



Simulación de la separación de la 3 metil-piridina en una columna de destilación Batch utilizando Aspen

Hernández Galván Miguel Ángel, Ramos Mendoza Jesús Arturo, Contreras Larios José Luis

Universidad Autónoma Metropolitana, Departamento de Energía. Av. San Pablo No. 180, Azcapotzalco, Ciudad de México. C.P. 02200. México.

*Autor para correspondencia: mnhg@azc.uam.mx

Recibido:

17/julio/2019

Aceptado:

24/agosto/2019

Palabras clave:

Destilación Batch,
3-metilpiridina, ASPEN

Keywords:

Batch distillation,
3-methylpyridine, ASPEN

RESUMEN

La destilación sigue siendo el proceso de separación más utilizado para la separación de los componentes de una mezcla, cuando los componentes presentan diferencia en sus puntos de ebullición. Durante el proceso, una fase líquida se pone en contacto con una fase vapor, produciéndose una transferencia de masa entre ambas fases, con el efecto, de que en el destilado se concentran los componentes más volátiles, en este caso la Piridina, mientras que en el residuo los menos volátiles, la 3-metilpiridina. En el presente trabajo muestran resultados de las condiciones de operación que permitieron separar la mezcla piridina-3 metilpiridina y obtener una pureza mayor al 98% de la 3-metilpiridina en una columna de destilación batch.

ABSTRACT

Distillation is the separation process most used for the separation of the components of a mixture, when the components present difference in their boiling points. During the process, a liquid phase is brought into contact with a vapor phase, producing a mass transfer between both phases, with the effect that the most volatile component is concentrated in the distillate, in this case the pyridine, while in the waste is the less volatile, 3-methylpyridine. In the present work examine the operation conditions that allow to separate the pyridine-3 methylpyridine mixture and obtain a purity higher than 98% of the 3-methylpyridine in a batch distillation column.

Introducción

La vitamina B3 pertenece al conjunto de vitaminas hidrosolubles del grupo B, y la podemos encontrar en las formas de ácido nicotínico (niacina), niacinamida y hexaniacinato de inositol. Estas sustancias son utilizadas por el cuerpo para formar las coenzimas que degradan los carbohidratos, las grasas, las proteínas y los alcoholes y sintetizan los ácidos grasos y el colesterol (Nutrition Harrison Sport, 2019). Por ende, esta vitamina es útil en la producción y utilización de la energía a nivel celular, además, su falta en el organismo produce enfermedades como la Pelagra. La Niacinamida o Vitamina B3 se obtiene al final de un tren de procesos catalíticos que consiste en obtener a partir de Glicerina, la Acroleína, luego entre la Acroleína y Amoníaco se obtiene la 3-Metilpiridina (Zhang et al., 2014; Zhang et al., 2016; Luo et al., 2015), ésta se oxida con aire para obtener Ácido Nicotínico (Gulyamova et al. (2006) y Vorobyev et al. (2017)) y finalmente se obtiene Niacinamida por neutralización de este ácido con Amoníaco (Mendez, 2011).

La 3-metilpiridina es un líquido incoloro de olor desagradable, presenta en su estructura un heterociclo de seis eslabones, y tiene un carácter aromático; le sigue en importancia a la quinoleína debido a que se encuentra presente en numerosos alcaloides y fármacos de diversos usos (Wilber, s.f.). La 3-metilpiridina o β -picolina, es un aromático de la familia de las alquil piridinas, además de formar parte de una numerosa cantidad de compuestos de tipo orgánico conocido en la actualidad, para los que se posee una variedad de métodos reportados para su producción tanto a nivel laboratorio como a nivel industrial. Las bases del tipo de piridina, son las más importantes de la familia de compuestos heterocíclicos en términos de sus derivados encontrando un amplio uso en la industria farmacéutica, en la agricultura y la industria alimenticia.

Se ha demostrado que la 3-metilpiridina se puede obtenerse a partir de NH_3 y vapores de aldehídos/cetona sobre catalizadores sólidos-ácidos. Los fabricantes emplean diversos precursores conteniendo grupos carbonilo, por ejemplo: acetaldehído, formaldehído, acroleína y acetona, utilizando catalizadores basados en zeolitas en reactores de lecho fijo y de lecho fluidizado, con el fin de producir piridina y alquilpiridinas (García y Gómez, 2014).

La mezcla Piridina - 3-Metilpiridina es producto de la reacción entre Acroleína y Amoníaco en relaciones 2:1, obteniendo rendimientos de 40 - 50%, presentándose en un tren intermedio de reacciones que tiene como objetivo central la producción de Niacinamida. En un trabajo previo (Ramirez, 2015) se llevó a cabo experimentalmente la separación de la 3-metilpiridina o

3 picolina empleando una columna de destilación batch. La destilación de la 3-picolina es muy parecida a la de la 2 picolina, sin embargo, la 3-picolina comúnmente viene acompañada de 4-metilpiridina y 2,6 lutidina las cuales no pueden ser separadas de la misma forma. Para remover la 2,6 lutidina es necesario tratar la mezcla con úrea y luego destilar con ácido acético (Armarego & Chai, 2009). En procesos industriales, la mezcla de 2-metilpiridina y agua puede separarse mediante una destilación azeotrópica heterogénea usando benceno para el arrastre de la mezcla (Jingxing et al., 2018).

