones

Se diseñó un reactor semi-batch de acero inoxidable con un volumen de 1335 cm³, el cual es considerablemente mayor a los usados comúnmente en procesos de pirólisis catalítica (entre 60 cm³ y 1000 cm³) y se estableció su protocolo de operación. Se evidenció en la práctica que la existencia de un protocolo ayuda de gran forma a no saltarse ningún paso importante en el proceso minimizando las pruebas fallidas. Gracias a esto se determinó que las mejores condiciones para la obtención de estireno a partir de poliestireno expandido en el sistema diseñado es una temperatura de 430 °C y de una altura de lecho de 4 cm, debido a que, a pesar de

no obtener la mayor cantidad de líquido, se obtiene un estireno de mayor pureza y cantidad de estireno por gramos de poliestireno. Sin embargo, se evidenció que la altura de lecho, y por tanto el gradiente de temperatura axial, no tiene influencia sobre la calidad y cantidad del estireno obtenido, siendo la temperatura, la variable que tuvo mayor efecto en la reacción.

6. Recomendaciones

Se recomienda estudiar el proceso de pirólisis usando diferentes relaciones másicas entre el catalizador y el poliestireno y variando las velocidades de flujo del inerte para encontrar si estas afectan en el desempeño de la reacción. Por otro lado, se recomienda estudiar la viabilidad de un proceso de co-pirólisis catalítica entre poliestireno expandido y polipropileno.

7. Participación en eventos

Se presentó el trabajo en la modalidad de póster en el XIII Simposio Colombiano de Catálisis y póster en el workshop Towards a sustainable future: Smart use of residues in bioeconomy.

Referencias

- Adnan, Shah, J., & Jan, M. R. (2014). Thermo-catalytic pyrolysis of polystyrene in the presence of zinc bulk catalysts. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 45(5), 2494–2500. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2014.05.011>
- Ahmad, Z., Al-Sagheer, F., & Al-Awadi, N. A. (2010). Pyro-GC/MS and thermal degradation studies in polystyrene-poly(vinyl chloride) blends. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 87(1), 99–107. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2009.10.010>
- Arandes, J. M., Bilbao, J., & López, D. (2004). *RECICLADO DE RESIDUOS PLÁSTICOS LOS RESIDUOS PLÁSTICOS*.
- Arthuz, L., & Pérez, W. (2019). Alternativas De Bajo Impacto Ambiental Para El Reciclaje Del Poliestireno Expandido a Nivel Mundial. *Informador Técnico*, 83(2), 209–219. <https://doi.org/10.23850/22565035.1638>
- Becerra, B. (2022). Hoy en día se produce el doble de desechos plásticos en el mundo que hace 20 años. *LaRepublica.Co*. <https://www.larepublica.co/globoeconomia/hoy-en-dia-se-produce-el-doble-de-desechos-plasticos-en-el-mundo-que-hace-20-anos-3310507>
- Budsaerechai, S., Hunt, A. J., & Ngernyen, Y. (2019). Catalytic pyrolysis of plastic waste for the production of liquid fuels for engines. *RSC Advances*, 9(10), 5844–5857. <https://doi.org/10.1039/c8ra10058f>
- Cerqueira, H. S., Caeiro, G., Costa, L., & Ramôa Ribeiro, F. (2008). Deactivation of FCC catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 292(1–2), 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2008.06.014>
- Contreras, F. E. (2014). *Estudio De La Pirólisis Catalítica De Polietileno En Un Reactor Semi-Batch* (Issue Universidad de Chile). http://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/116264/cf-contreras_fc.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Corma Canos, A., Cardona Navarrete, S., & Gaona, J. A. (2017). Proceso para el craceo catalítico de residuos plásticos. In *Facultad regional del Rosario Depto. de Ingeniería Química*. https://www.modeloingenieria.edu.ar/images/procesos2/material_de_apoyo/CRAQUEO CATALITICO.pdf
- Dong, D., Tasaka, S., & Inagaki, N. (2000). Thermal degradation of monodisperse polystyrene in bean oil. *Polymer Degradation and Stability*, 72(2), 345–351. [https://doi.org/10.1016/S0141-3910\(01\)00031-3](https://doi.org/10.1016/S0141-3910(01)00031-3)
- Douglas Montgomery, & George Runger. (2019). *Probabilidad y estadística aplicada a la ingeniería*.
- Férez, M. del R. H. (2007). *Evaluación de la pirólisis térmica y catalítica de polietileno en lecho fluidizado como técnica de reciclado. Influencia de las variables sobre los productos generados*. Universidad de Alicante.
- Gamboa Poveda, E., & AlvarezMartinez, R. (2008). *Acero inoxidable 316 y 316 L propiedades y características*.
- García, N. (2019). EVALUACIÓN DEL IMPACTO AMBIENTAL DE LA APLICACIÓN DE UN PLAN DE GESTIÓN POSCONSUMO DE POLIESTIRENO EXPANDIDO (EPS) UTILIZADO EN EL ENVASE DE

