

ESTUDIO DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE ACETATO DE ETILO VÍA DESTILACIÓN REACTIVA

Jorge Rivera Elorza

*Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
Instituto Politécnico Nacional*
riej123204@yahoo.com.mx

Ivonne Yesenia Hernández González

*Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
Instituto Politécnico Nacional*
ivonneyeseniahg@yahoo.com.mx

Juan Luis Del Rio Segovia

*Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
Instituto Politécnico Nacional*
jl.del.rio@hotmail.com

Resumen

El conocimiento de la destilación como un proceso de separación, así como de su clasificación con base a la forma de operar, es de gran importancia por su gran aplicación industrial. Por lo que en el presente trabajo se explicará con mayor detalle, a la destilación reactiva (DR) utilizando como ejemplo, la obtención de acetato de etilo como producto principal, con la finalidad de lograr la mejor comprensión del tema. Cabe mencionar que la investigación que se presenta es parte de un proyecto para desarrollar un prototipo a nivel laboratorio para la obtención del acetato de etilo en una sola etapa.

Palabras clave: Destilación reactiva por lotes, destilación reactiva empacada, destilación reactiva (DR).

Como ya se mencionó en un artículo anterior, la destilación reactiva (DR) es una tecnología que se empezó a comercializar en 1980 (Kulprathipanja, 2001). En dicho proceso lleva a cabo una reacción química y una separación en un mismo mecanismo. El equipo utilizado para tal fin puede ser una

columna de destilación convencional, sin embargo, para reacciones catalizadas heterogéneamente en la zona de reacción el catalizador se moldea con un polímero afín y es colocado en las paredes de las bajantes del líquido de dicha zona, en los platos de esta o bien como un empaque (zona de reacción

empacada), mientras que para reacciones catalizadas homogéneamente se alimenta a la columna a las condiciones dadas.

En la aplicación de la DR se pueden obtener diferentes ventajas comparado con un sistema convencional reactor-destilación (Kulprathipanja, 2001), como pueden ser:

Volatilidad.- Debido a que en el proceso de destilación reactiva se requiere que los productos formados sean removidos para aumentar la conversión de la reacción, es importante que los reactivos y productos tengan volatilidades adecuadas para mantener altas concentraciones de reactivos y bajas concentraciones de productos en la zona de reacción.

Tiempo de residencia.- Para reacciones con tiempo de residencia largo, se necesitara una columna demasiado grande, por lo tanto podría ser más económico usar el arreglo convencional reactor-separador.

Planta a escala. Debido a los problemas de distribución de líquidos en una columna es difícil diseñar procesos de destilación reactiva para flujos grandes.

Condiciones de proceso.- En algunos procesos las condiciones óptimas de temperatura y presión para una destilación pueden estar muy lejos de las condiciones necesarias para llevar a cabo la reacción y viceversa, por lo tanto es necesario conocer datos sobre las condiciones de operación del proceso en estudio.

Otras ventajas pueden ser: la eliminación en la limitación del equilibrio químico de la reacción, conseguir altas selectividades, la utilización del calor de reacción para destilar, evitar el uso de solventes para extracción y una separación con mayor facilidad para mezclas

azeotrópicas o con componentes de puntos de ebullición cercanos (Sundmacher, 2003). En la figura 1 (Sundmacher, 2003) se muestra el desarrollo, investigación y modelado acerca de la DR y su incremento a lo largo de los años, esto debido a su gran éxito.

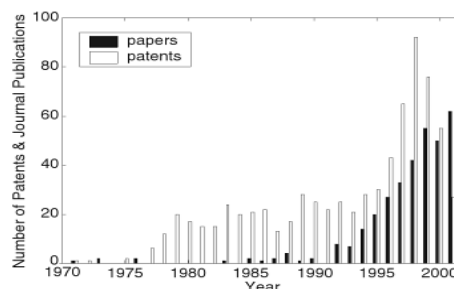


Figura 1.- Publicaciones de Journal sobre destilación reactiva y catalítica en la últimas tres décadas del siglo XX (Sundmacher, 2003).

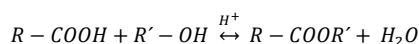
Hoy en día las aplicaciones más destacadas de la DR a nivel industrial son la esterificación y la eterificación, debido a que estas reacciones están limitadas por su equilibrio químico. En la producción de los acetatos se encuentran el de metilo y butilo utilizados como solventes y/o removedores de pinturas, lacas y barnices (Konakom, 2010), en la producción de éteres se encuentran el Metil-Ter-Butil-Eter, Ter-Amil-Metil-Eter y Etil-Ter-Butil-Eter (MTBE, TAME y ETBE respectivamente) utilizados como componentes en combustibles debido a sus propiedades antiexplosivas (Sundmacher, 2003).