El objetivo de este trabajo es determinar las condiciones de operación que permitan obtener 3 metilpiridina con una pureza mayor al 98% peso, en una columna de destilación batch a partir de la mezcla binaria piridina-3 metilpiridina, partiendo de la información del trabajo experimental realizado por Ramírez (2015). Para esto se utilizó el Batch Modeler de la herramienta de simulación de Aspen Tech que nos permite predecir el comportamiento físico, químico y termodinámico de un proceso, a partir del diseño y la selección de los modelos termodinámicos apropiados, los cuales se seleccionan según el tipo de componentes y condiciones de operación; además el simulador de Aspen permite realizar otros tipos de actividades, como la estimación de propiedades físico-químicas de sustancias puras y mezclas, la validación de datos de planta con la simulación, optimización del proceso, análisis de costos, entre otros (Aspen Engineering, 2014).

Metodología

En el trabajo realizado por Ramírez (2015), la experimentación se llevó a cabo en el laboratorio de catálisis, ubicado en el edificio "O", planta baja, de la Universidad Autónoma Metropolitana - Azcapotzalco. La información toxicológica de los compuestos piridina y 3-metilpiridina, se reporta que son compuestos fácilmente inflamables y nocivos para la salud, por lo que se tomaron las precauciones necesarias para el manejo y operación de la columna batch, para evitar algún daño o prevenir accidentes en el personal del laboratorio presente durante la experimentación. La ubicación de la columna se realizó a una distancia de aproximadamente de 2 metros de la puerta trasera del laboratorio, que durante la experimentación permaneció abierta para una fácil eliminación de un posible escape de los compuestos, esta puerta tiene acceso a un jardín por el que no circula gente. Se realizaron pruebas con la mínima cantidad de sustancia en una columna vigreux, se seleccionó una mantilla de calentamiento de fibra de vidrio para colocar un matraz de fondo redondo, el matraz fue de tres bocas, una columna vigreux, un separador de reflujo, un condensador de serpentín, un matraz Erlenmeyer, tapones para juntas 24/40, dos termómetros y un indicador de presión. Derivado de los problemas

presentados en la experimentación, Ramirez reporta que tuvo que realizar cambios en el experimento como el condensador de serpentín por uno de rosario (Figura 1), añadió una trampa de vapor con alúmina y carbón activado en proporción 1:3 respectivamente. Y por último cambió la columna vigreux por una columna de vidrio empacada de anillos rashing y optó por disminuir la temperatura del condensador a -5°C , para tener un mejor control de los vapores de Piridina.

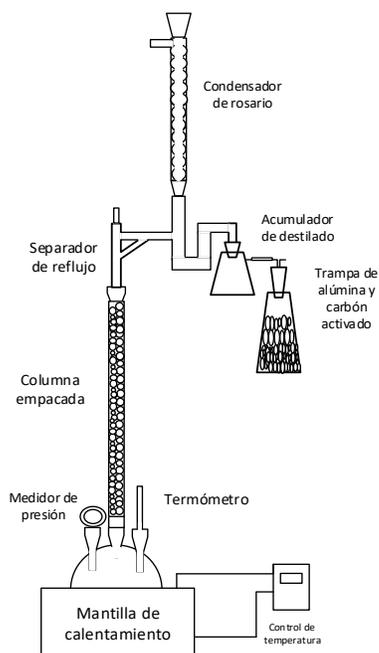


Figura 1. Diagrama de la columna de destilación batch.

Procedimiento experimental

Antes de llevar a cabo la separación de la mezcla piridina-3metilpiridina, Ramirez optó por separar una mezcla conocida que no presentara ningún riesgo, como lo es la mezcla etanol - agua, comenzando con 20 gramos de mezcla con una composición del 50% en peso y fue añadiendo 10 gr en cada prueba hasta observar que el líquido se distribuía a lo largo de la columna, esto se alcanzó con cantidad de 40 gramos y en lo sucesivo preparó 50 gramos de mezcla para asegurar la distribución del líquido en la columna.

Una vez que se logró la correcta operación de la columna de destilación batch con la mezcla etanol-agua, se llevó a cabo la separación de la mezcla Piridina - 3-metilpiridina para lo cual se preparó una mezcla de 50 gramos para operar la columna de destilación con una composición del 50% en peso. Las condiciones de operación de la columna batch fueron una presión de 0.769 atm y una temperatura de 130°C en la mantilla de calentamiento.