- ALIMENTOS EN COLOMBIA. AUTOR. In *Nucl. Phys.* (Vol. 13, Issue 1).
- Góngora, J. (2014). *La industria del plástico en México y el mundo*. <http://www.freeimages.com/browse.phtml?f=download&id=248748>
- GreenPeace, Clínica Jurídica de Medio Ambiente Y Salud Pública, & Universidad de Los Andes. (2019). Situación actual de Colombia y su impacto en el medio ambiente. *Green Peace*, 14. http://greenpeace.co/pdf/2019/gp_informe_plasticos_colombia_02.pdf
- Jaime, R. (2020). *SÍNTESIS DE RESINAS CATALÍTICAS PARA LA TRANSFORMACIÓN DEL GLICEROL EN FASE ACUOSA* (Vol. 8, Issue 75) [Universidad Industrial de Santander]. <https://doi.org/10.1016/j.jnc.2020.125798><https://doi.org/10.1016/j.smr.2020.02.002><http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/810049><http://doi.wiley.com/10.1002/anie.197505391><http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857090409500205>
- Kannan, P., Biernacki, J. J., & Visco, D. P. (2007). A review of physical and kinetic models of thermal degradation of expanded polystyrene foam and their application to the lost foam casting process. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 78(1), 162–171. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2006.06.005>
- Ministerio para la transición ecológica y el reto demográfico, G. de E. (n.d.). *Sistemas de tratamiento*. Ministerio Para La Transición Ecológica y El Reto Demográfico, Gobierno de España. Retrieved February 16, 2023, from <https://www.miteco.gob.es/es/calidad-y-evaluacion-ambiental/temas/prevencion-y-gestion-residuos/flujos/domesticos/gestion/sistema-tratamiento/Pirolisis.aspx>
- Panda, A. K., Singh, R. K., & Mishra, D. K. (2010). Thermolysis of waste plastics to liquid fuel. A suitable method for plastic waste management and manufacture of value added products-A world prospective. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 14(1), 233–248. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2009.07.005>
- Pérez, G., Contreras, J., Rodríguez, J., & Estrada, J. (2021). *Obtención de estireno a partir de residuos de poliestireno expandido mediante pirolisis catalítica*. 7(7), 201–205.
- Quintero, C. (2013). *Reciclaje termo -mecánico poliestireno expandido (Icopor), mitigación de su impacto ambiental en rellenos sanitarios*. 46. <http://ridum.umanizales.edu.co:8080/jspui/bitstream/6789/762/1/TESIS> CARLOS QUINTERO.pdf
- Rodríguez, H., & Montilla, T. (2021). *Icopor asesino silencioso de la vida* (Issue February). Universidad libre.
- Sánchez, L., Llano, B. A., & Rios, L. A. (2017). Producción de Diésel Renovable a partir de aceite de Higuera mediante Catalizadores de Níquel-Molibdeno Soportados sobre Alúmina. *Informacion Tecnologica*, 28(1), 13–24. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642017000100003>
- Taipe, J. (2020). *Obtención De Combustibles a Partir De Residuos De Polipropileno Reciclado, Mediante Pirólisis Catalítica* (Vol. 53, Issue 9). Universidad de las Fuerzas Armadas.
- Taylor, M., & Laville, S. (2017, June 30). El mundo compra un millón de botellas de plástico por minuto que acaban en vertederos o en el mar. *ElDiario.Es*. https://www.eldiario.es/internacional/theguardian/compra-botellas-plastico-mayoria-vertederos_1_3309129.html

Torres, N., & Torres, J. (2010). *Uso del catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC) como adición puzolánica-revisión*. 30(2), 35–42.

Vidrio Borosilicato (Pyrex) - Vidresweb Forma Rectangular Puntas Normal Cantos Al Corte Tipo y Color Transparente Grosor Pyrex 3,3 Agujeros 10 mm. (n.d.). Retrieved October 6, 2023, from <https://www.vidresweb.com/es/aplicaciones/364-6264-pyrex.html>

Zambrano, A. (2022). *Reciclaje químico de plástico mediante pirólisis catalítica usando un catalizador regenerado*. ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO.