En este artículo se estudiará la reacción de esterificación para la obtención de acetato de etilo vía destilación reactiva, así como reactivos empleados, mecanismo de reacción y tipo de catalizador empleado en cada caso.

En la industria de los solventes el acetato de etilo es necesariamente requerido con mínimo de pureza del 85% en mol, sin embargo, se ha reportado la obtención con un

máximo de pureza del 52% en un reactor batch (Konacom, 2010).

Esterificación de Fisher: La esterificación de Fischer es una reacción directa de un ácido carboxílico con un alcohol primario o secundario catalizada por un ácido concentrado.



Donde:

R: Radical alquilo.

-COOH: Grupo funcional carboxilo.

-OH: Grupo funcional hidróxilo.

-COOR: Grupo funcional característico que contiene un éster.

H⁺: Ácido sulfúrico o ácido clorhídrico.

H₂O: Agua.

Para llevar a cabo este tipo de reacción se adiciona un exceso de alcohol para favorecer el desplazamiento del equilibrio hacia el éster. La esterificación de Fisher es especialmente adecuada cuando el alcohol usado como disolvente es barato o volátil (Durst, 1985). En la figura 2 se muestra el mecanismo de reacción de la esterificación de Fisher.

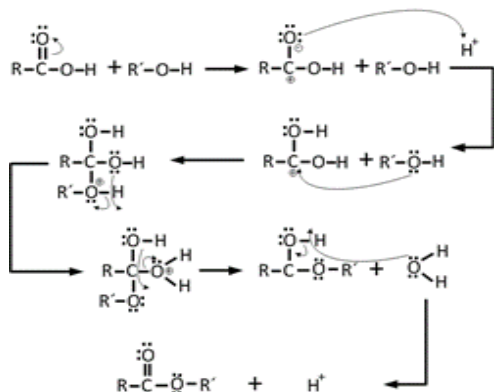
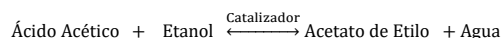
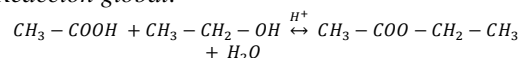


Figura 2. Mecanismo de reacción de la esterificación de Fisher.

Obtención de acetato de etilo: El acetato de etilo se puede obtener mediante la

esterificación de ácido acético y etanol utilizando como catalizador un ácido concentrado como ácido sulfúrico o ácido clorhídrico. La representación molecular de reactivos, del catalizador y de los productos se muestra en las figuras 4, 5, 6, 7 y 8.

Reacción global:



En la figura 3 se muestra el mecanismo de reacción de la obtención de acetato de etilo por la esterificación de Fisher.

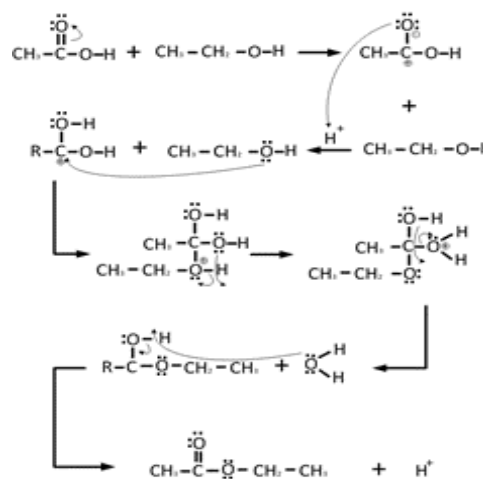


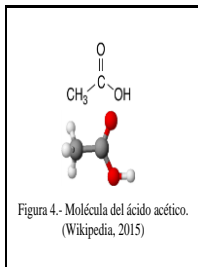
Figura 3. Mecanismo de reacción de la obtención de acetato de etilo.

Propiedades de los reactivos.

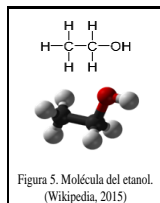
Propiedades físicas y químicas del ácido acético (Arrazola, 2010).

Ácido acético glacial

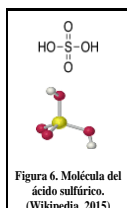
Estado físico y color:	Líquido incoloro higroscópico.
Peso molecular:	60.05 g/mol
Punto de ebullición:	117.9 °C
Punto de fusión:	16.6 °C
Densidad:	1.05 g/ml
Solubilidad en agua:	Muy soluble.
Toxicidad:	Por ingestión, inhalación y explosión irrita los ojos.

**Propiedades físicas y químicas del etanol** (Arrazola, 2010).

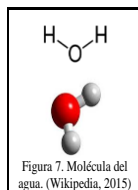
Etanol	
Estado físico y color:	Líquido incoloro.
Peso molecular:	46.07 g/mol
Punto de ebullición:	78.5 °C
Punto de fusión:	-----
Densidad:	0.816 g/ml
Solubilidad en agua:	Soluble.
Toxicidad:	Por ingestión e inhalación.