Después de operar la columna batch durante 1 hora de operación, se tomaron muestras del destilado y de los

fondos para analizarlos cromatográficamente. El análisis de composición de la mezcla se hizo en un cromatógrafo Gow Mac Serie 750 Flame Ionization Detector. Previamente se realizó la curva de calibración de la mezcla piridina-3 metil piridina. La curva de calibración del equipo Gow Mac se realizó ingresando al cromatógrafo un volumen conocido de gas de cada una de las sustancias puras, para obtener el área correspondiente a dicho volumen.

Simulación

Considerando el riesgo que presenta separar la mezcla piridina-3metilpiridina y las dificultades que se presentan en la experimentación, como fugas en la uniones del equipo, los problemas para el control de la temperatura, el control del reflujo de destilado o el obtener un flujo de destilado constante, es importante contar con un simulador de procesos que nos permita evaluar el efecto de las variables de operación en la separación de la 3-metilpiridina en columna de destilación batch, sin llevar a cabo tantos experimentos. En este trabajo se realiza un análisis del efecto de las variables de operación en una columna de destilación batch con el uso del simulador Aspen Plus empleando específicamente el módulo Aspen Batch Modeler, que nos permita aumentar la pureza de la 3 metilpiridina y lograr una alta recuperación.

En la tabla 1 se dan las propiedades físicas como son su punto de ebullición, densidad, presión de vapor y peso molecular de los componentes que forman parte de la mezcla.

Tabla 1. Propiedades físicas de los componentes de la mezcla.

Nombre común	Azina	3-picolina
Nombre IUPAC	Piridina	3-metilpiridina
CAS	110-86-1	108-99-6
MM (g/mol)	79.1	93.12
Formula	C ₅ H ₅ N	C ₆ H ₇ N
Densidad (g/cm ³)	0.98	0.96
P de fusión °C	-43	-18.3
P. de ebullición °C	115	143-144
Presión de vapor (Kpa)	2 (20 °C)	1.3 (25 °C)

Simulación en Aspen Batch modeler

El modelado y posterior simulación de la columna de destilación se realizó con el simulador Aspen Batch Modeler versión 8.8. Los datos que se ingresaron en la simulación corresponden a las condiciones de operación y parámetros obtenidos en la columna de destilación Batch.

En la literatura existe reportado el empleo del Batch Modeler para la separación una mezcla de cuatro componentes en donde se tienen componentes de volatilidades que permiten una fácil separación (Rolando, 2016). La mezcla piridina-3 metilpiridina tienen una volatilidad relativa promedio de 2.2, lo que representa una separación con un mayor grado de dificultad. A continuación, se detalla paso a paso las especificaciones que se dieron para poder realizar la simulación de la columna de destilación batch.

El primer paso: se definen los componentes y el modelo termodinámico a utilizar, que se obtiene a partir del simulador Aspen Plus en la opción "Aspen Properties", necesario para llevar a cabo la simulación de la columna batch, se probó con diferentes modelos termodinámicos y el primero que se considero es el modelo de solución de Wilson. El modelo de Wilson su aplicación industrial más extendida se halla en el ajuste de la información de equilibrio líquido-vapor multicomponente de sistemas no ideales, lo cual es de gran utilidad en operaciones de destilación y en general, de contacto líquido-vapor (Figura 2 y 3).

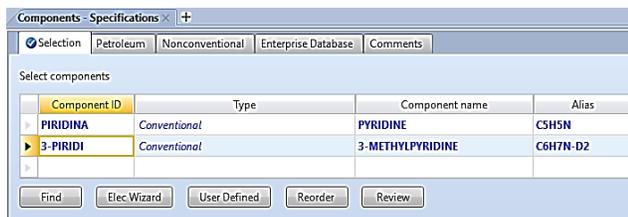


Figura 2. Ingreso de los componentes en "Aspen Properties".

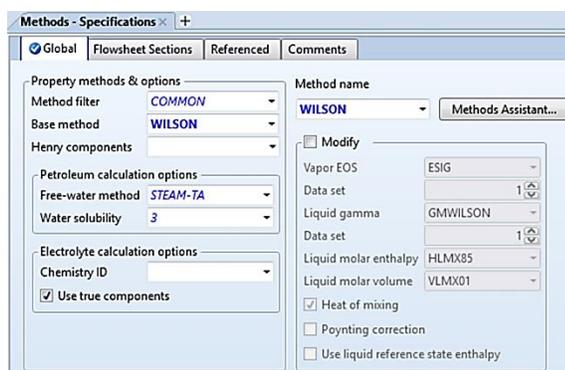


Figura 3. Selección del método termodinámico para la simulación.

El archivo que se generó en "Aspen Properties" se guarda bajo una extensión ".aprbkp" (de sus siglas en inglés "Aspen Properties Backup") y se utiliza en el módulo Aspen Batch Modeler para se ejecuten las subrutinas para la estimación de propiedades de la mezcla, durante el proceso de separación.