Apéndices

Apéndice A

Para el análisis de las temperaturas del sistema horno-reactor se graficó cada uno de los valores marcados por la termocupla para cada una de las temperaturas a las que se hizo los experimentos (360, 430, 500 °C) y sus respectivas rampas de temperatura. Podemos observar en las ilustraciones 5, 6 y 7 que el tiempo promedio en el que se lleva a cabo la estabilización total de ambas temperaturas es entre 60-80 min desde que se iniciaba la prueba con el reactor y el horno a temperatura ambiente, por lo cual este se tomó como el tiempo de estabilización para todas las pruebas un promedio de estos dos valores, siendo 70 [min] ese valor. De esa misma forma, en la FiguraA1 se puede observar el delta de temperatura del horno y el reactor, en la que se ve de forma más clara dónde se estabiliza las temperaturas.

Figura15. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 360°C.

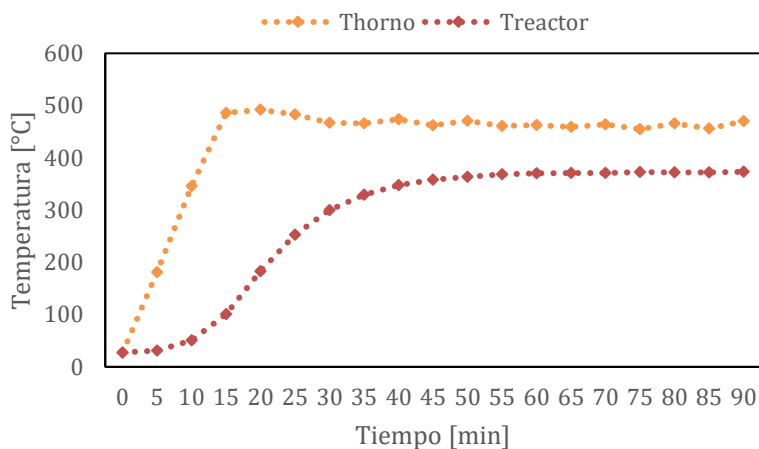


Figura16. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 430°C.

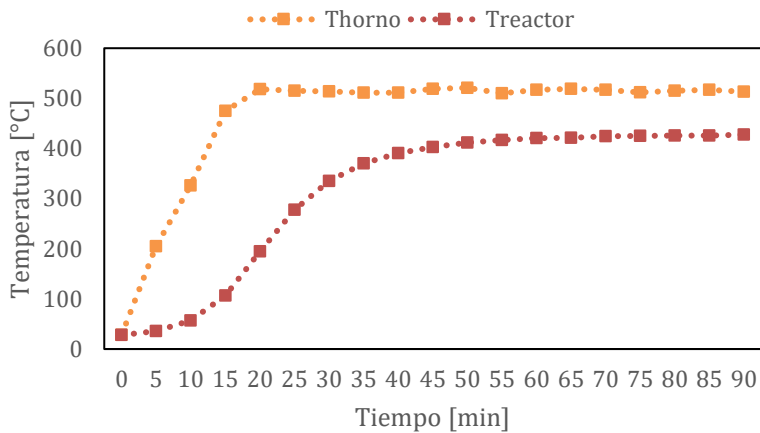


Figura17. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 500°C.

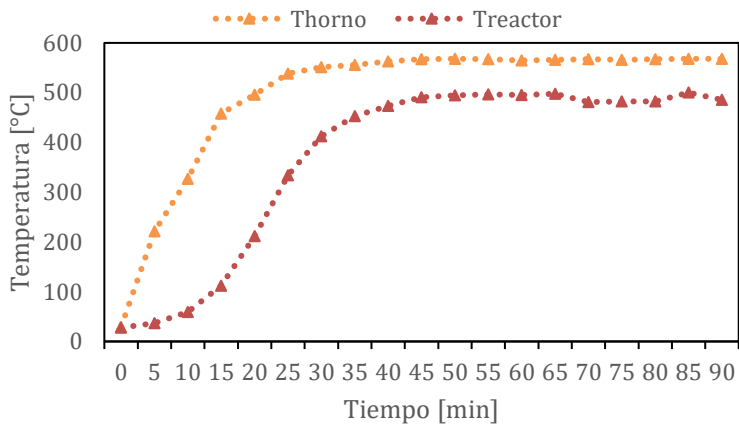
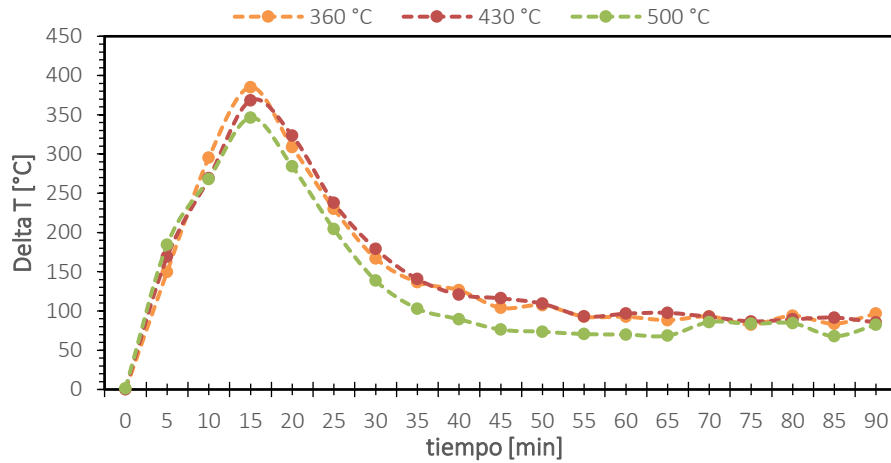