**Propiedades del catalizador.****Propiedades físicas y químicas del ácido sulfúrico** (Arrazola, 2010).

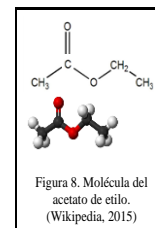
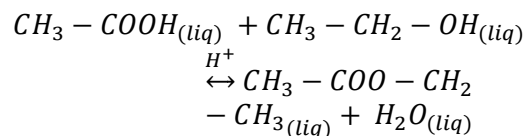
Ácido sulfúrico	
Estado físico y color:	Líquido viscoso incoloro o ligeramente amarillento.
Peso molecular:	98.08 g/mol
Punto de ebullición:	338 °C
Punto de fusión:	11 °C
Densidad:	1.841 g/ml
Solubilidad en agua:	Muy soluble.
Toxicidad:	Muy tóxico por ingestión, inhalación y contacto.

**Propiedades de los productos.****Propiedades físicas y químicas del agua** (Arrazola, 2010).

Agua	
Estado físico y color:	Líquido incoloro.
Peso molecular:	18.01 g/mol
Punto de ebullición:	93 °C
Punto de fusión:	0 °C
Densidad:	1 g/ml
Solubilidad en agua:	-----
Toxicidad:	No es tóxica

**Propiedades físicas y químicas del acetato de etilo** (Windholz, 1976).

Acetato de etilo	
Estado físico y color:	Líquido transparente incoloro, con olor a frutos.
Peso molecular:	88.1 g/mol
Punto de ebullición:	77 °C
Punto de fusión:	-83 °C
Densidad:	0.9 g/ml
Solubilidad en agua:	Soluble.
Toxicidad:	Por ingestión, inhalación, por contacto en piel y ojos.

**Estequiometría.**

Como se observa en la ecuación química de reacción a estudiar, se trata de una reacción equimolar, es decir, por cada mol de ácido acético que reacciona con un mol de etanol obtendremos como productos un mol de acetato de etilo y un mol de agua, para el caso del 100% de conversión como se muestra en la tabla 1, utilizando una base de cálculo de 14 ml de ácido acético.

Tabla 1. Estequiometría de la reacción (100% de conversión).

Sustancia	Entra			Sale		
	Moles [gmol]	Masa [g]	Volumen [ml]	Moles [gmol]	Masa [g]	Volumen [ml]
Ácido acético	0.2448	14.7	14	0	0	0
Etanol	0.2448	11.28	13.82	0	0	0
Agua	0	0	0	0.2448	4.41	4.41
Acetato de Etilo	0	0	0	0.2448	21.57	23.97

Proceso de obtención de acetato de etilo vía destilación reactiva por lotes.

La producción de acetato de etilo utilizando como materias primas ácido acético y etanol vía destilación reactiva por lotes, como se muestra en la figura 9, se llevó a cabo en 10

etapas; siendo la primera el condensador y la décima el rehervidor total.

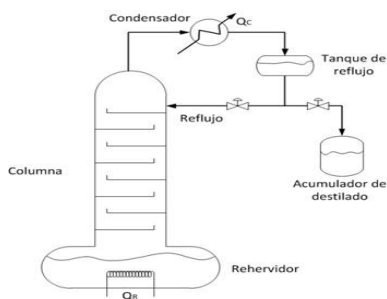


Figura 9. Esquema de destilación reactiva por lotes para la producción de acetato de etilo (Konakom, 2010).

Se propuso la producción de acetato de etilo de grado industrial con una pureza del 90% con un tiempo de operación de 8 horas y 50 MJ/hr (50 Mega-Joules por hora) de calor en el rehervidor (Konakom, 2010).

Especificaciones de la columna. (Konakom, 2010).

-Sistema: ácido acético, etanol, acetato de etilo y agua.

-Total alimentado: 5 Kmol.

-Composición en la alimentación: 0.45 mol de ácido acético, 0.45 mol de etanol, 0 mol de acetato de etilo y 0.1 mol de agua.

-Reflujo: 0.1 Kmol.

-Presión: 1.013 bar.

Producción de acetato de etilo basada en la tecnología de destilación reactiva empacada. (Khalil, 2008).

La producción de acetato de etilo se llevó a cabo a escala laboratorio usando tres tipos de catalizadores sólidos (resinas); Zerolit-225, Zerolit-226 and Amberlite-IRC-50. Para los tres tipos de catalizadores se utiliza un calor en el rehervidor de 200 Watts, velocidad de flujo de ácido acético de 0.0167 mol/min (0.96 ml/min), una altura de empaque de 15 cm.