Una vez dentro del módulo Aspen Batch Modeler, en la primera carpeta "Species", se importa el archivo correspondiente de Aspen Properties (Figura 4).

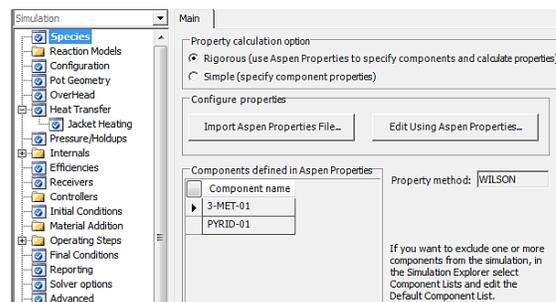


Figura 4. Carga de los componentes en "Aspen Batch Modeler".

Posteriormente se selecciona la opción configuración en donde se indica el número de etapas de la columna batch, seleccionando en este problema 5 platos y se indica que se cuenta con un recipiente esférico (Figura 5), donde se almacena la mezcla con un diámetro de cinco cm y con un volumen aproximadamente de 200 ml (Figura 6). Adicionalmente, en la casilla "Valid phases" se seleccionó la opción vapor-líquido, que permite simular los equilibrios de fase que se presentan durante el proceso de separación.

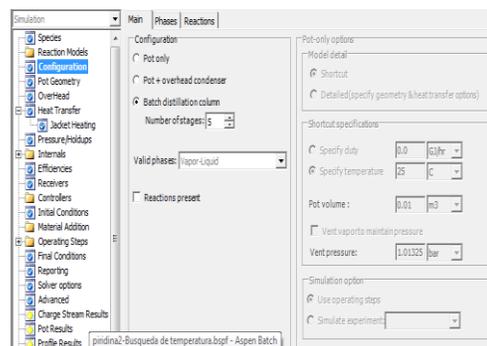


Figura 5. Configuración inicial de la torre de destilación batch.

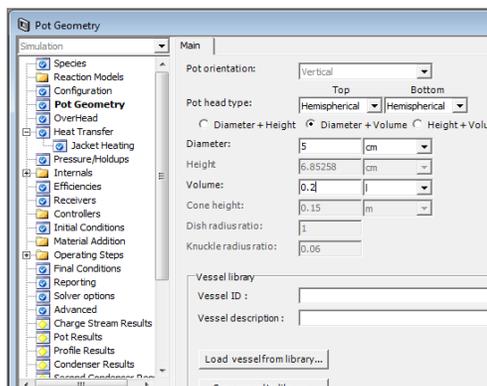


Figura 6. Tamaño y geometría de la torre.

Con esta selección, el módulo Batch Modeler de Aspen plus habilita las carpetas correspondientes para las opciones "Pot Geometry", "Over Head", "Heat Transfer" y "Pressure/ Holdups" donde se especificarán las condiciones en las que operará la columna. Se indica en la pestaña "Overhead" un condensador total, como se muestra en la figura 7. En la pestaña Reflux se indica que se obtendrán 0.5 gramos de destilado por minuto, como se indica en la figura 8.

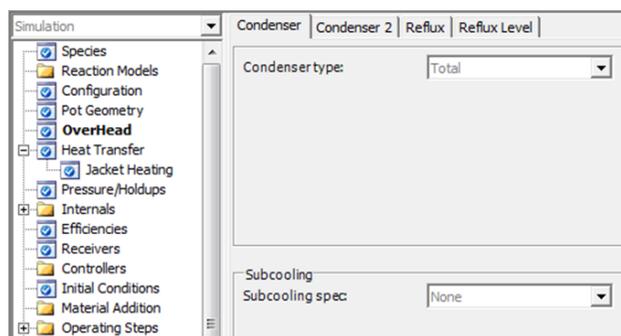


Figura 7. Selección del tipo de condensador.

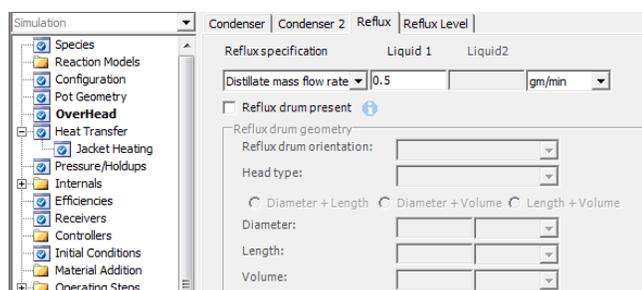


Figura 8. Flujo másico del destilado.

En la carpeta "Heat Transfer", se ingresan detalles del medio de calentamiento utilizado, se seleccionó la opción "Specified medium temperature", la cual modela el sistema de transferencia de calor cuando la temperatura del medio de calentamiento es constante, asignándose esta temperatura a 137OC, como se indica en la figura 9.