Figura18. Temperatura del horno y el reactor en función del tiempo para el set de temperatura de 500°C.



Se calcularon dichas rampas suponiendo una rampa de inicial de 20°C/min, para luego hacer una regla de tres simple:

$$A - 26 = B \tag{Ec. 7}$$

Donde A es el set point del horno al que se quiere llegar y B el resultado de la operación.

Con el valor B realizamos la regla de tres para poder establecer el valor de la rampa X.

$$20^{\circ}\text{C} \rightarrow 1 \text{ min} \tag{Ec. 8}$$

$$B \rightarrow X$$

Donde x corresponde al valor de la rampa que se debe utilizar. Dando los siguientes

datos:

Tabla 5. Valores de las rampas para cada temperatura

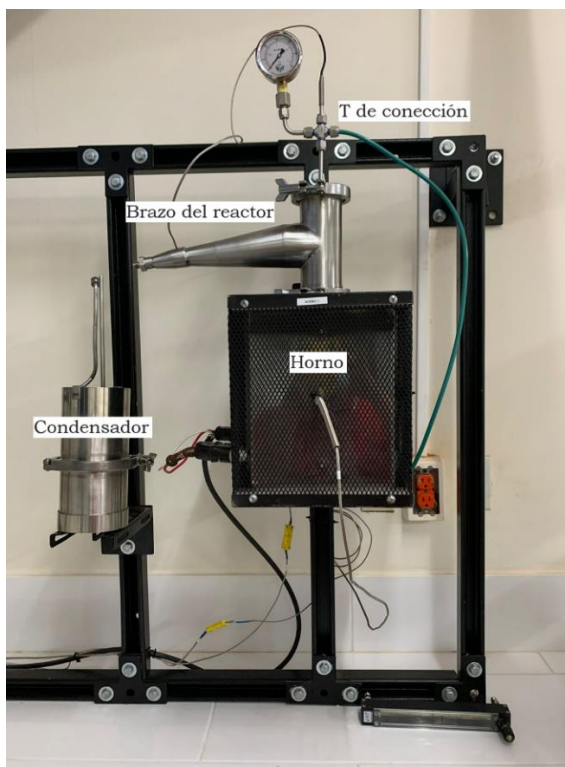
Set point[°C]	360	430	500
Valor Rampa[°C/min]	16.7	20.2	23.7

Apéndice B

Protocolo de operación del sistema de reacción de pirólisis catalítica de poliestireno:

- a) Configuración del panel de control y montaje del sistema.
 - Se inicia armando de forma adecuada el reactor a cada una de sus partes, revisando que la pieza en la cual se encuentra el brazo que conecta con el sistema de condensación se encuentre de forma correcta (con la punta del mismo doblado hacia abajo) como se muestra en la Figura19. Con esto se garantiza que no haya ningún problema en la salida de los vapores al serpentín.

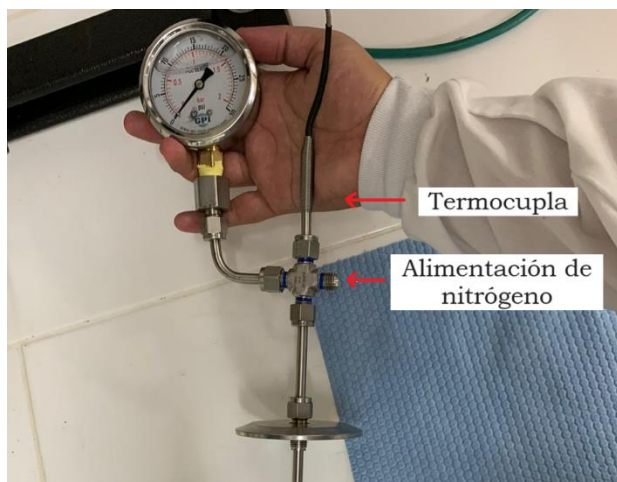
Figura19. Montaje inicial del sistema de pirólisis



- Se conectan todos los sistemas tanto de condensación (con el brazo del reactor) como de alimentación de nitrógeno (parte derecha de la t de conexión) y la termocupla

