

PROTOTIPO DESARROLLADO EN LOS LABORATORIOS PESADOS DE LA ESIQIE-IPN, PARA LA OBTENCIÓN DE ACETATO DE ETILO EN UN SOLO EQUIPO

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

En el presente trabajo se describe al prototipo desarrollado para la obtención de acetato de etilo en un solo equipo, es decir, efectuando la reacción y la destilación al mismo tiempo, empleando una columna empacada semi-batch. El experimento fue realizado en el laboratorio de Operaciones Unitarias de la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, permitiendo obtener notables mejorías con respecto a la metodología convencional, las cuales son documentadas con los resultados obtenidos y la descripción del procedimiento utilizado.

Palabras clave: Destilación reactiva por lotes, destilación reactiva empacada, destilación reactiva (DR), reacción del etanol y ácido acético, obtención de acetato de etilo.

La obtención de acetato de etilo en un solo paso tiene la finalidad de utilizar un solo equipo para la etapa de reacción, así como la etapa de destilación. El punto de partida para dicho fin consistió en realizar la reacción y la destilación en tiempos diferentes, esto con la

finalidad de conocer en cada etapa su comportamiento y sus condiciones de operación.

Cabe mencionar que para fines de análisis, el destilado obtenido requirió de una purificación la cual consiste en: una

neutralización con solución de bicarbonato de sodio saturada (eliminación de ácido acético y/o ácido sulfúrico), un lavado (eliminación de residuos de bicarbonato de sodio) y la extracción de agua por medio de sulfato de magnesio anhidro.

Una vez conocida la reacción con una metodología convencional, se procede a realizar la experimentación juntando la reacción y la destilación en un equipo, sin la necesidad de desmontar en cada etapa. El material de vidrio utilizado para la obtención de acetato de etilo en un solo mecanismo se describe en la tabla uno.

Tabla 1. Material de vidrio utilizado para la obtención de acetato de etilo en un solo equipo.

Cantidad	Equipo	Capacidad
1	Matraz de fondo redondo	250 ml
1	Matraz de fondo plano	250 ml
1	Refrigerante para empaçar	30 cm
1	Refrigerante para destilar	15 cm
3	Vaso de precipitados	500,400 y 300 ml
1	Probeta	50 ml
1	Bureta	30 ml
2	Pipeta	10 ml
1	Embudo de separación	200 ml
1	Embudo de filtración	75 ml
5	Perlas de ebullición	-----
Varios	Anillos tipo Rashing	10x10 mm

En la tabla dos se describen los equipos utilizados en la obtención de acetato de etilo en un solo mecanismo.

Tabla 2. Equipo utilizado para la obtención de acetato de etilo en un solo mecanismo.

Equipo	Capacidad (Rango)
Plancha de calentamiento	5-540°C
Refractómetro	1.30-1.71

Balanza analítica	420 g
-------------------	-------

En la tabla 3 se describen los reactivos principales utilizados en la obtención de acetato de etilo en un solo mecanismo.

Tabla 3. Reactivos empleados para la obtención de acetato de etilo en un solo mecanismo.

Reactivo	Cantidad	Pureza
Ácido acético glacial	1000 ml	99.8%
Ácido sulfúrico	1000 ml	96.2%
Etolol	1000 ml	96%
Bicarbonato de sodio	500 g	95-99%
Cloruro de calcio	500 g	95-99%
Sulfato de magnesio anhidro	250 g	99%
Acetato de etilo	500 ml	95-99%

Metodología.

Se utilizó como base de cálculo 14 ml de ácido acético glacial y 20 ml de etanol (exceso del 32.8% en mol).

Se cargaron en el matraz redondo (reactor) 14 ml de ácido acético, 20 ml de etanol y 1.5 ml de ácido sulfúrico, sin embargo, se consideran las variaciones que se realizaron en cada uno de los experimentos, también se tomó en cuenta que se trata de un solo equipo y no existe la necesidad de modificar el sistema entre la etapa de reacción y destilación.

Se realizaron diversos experimentos, en cada uno de ellos se efectuaban diferentes cambios en la operación para lograr la obtención de acetato de etilo en un solo paso. Con las diferentes pruebas que se realizaron se obtuvo la más óptima; la cual se presenta.

Descripción del prototipo final y sus resultados.

Se llevó a cabo en el equipo como el que se muestra en el figura 1 y 2, con el fin de obtener acetato de etilo en un solo equipo en el cual se lleva a cabo una reacción química y una separación por destilación al mismo tiempo, esta operación consistió en alimentar una primera carga y hacerla reaccionar con calentamiento a baño maría y enfriamiento con reflujo durante 30 minutos e inmediatamente después de haber transcurrido el tiempo de reacción se alimentó directamente a la caldera el siguiente lote gota a gota y se cambió el enfriamiento del refrigerante de reflujo por el del condensador del destilado manteniéndolo así durante el resto de la operación (cinco cargas mas). Las cargas para cada una de las operaciones contienen 14 ml de ácido acético, 20 ml de etanol y 1.5 ml de ácido sulfúrico. Cada carga se preparó aproximadamente un minuto antes de que terminara la alimentación en curso.