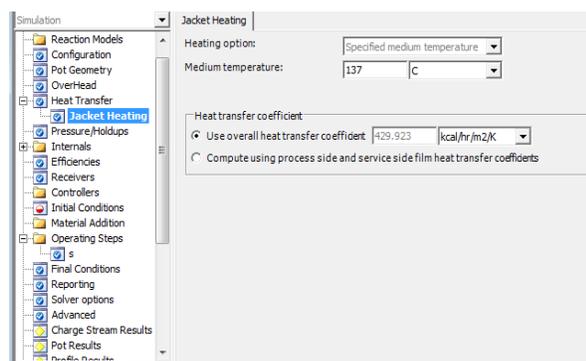


Figura 9. Calentamiento del fondo.

Finalmente, en la carpeta "Pressure/Holdups" se definió la presión de operación en el condensador (presión atmosférica en la ciudad de México), seleccionando la opción "Fixed" en el campo "Pressure profile and holdups" para indicar que la operación al interior de la columna se supone isobárica. También, se asumió una pérdida de 0.1 bar en la columna (Figura 10). En cuanto al "Holdup" en la figura 11, se indica una retención de líquido en la columna de .03 gramos por etapa, que representa el líquido que permanece en cada etapa.

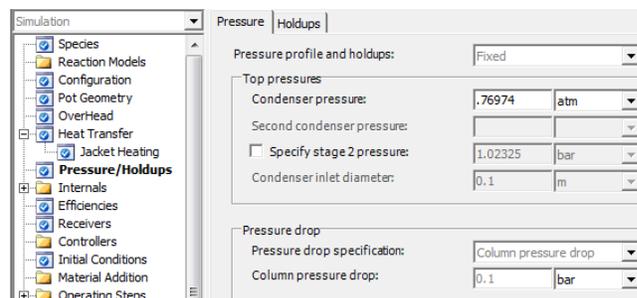


Figura 10. Valor de la presión y caída de presión en la columna.

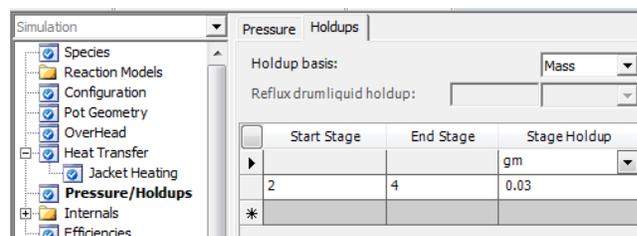


Figura 11. Retención de líquido a lo largo de la columna.

Para poner en marcha la simulación se deben especificar las condiciones iniciales en la torre, estas son la carga y el régimen en el que se inicia. Se eligió la opción "Total Reflux", donde se supone que la columna está en reflujo total al inicio de la operación Batch, la carga inicial de material se define en la pestaña "Initial Charge", esta será de 50 gramos con una composición de 50% en peso de piridina, como se muestra en las figuras 12 y 13.

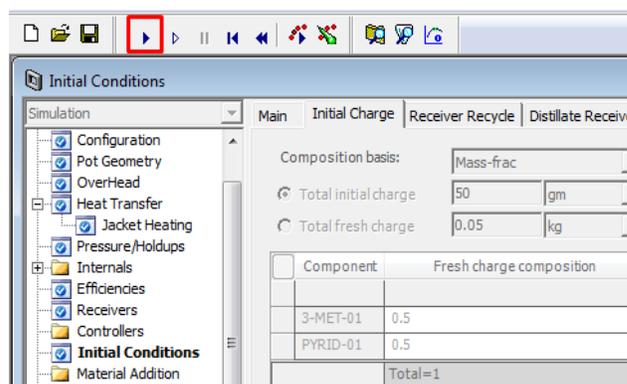


Figura 12. Carga inicial al inicio de la operación.

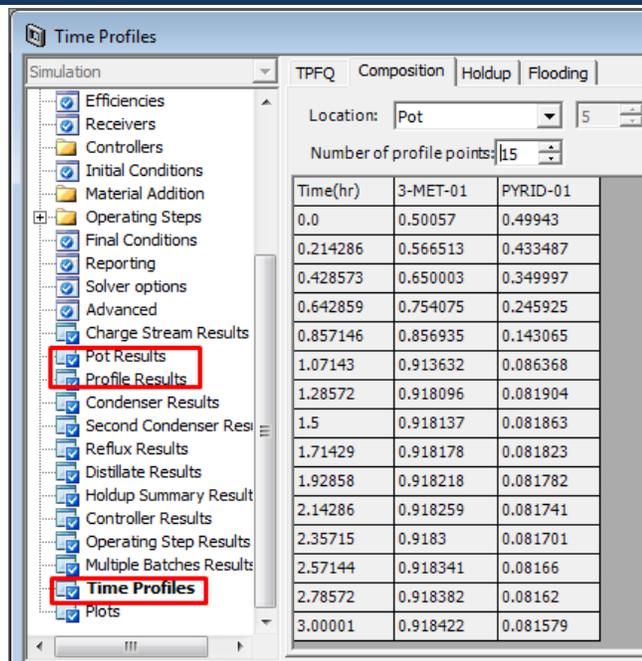


Figura 13. Resultados de la simulación.