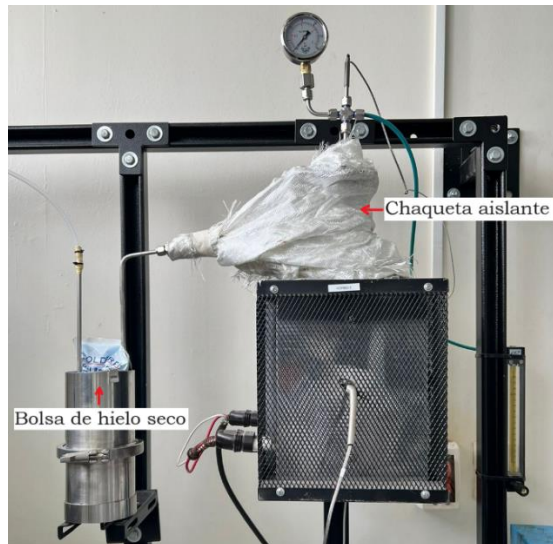
(parte superior de la t de conexión) a la pieza del reactor en forma de cruz tal como se puede ver en la Figura20. También se debe revisar que el sistema de salida de los productos al final del sistema de condensación esté conectado al saturador de gases y este a su vez al extractor.

Figura20. Posición de cada una de las mangueras en la t de conexión.



- Pasados los 70 minutos de estabilización de la temperatura, se desmonta el sello superior y se agrega la mezcla de reacción dentro del reactor, se ajusta de nuevo el sello superior del sistema y se verifica que no haya fugas. Seguido a esto, se pone en la parte superior del reactor. En la sección superior y en el brazo de recolección del reactor se pone una chaqueta aislante de fibra de vidrio para ayudar a que el calor no se disipe de forma indeseada y haya condensación antes de que los vapores pasen por el condensador.

Figura21. Montaje final del sistema de pirólisis.



- Se pone dentro del pozo del serpentín agua y una bolsa de hielo seco (Figura21). Se abre la válvula de nitrógeno y se revisa con ayuda de un vaso con agua que éste mismo esté haciendo su recorrido hasta la salida del reactor. Se observarán burbujas en el vaso si el flujo pasa correctamente.
- Se enciende el controlador del reactor y de la termocupla, revisando con anterioridad que ambos interruptores de encendido se encuentren en posición. Seguido a esto, se configura el panel de control del reactor a la temperatura y tiempo al que se desea trabajar. El controlador del sistema de pirólisis catalítica es de fácil manejo, sin embargo, es fundamental leer el manual del controlador para su buen funcionamiento.
- Si se está trabajando por primera vez con el equipo se recomienda registrar la temperatura que indica el panel de control del reactor cada 10 minutos por aproximadamente 70 minutos para asegurarse de esta forma que la temperatura dentro del mismo se estabilice.

b) Limpieza del reactor

- Una vez se haya enfriado el cuerpo del reactor se desmonta todo el sistema ya mencionado y se procede a abrir de forma completa el reactor para recoger la fracción sólida que haya quedado en el fondo del cilindro del reactor quitando de igual forma la tapa inferior de este mismo. Se enjuagan todas las piezas de acero con acetona para una mejor limpieza. Posterior a cada ensayo se limpia el equipo de pirólisis y los materiales con paños humedecidos en acetona.
- Debido a los subproductos de la pirólisis catalítica es indispensable el uso de máscara de protección con filtros para gases orgánicos desde el inicio de la prueba hasta terminar la limpieza de este. Se recomienda también la limpieza con acetona de todo el equipo antes y después de cada prueba.

Apéndice C

Para las pruebas de cromatografía de los productos líquidos de pirólisis es necesario utilizar una mezcla homogénea entre solventes, teniendo en cuenta también que los tiempos de retención de estos componentes sean diferentes y considerablemente lejanos para poder así tener claro cada uno de los compuestos, por lo cual se realizaron varias pruebas con mezclas de distintos solventes para así determinar cuál es mejor para este estudio. En la primera prueba se hizo una mezcla que contenía dodecano y metanol en igual medida, se pudo apreciar que estos no se diluían entre sí dado sus polaridades por lo cual se descartó esta mezcla. La segunda prueba se llevó a cabo con una mezcla de terbutanol y metanol la cual, sí se diluyó, pero en los resultados de las pruebas de cromatografía se observó que sus tiempos de retención estaban muy cercanos entre sí, por lo que también se descartó esta opción. Finalmente, se tomó una mezcla de