Figura 1. Mecanismo de columna empacada (25 cm), semi-batch.

Durante la experimentación se monitoreó la temperatura cada cinco minutos, en la tabla 4 se presenta el comportamiento de la temperatura del líquido con respecto al tiempo de operación para la destilación reactiva semi-batch, registrados en el experimento.

Tabla 4. Comportamiento de la temperatura del líquido con respecto al tiempo de operación para la destilación reactiva semi-batch, registrados en el experimento.

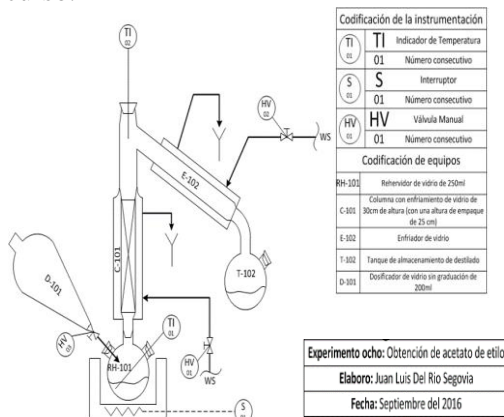


Figura 2. Presenta el diagrama del mecanismo de columna empacada (25 cm), semi-batch.

Carga 1. Reacción con enfriamiento a reflujo		
Tiempo de operación [min]	Temperatura del líquido (rehervidor) [°C]	Temperatura del vapor (domo) [°C]
0	20	19
5	69	20
10	69	20
15	69	20
20	69	21
25	69	21
30	69	21
Sistema semi-batch		
Carga 2		
0	69	21
3	70	21
6	70	22
9	70	22
12	70	23
15	71	62
18	71	62
Carga 3		
21	71	63
24	71	62
27	72	63
30	72	62
33	72	61
36	72	61

Carga 4		
39	72	62
42	73	60
45	72	60
48	73	62
51	74	62
54	74	62
Carga 5		
57	75	62
60	75	62
63	77	62
66	78	62

Tabla 4. (continuación)		
Tiempo de operación [min]	Temperatura del líquido (rehervidor) [°C]	Temperatura del vapor (domo) [°C]
Carga 6		
69	77	62
72	76	62
75	77	62
78	78	62
81	79	62
84	80	59
87	80	52
90	81	48

Al final de la operación se tiene:

I.R. @23°C del destilado (antes de la purificación) = 1.3696 (muestra a los 18 minutos del sistema semi-batch)

I.R. @23°C del destilado (antes de la purificación) = 1.3696 (final de la operación)

Después de la purificación se tienen los resultados que se muestran en la tabla 5.

Tabla 5. Índice de refracción y densidad del acetato de etilo obtenido en el experimento ocho.

Sustancia	I.R. @23°C	Densidad @23°C [g/ml]
Acetato de etilo obtenido (después de la purificación)	1.3710	0.8856
Acetato de etilo comercial	1.3709	0.893
Acetato de etilo bibliográfico [99.5% min] (Karal, 2013)	1.3710 - 1.3740	0.9

Se obtuvo un volumen de 104 ml de acetato de etilo ($\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$), con una conversión del 69.36 %.

Conclusiones.

De acuerdo a los valores obtenidos de índice de refracción, se concluye que la muestra del destilado a los 18 minutos y la muestra final arrojaron el mismo resultado, esto quiere decir que no existe variación en la pureza con la que se obtiene el acetato de etilo en dicho destilado, por lo tanto, es viable, experimentalmente, obtener acetato de etilo en un solo equipo de una manera semi-batch, en el cual se llevó a cabo la reacción química y la separación por destilación, obteniéndose una conversión de 69.36%. Además, es posible disminuir el tiempo de operación en la obtención de dicho producto, debido a que para obtener 70ml de acetato de etilo de una forma convencional transcurrieron 205 minutos (resultados obtenidos en una experimentación previa), mientras que, para obtener 104ml de acetato de etilo en el sistema semi-batch propuesto transcurrieron 120 minutos.

Referencias.

Del Rio, J. (2016). Propuesta de la obtención de acetato de etilo, utilizando un solo equipo para la reacción química y la separación por destilación, a partir de ácido acético y etanol (tesis de licenciatura). ESQIE-IPN, Ciudad de México.

Karal S.A. de C.V. (2013). [Catálogo Karal]. Recuperado el 12 de Octubre del 2015, de



http://www.karal.com.mx/docs/Karal_Catalogo.pdf

Poling, B., Prusnitz, J. y O'Connell, J. (5^a ed). (2011). *The properties of gases and liquids*. New York: Mc Graw Hill.