Una vez que se termina de indicar las condiciones iniciales de operación se procede a realizar la simulación dando click en la opción “▶” que inicia el cálculo de la columna batch, mostrando en la ventana de mensajes si el proceso concluyo exitosamente o si faltan datos o con los datos proporcionados no concluye la simulación. Tras esto, se puede observar en la pestaña “Time profiles” (Figura 13) los perfiles en el tiempo de Temperatura, composición, retención e inundamiento en las distintas partes de la columna. Por otra parte en las pestañas “Pot results” y “Profile results”, se muestran los resultados en el tiempo fina de la simulación, en este caso se fijo a las 3 horas de operación.

Resultados y discusión

Los resultados de la primera simulación realizada con los datos especificados anteriormente, se logró obtener una pureza del 91.86% masa de 3 metilpiridina y 16.98 gramos en el fondo de la columna, con una recuperación del 62.4% de la 3-metilpiridina alimentada y en el destilado se obtienen 32.93 gramos con una pureza de 71.67% masa de piridina.

La recuperación del 62.4 % de 3 metilpiridina se alcanza en un tiempo de 1.1 hr de operación, para tiempos mayores el cambio en el porcentaje de recuperación es mínimo, así como el cambio de la pureza de la 3MP. El cambio en la pureza de la 3MP en el fondo de la columna se muestra en la figura 14 y se encuentra en la etapa 5 de la columna que representa el fondo de la columna de destilación batch. En la pestaña “time profiles” del simulador se obtiene la concentración de la 3MP en cada

una de las 5 etapas de la columna y con estos valores se generaron los perfiles de composición como función del tiempo en la siguiente figura 14.

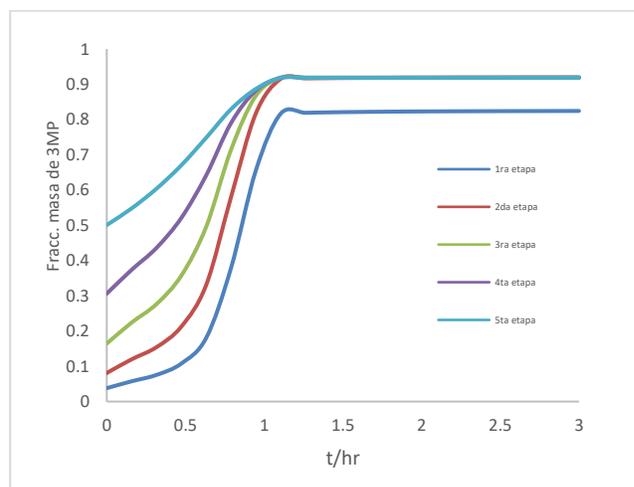


Figura 14. Perfil de concentración de la 3-metilpiridina (3MP) en las etapas de la torre en función del tiempo.

Una vez realizada la simulación tomando en cuenta las condiciones de operación de la columna utilizadas en el trabajo experimental (Ramírez, 2015), se procedió a llevar a cabo un análisis de sensibilidad del proceso.

Análisis de sensibilidad de la columna de separación batch para la separación de la 3 metilpiridina

En esta parte, despues de realizar la anterior simulación y con los resultados obtenidos, se procedio a analizar el efecto de la presión y la temperatura en la pureza de la 3 metilpiridina en el fondo de la columna y su porcentaje de recuperación. En primer lugar, se varió la temperatura promedio del rehervidor en un intervalo de 123 a 154°C, manteniendo una presión constante de 0.77 atm.

Sensibilización de la temperatura

El valor inferior de temperatura seleccionada se escogio debido a que a partir de esta temperatura a la presión de 0.77 atm se empieza a ver cambio en la composición de la 3 metilpiridina, por ejemplo a una temperatura de 120°C no se lleva a cabo la separación. En la tabla 2 se indica la pureza obtenida de la 3 metilpiridina y la cantidad en gramos de la 3MP a tres diferentes temperaturas 123,145 y 154°C. Como se observa en la temperatura de 123 °C la separación de los componentes es muy pobre, posteriormente a 145°C la pureza de la 3 metilpiridina alcanza un valor de 97.4% con una masa de 16.74 g de los 25 gr que se agregan inicialmente y finalmente a 154°C es la temperatura donde se logra obtener una pureza de 99% masa de la 3-metil piridina en el fondo.

Posteriormente se realizaron siete temperaturas más, para tener un total de 10 diferentes temperaturas en el intervalo de 123°C a 154°C, con estas simulaciones se procedió a graficar la pureza de la 3 metilpiridina y el porcentaje de recuperación en un intervalo de tiempo de cero a tres horas a una presión de 0.77 atmósferas. Estas graficas se presentan en las figuras 15 y 16.