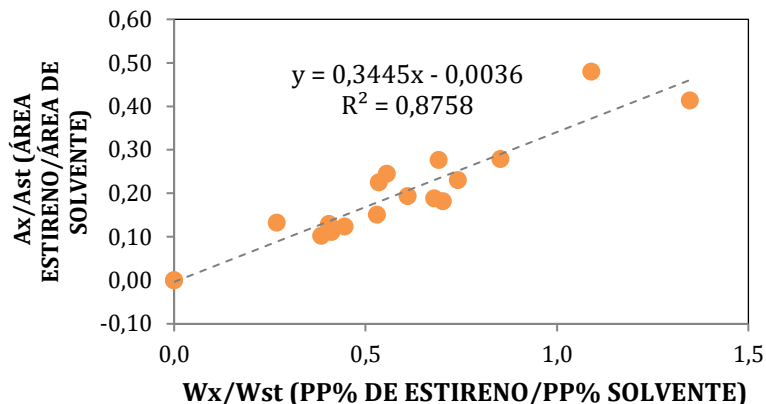
dodecano y ciclohexano, la cual cumplió todos los requerimientos que se buscaban para esta prueba, sus tiempos de retención eran notablemente separados y se diluían.

Una vez determinado el solvente, se prepararon 9 viales de 1.5 [mL], que contienen una mezcla de dodecano, estireno puro y ciclohexano. El dodecano estaba presente al 2% p/p del total de mezcla teórico. Dichas pruebas se realizaron con el fin de hallar el área bajo la curva de cada compuesto en los viales y poder determinar el factor de respuesta por medio de una gráfica de ajuste. Al final se le realizaron réplicas de cada uno de los viales, con el fin de poder poseer un factor de respuesta más preciso.

Para determinar en el rendimiento de la reacción a estireno y la pureza de este producto se utilizó la Ec. 9, que relaciona la señal producida por el compuesto de interés con la cantidad presente del mismo utilizando un compuesto de referencia y el factor de respuesta (FR).

$$\frac{A_x}{A_{st}} = FR \frac{w\%_x}{w\%_{st}} \quad Ec. 9$$

. Siendo A_x el área bajo la curva del estireno puro, A_{st} el área bajo la curva del solvente que en este caso es el dodecano ambos datos dados por el equipo, $w\%_{st}$ el peso en porcentaje del dodecano, $w\%_x$ el peso en porcentaje del estireno puro los cuales son conocidos a la hora de realizar las mediciones de los viales y, por último, FR que es el valor del factor de respuesta de las reacciones.



Para la toma de resultados se utilizó un equipo de cromatografía de gases marca Hewlett Packard 6890 con una columna HP-5 5% a una temperatura de 260 [°C] y 6.1 [psi] por 20 [min] en cada uno de los 18 viales (9 pruebas y sus réplicas) que poseían estireno puro. En la Figura 8 se muestran graficados todos los valores de áreas bajo la curva contra % peso, tanto del solvente como del estireno, y el valor que toma FR que es igual a 0.3445 con un R^2 de 0.8758.

Apéndice D

Se plantearon cinco modelos para las reacciones, o también llamado blancos, en los que se varían ciertos aspectos para de esta forma establecer las condiciones en las que se llevará a cabo los experimentos finales. Todos los modelos de reacción se realizaron a una temperatura del horno T_{horno} de 400°C, con un tiempo de reacción de 4 horas y tiempo de estabilización de la temperatura reactor-horno de 70 min.

- El primer modelo fue llevado a cabo con un lecho de 2 cm (16.3046 [g]) de mezcla de PSE+FCC por encima y por debajo del punto de calentamiento máximo dentro del reactor el cual se encuentra a 14.9 cm desde la parte inferior del reactor. Para poder posicionar la mezcla a dicha altura se hizo uso de 306.48 [g] de perlas de borosilicato de

diámetro 1.3 [cm]. La mezcla fue agregada al reactor desde su parte superior al final del tiempo de estabilización de temperatura.

- El segundo modelo se realizó a las mismas condiciones anteriores de altura de lecho, difiere en que se agregó una fina capa de 1.1623 [g] de lana con el fin de compactar la mezcla en un solo lugar del reactor ya que una pequeña parte de estas tienden a caer entre las bolas de borosilicato. Fueron usados 308.5148 [g] de borosilicato y 16.3051 [g] de mezcla PSE+FCC.
- El tercer modelo se realizó agregando la muestra a el reactor desde el tiempo cero, es decir, sin dejar estabilizar la temperatura del reactor primero. Se usaron 306,0842 [g] de borosilicato y 16,3066 [g] de mezcla PSE+FCC.
- El cuarto modelo se hizo cambio en el volumen de lecho a 3 cm de mezcla por encima y por debajo del punto de calentamiento máximo dentro del reactor, el cual ya ha sido mencionado anteriormente. En este caso se utilizaron 256,330 [g] de borosilicato y 23,8885 [g] de mezcla PSE+FCC.
- El quinto modelo se realizó con un lecho de 2 [cm] por encima y por debajo del punto máximo de transferencia de calor dentro del reactor, solo que en este caso se hizo las pruebas con PSE sin catalizador. Fueron usados 307.023 [g] de borosilicato y 12.3577 [g] de PSE.