Antes del comienzo de la operación el rehervidor es llenado con 6.8504 mol (387 ml) de etanol y se somete a evaporación hasta llenar completamente la columna con vapor. Se alimenta el ácido acético por la parte superior de la zona de reacción (empaque), como se muestra en la figura 10. La operación fue realizada a reflujo total tomando muestras en el condensador y en el rehervidor cada 30 minutos y analizadas con cromatografía de gases GC, obteniendo el mejor resultado con composición de 75% mol de acetato de etilo para el catalizador Zerolit 225 en un tiempo de operación de 240 minutos.

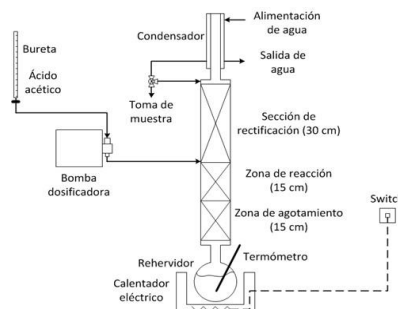


Figura 10. Esquema de destilación reactiva para la producción de acetato de etilo a escala laboratorio. (Khalil, 2008).

La producción de acetato de etilo se lleva a cabo a escala planta piloto construida con efectos de estudio de parámetros como: velocidad del flujo de ácido acético y la distribución de la temperatura a lo largo de la columna.

En la operación se utiliza el catalizador Zerolit 225, debido a que mostró los mejores resultados en la operación a escala laboratorio y un calor de 450 Watts de calor en el rehervidor. Antes del comienzo de la operación, el rehervidor se llena con 17.126 mol de etanol (967 ml) y se evapora hasta llenar completamente la columna con vapor. Se alimenta el ácido acético, como se muestra

en la figura 11, por la parte superior de la zona de reacción (empaquet) a tres diferentes velocidades de flujo: 0.041, 0.082, y 0.163 mol/min (2.34, 4.68 y 9.32 ml/min, respectivamente). La operación fue realizada a reflujo total tomando muestras en el condensador y en el rehervidor cada 60 minutos y analizadas con cromatografía de gases GC, obteniendo el mejor resultado con composición de 82% mol de acetato de etilo para la velocidad de flujo de ácido acético de 0.163 mol/min (9.32ml/min) en un tiempo de operación de 240 minutos.

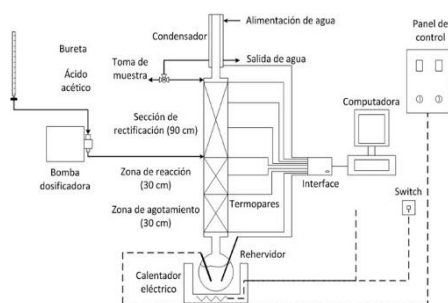


Figura 11. Esquema de destilación reactiva para la producción de acetato de etilo a escala planta piloto. (Khalil, 2008).

Conclusiones.

Con base a lo expuesto anteriormente, podemos decir que la destilación reactiva tiende a ser uno de los procedimientos de separación de mayor relevancia en las últimas décadas desde su aparición comercial en 1980, mostrando diversas aplicaciones y ventajas que posiblemente sean desarrolladas para mejorar su capacidad de operación y dada la notabilidad de este tema, es importante crear mayor difusión del mismo; objetivo que se ha comenzado a cumplir con la realización de este trabajo. Cabe mencionar que en artículos posteriores se presenta el desarrollo de un prototipo a nivel laboratorio para la obtención del acetato de etilo en una sola etapa.

Referencias.

- Arrazola, F., Ávila, J., Flores, R., Gómez, C., Hernández, S. y Hernández, H. (2010). *Química orgánica experimental a escala semi-micro y fundamentos de la espectroscopia*. México: Instituto Politécnico Nacional. (pp. 393, 394 y 400)
- Durst, Dupont. y Gokel, George. (1ªed). (1985). *Química orgánica experimental*. España: Editorial. Reverte. (pp. 209).
- Khalil, F. (2008). *Production of Ethyl acetate by Reactive Distillation*. University of Technology. (pp. 14, 46-50).
- Konakom, K., Saengchan, A., Kittisupakorn, P. y Mujtaba, I. (2010). *High Purity Ethyl Acetate Production with a Batch Reactive Distillation Column using Dynamic Optimization Strategy*. USA. Proceedings of the World Congress on Engineering and Computer Science. (Vol II)
- Kulprathipanja, S. (2001). *Reactive separation processes*. New York: CRC Press. (pp. 18-20).
- Sundmacher, K. y Klenle, A. (1ª ed). (2003). *Reactive distillation status and future directions*. Alemania: Wiley-VCH. (pp. XI-XIII).
- Windholz, M., Budari, S., Stroumstos, L. y Norther, M. (9a ed). (1976) *The Merck Index an encyclopedia of chemicals and drugs* U.S.A.: Merck and CO., inc. (pp. 1294).