Tabla 2. Fracciones de 3-metilpiridina(3MP) y peso en gramos del líquido en el fondo de la columna (W) como función del tiempo a 123,145 y 154°C.

Tiempo (hr)	T=123 °C		T= 145 °C		T=154 °C	
	3MP	W (g)	3MP	W (g)	3MP	W (g)
0	0.501	49.9	0.501	49.9	0.501	49.9
0.158	0.527	45.2	0.548	45.2	0.548	45.2
0.316	0.545	41.2	0.605	40.4	0.605	40.4
0.474	0.557	38.9	0.673	35.7	0.675	35.7
0.632	0.565	37.4	0.756	31.0	0.759	31.0
0.789	0.571	36.4	0.851	26.2	0.859	26.2
0.947	0.574	35.7	0.932	21.5	0.951	21.5
1.105	0.576	35.3	0.973	16.9	0.99	16.9
1.263	0.578	35.1	0.973	16.9	0.99	16.9
1.421	0.579	34.9	0.973	16.9	0.99	16.8
1.579	0.58	34.8	0.973	16.9	0.99	16.8
1.737	0.58	34.7	0.973	16.8	0.99	16.8
1.895	0.58	34.6	0.974	16.8	0.99	16.7
2.053	0.581	34.6	0.974	16.8	0.99	16.7
2.211	0.581	34.6	0.974	16.8	0.99	16.7
2.368	0.581	34.6	0.974	16.8	0.99	16.6
2.526	0.581	34.6	0.974	16.8	0.991	16.6
2.684	0.581	34.6	0.974	16.7	0.991	16.5

Al variar la temperatura y graficar la fracción masa de la 3MP y la cantidad en el fondo como función del tiempo se obtienen las figuras 15 y 16. Estas nos muestran que, al aumentar la temperatura, se aumenta la pureza de la 3-metilpiridina pero la masa en el fondo disminuye. Lo anterior se debe a que al aumentar la temperatura se evapora más piridina.

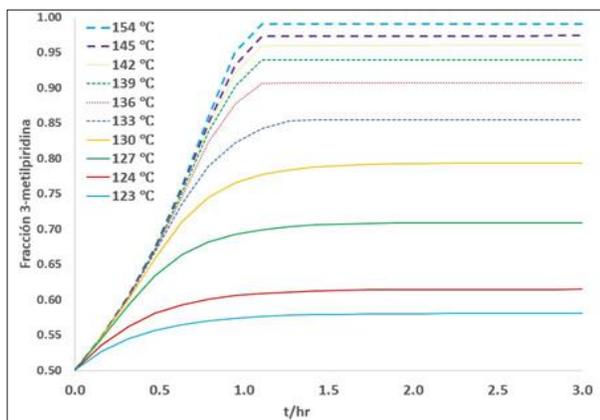


Figura 15. Fracción masa de 3 MP obtenida en función del tiempo, evaluada a distintas temperaturas.

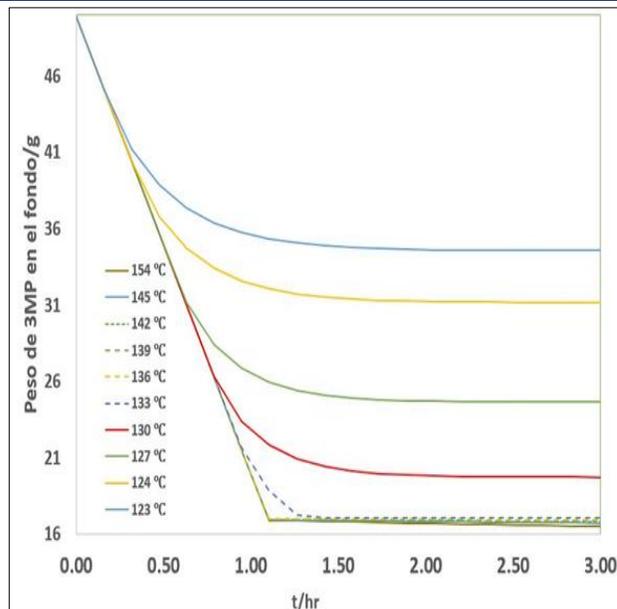


Figura 16. Masa en el fondo en función del tiempo, evaluada a distintas temperaturas.

Sensibilización de la presión

Tras analizar el papel de la temperatura en la separación de la piridina y la 3-metilpiridina se prosiguió con analizar la influencia de la presión en la separación, para esto se propusieron cinco presiones: 0.6, 0.77, 1, 1.15 y 1.29 atm. Se seleccionó la presión de 0.6 atm que está por debajo de la presión de la ciudad de México que es de 0.77 atm y 3 presiones por encima de esta y en todos los casos se mantiene en estos cálculos una temperatura fija de 139°C.