Cada uno de los productos de las reacciones anteriores fue sometido a cromatografía de gases justo después de finalizar el tiempo de reacción para su análisis y de esta forma poder comparar cuales eran las variables (temperatura, altura del lecho y modo de operación) que ayudaban a la producción tanto del estireno como a su rendimiento y pureza.

Los cálculos de porosidad tanto de la partícula como del poro de la mezcla de PSE impregnada de FCC se realizaron en un equipo 3FLEX marca Micromeritics. La muestra fue pesada con una celda con 9 mm de diámetro hechas de vidrio borosilicato, Micromeritics. Se desgasificó en un equipo Vac Prep 061, a 35°C y 6 Pa por un lapso de 6 horas. La captura de las isotermas de adsorción de nitrógeno se realizó a -196°C en un equipo 3FLEX™ de Micromeritics, en un intervalo de presión relativa (P/P_0) entre 0.0025 y 0.3000. El análisis de los datos fue realizado con el programa 3FLEX V.4.03, dado por el equipo.

Apéndice E

Ilustración 22. Resultados de los experimentos del sistema 3² con sus respectivas condiciones de reacción

RXN 4			RXN 11			RXN 12			RXN 13			RXN 14			RXN 15			RXN 16			RXN 17			RXN 18		
masa	%		masa	%		masa	%		masa	%		masa	%		masa	%		masa	%		masa	%		masa	%	
Ciclohexanc	1,35	94,07	Ciclohexanc	1,26	90,88	Ciclohexanc	0,00	0,00	Ciclohexanc	1,24	89,60	Ciclohexanc	1,31	94,41	Ciclohexanc	1,25	89,698834	Ciclohexanc	1,05	88,21	Ciclohexanc	1,21	89,87	Ciclohexanc	1,13	88,65
estireno	0,0563	3,93	estireno	0,10	7,12	estireno	0,00	0,00	estireno	0,10	7,41	estireno	0,05	3,60	estireno	0,12	8,29816153	estireno	0,12	9,76	estireno	0,11	8,13	estireno	0,12	9,35
dodecano	0,03	2,00	dodecano	0,03	2,00	dodecano	0,00	0,00	dodecano	0,03	1,94	dodecano	0,03	1,99	dodecano	0,03	2,00300451	dodecano	0,02	2,03	dodecano	0,03	2,00	dodecano	0,03	2,00
	1,43	100,00		1,38			0,00			1,37			1,39			1,40			1,19			1,34			1,27	
Líquido obt	11,5197	[g]	Líquido obt	11,5359	[g]	Líquido obt	0,0000	[g]	Líquido obt	6,7810	[g]	Líquido obt	3,3421	[g]	Líquido obt	18,8628	[g]	Líquido obt	8,0598	[g]	Líquido obt	7,2349	[g]	Líquido obt	7,8595	[g]
M _m inicial	16,3046	[g]	M _m inicial	29,5772	[g]	M _m inicial	29,5777	[g]	M _m inicial	23,8851	[g]	M _m inicial	16,1349	[g]	M _m inicial	29,5780	[g]	M _m inicial	23,8894	[g]	M _m inicial	16,3060	[g]	M _m inicial	23,8883	[g]
M _{rec} inicial	13,8589	[g]	M _{rec} inicial	25,1406	[g]	M _{rec} inicial	25,1410	[g]	M _{rec} inicial	20,3023	[g]	M _{rec} inicial	13,7147	[g]	M _{rec} inicial	25,1413	[g]	M _{rec} inicial	20,3060	[g]	M _{rec} inicial	13,8601	[g]	M _{rec} inicial	20,3051	[g]
M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido	M _g vial	Impurezas	% pureza Elíquido
	0,0502	0,0061		0,0637	0,0348		0,0000	0,0000		0,0469	0,0556		0,0134	0,0367		0,0902	0,0258		0,0611	0,0550		0,0642	0,0448		0,0910	0,0278
M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R		M _g rec	%R	
	10,2649	74,0670		7,4590	29,6693		0,0000	0,0000		3,1009	15,2735		0,8956	6,5301		14,6707	58,3528		4,2432	20,8964		4,2633	30,7593		6,0186	29,6407
Condiciones			Condiciones			Condiciones			Condiciones			Condiciones			Condiciones			Condiciones			Condiciones			Condiciones		
Thorno	400 °C		Thorno	400 °C		Thorno	360 °C		Thorno	360 °C		Thorno	360 °C		Thorno	500 °C		Thorno	500 °C		Thorno	500 °C		Thorno	400 °C	
trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h		trxn	4 h	
testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h		testa	1,17 h	
Borosilicato	306,4836 g		Borosilicato	220,4141 g		Borosilicato	220,7377 g		Borosilicato	256,3917 g		Borosilicato	306,4766 g		Borosilicato	218,8423 g		Borosilicato	250,4064 g		Borosilicato	306,5047		Borosilicato	256,3517 g	
Mezcla	16,3046 g		Mezcla	29,5772 g		Mezcla	29,5777 g		Mezcla	23,8851 g		Mezcla	16,3049 g		Mezcla	29,5780 g		Mezcla	23,8894 g		Mezcla	16,3060 g		Mezcla	23,8883 g	
Altura mezcla	4 cm		Altura mezcla	8 cm		Altura mezcla	8,0000		Altura mezcla	8,0000		Altura mezcla	4 cm		Altura mezcla	8 cm		Altura mezcla	6 cm		Altura mezcla	4 cm		Altura mezcla	6 cm	
t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h		t agregado mezcla	1,17 h	
Resultados			Resultados			Resultados			Resultados			Resultados			Resultados			Resultados			Resultados			Resultados		
%pureza	89,1072		%pureza	64,6594		%pureza	0,0000		%pureza	45,7288		%pureza	26,7969		%pureza	77,7756		%pureza	52,6468		%pureza	58,9265		%pureza	76,5770	
%Rendimiento	74,0670		%Rendimiento	29,6693		%Rendimiento	0,0000		%Rendimiento	15,2735		%Rendimiento	6,5301		%Rendimiento	58,3528		%Rendimiento	20,8964		%Rendimiento	30,7593		%Rendimiento	29,6407	
Líquido obtenido[g]	11,5197		Líquido obtenido[g]	11,5359		Líquido obtenido[g]	0,0000		Líquido obtenido[g]	6,7810		Líquido obtenido[g]	3,3421		Líquido obtenido[g]	18,8628		Líquido obtenido[g]	8,0598		Líquido obtenido[g]	7,2349		Líquido obtenido[g]	7,8595	

Apéndice F

La siguiente tabla muestra los factores, niveles y resultados obtenidos para el rendimiento en los nueve experimentos.

		Temperatura (°C)		
		360	430	500
Altura del lecho (cm)		j=1	j=2	j=3
4	i=1	6.53	74.07	30.76
6	i=2	15.27	29.64	20.90
8	i=3	0.00	29.67	58.35

Para determinar si existe interacción entre los dos factores se utilizó el método de Tukey (referencia) para un diseño de experimentos 3² sin replicas, el cual establece que la interacción es de la forma:

$$(\tau_{12})_{ij} = \lambda(\tau_1)_i(\tau_2)_j$$

Los mínimos cuadrados de estos parámetros se obtienen con los datos con las siguientes expresiones:

$$\hat{\mu} = \bar{Y}_{..}$$

$$(\hat{\tau}_1)_i = \bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..}$$

$$(\hat{\tau}_2)_j = \bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..}$$

$$\hat{\lambda} = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (\bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..}) (\bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..}) Y_{ij}}{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (\bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..})^2 (\bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..})^2}$$

Expresando Y_{ij} como:

$$Y_{ij} = \bar{Y}_{..} + (\bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..}) + (\bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..}) + \hat{\lambda} (\bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..})(\bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..}) + \hat{\epsilon}_{ij}$$

Entonces el error $\hat{\epsilon}_{ij}$ se puede expresar como:

$$\hat{\epsilon}_{ij} = Y_{ij} - \bar{Y}_{..} - (\bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..}) - (\bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..}) - \hat{\lambda} (\bar{Y}_{i.} - \bar{Y}_{..})(\bar{Y}_{.j} - \bar{Y}_{..})$$

La suma total de cuadrados SST se particiona en:

$$SST = SSA + SSB + SSAB^* + SSE^*$$

Donde cada termino es igual a:

$$SST = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (Y_{ij} - \bar{Y}_{..})^2$$

$$SSA = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (\bar{Y}_i - \bar{Y}_{..})^2 S \circ \quad \circ \circ$$

$$SSB = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (\bar{Y}_j - \bar{Y}_{..})^2$$

$$SSAB^* = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \hat{\lambda}^2 (\bar{Y}_i - \bar{Y}_{..})^2 (\bar{Y}_j - \bar{Y}_{..})^2$$

$$SSE^* = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \hat{\epsilon}_{ij}^2$$

, todo esto con la Ec. 10.

$$SE = \frac{s}{\sqrt{N}} \quad Ec. 10$$

Donde *SE*: Error estándar, *s*: Desviación estándar de la muestra y *N*: Número de observaciones de la muestra.