El cambio del valor de la presión se realiza en la carpeta Pressure/holdups como se muestra en la figura 13, se coloca el valor de la presión igual a 0.6 atm y se realiza la simulación de la columna, los resultados se reportan en la carpeta "pot results", "profile results" y "time profiles", los resultados se trasladan a una hoja de cálculo y se grafican como se presenta en la figura 17.

Al variar la presión, se observa que entre menor sea la presión de operación en la columna, se obtiene una mayor pureza de 3 metilpiridina.

Al operar la columna a una temperatura de 139°C y una presión de 0.6 atm fue posible obtener una pureza de la 3 metilpiridina del 98%, mientras que a una mayor presión como la de 1.29 atm, presión muy cercana a la máxima presión posible para que en la simulación se seque la torre y marque error, se alcanzó tan solo una pureza del 57%, que representa un valor muy bajo sabiendo que la composición inicial fue de 50% masa.

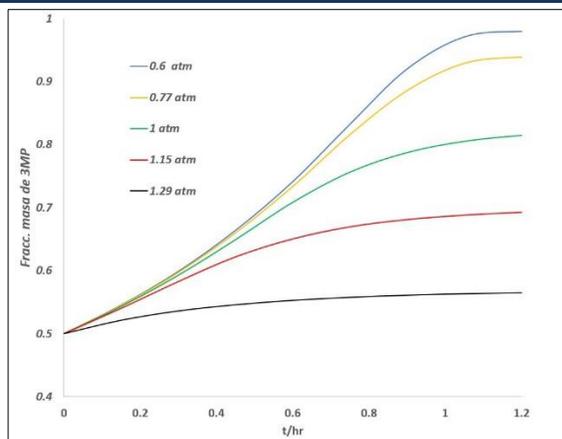


Figura 17. Fracción de 3-metilpiridina en el fondo en función del tiempo a distintas presiones.

Resumen de las sensibilizaciones

Con el fin de comparar el efecto de la temperatura y presión se generó la tabla 3, en donde primero se mantiene constante la temperatura y se varía la presión y para cada valor de presión se reportan 3 valores de tiempo, teniendo como variables de respuesta la fracción masa de 3MP y su porcentaje de recuperación.

En la siguiente tabla se muestran los resultados obtenidos para las variables de respuestas mencionadas anteriormente a tres diferentes temperaturas 139, 145 y 154°C, cada una con tres presiones diferentes de 0.77, 1 y 1.29 y con tiempos de 0.47, 0.95 y 1.42 hr.

Tabla 3. Tabla resumen de las sensibilizaciones.

Simulación	Temperatura °C	Presión atm	Tiempo horas	Fracción masa de 3 MP	Recuperación de 3MP
1	139	0.77	0.47	0.671	95.90%
2	139	0.77	0.95	0.903	77.60%
3	139	0.77	1.42	0.939	63.60%
4	139	1	0.47	0.659	94.10%
5	139	1	0.95	0.795	70.80%
6	139	1	1.42	0.823	61.40%
7	139	1.29	0.47	0.548	86.70%
8	139	1.29	0.95	0.563	82.40%
9	139	1.29	1.42	0.567	81.10%
10	145	0.77	0.47	0.673	96.20%
11	145	0.77	0.95	0.932	80.10%
12	145	0.77	1.42	0.973	65.70%
13	145	1	0.47	0.668	95.30%
14	145	1	0.95	0.878	75.50%
15	145	1	1.42	0.911	61.20%
16	145	1.29	0.47	0.645	92.20%
17	145	1.29	0.95	0.733	71.40%
18	145	1.29	1.42	0.75	66.20%
19	154	0.77	0.47	0.675	96.40%
20	154	0.77	0.95	0.951	81.70%
21	154	0.77	1.42	0.99	66.60%
22	154	1	0.47	0.671	95.90%
23	154	1	0.95	0.928	79.80%
24	154	1	1.42	0.973	65.00%
25	154	1.29	0.47	0.666	95.00%
26	154	1.29	0.95	0.875	75.20%
27	154	1.29	1.42	0.909	60.40%

Comparación de la simulación con el experimento

Como se observa en el renglón 3 de la tabla 3 se obtiene una pureza de la 3MP de 93.9% y una recuperación del 63.6% en el fondo de la columna. De los pocos resultados que se obtuvieron en el experimento realizado en el laboratorio por Ramirez (2015), reporta a la temperatura de 130°C y 0.77 atm., una pureza del 90% con una recuperación del 60%, en un tiempo de hora y media lo que corresponde bastante bien con lo obtenido en la simulación.

En la figura 18 se grafica el perfil de temperaturas obtenido en el experimento realizado en la columna batch del laboratorio, como función de la altura de la columna y la obtenida en la simulación con una temperatura mayor, en donde se observa perfiles de temperatura con comportamientos similares.

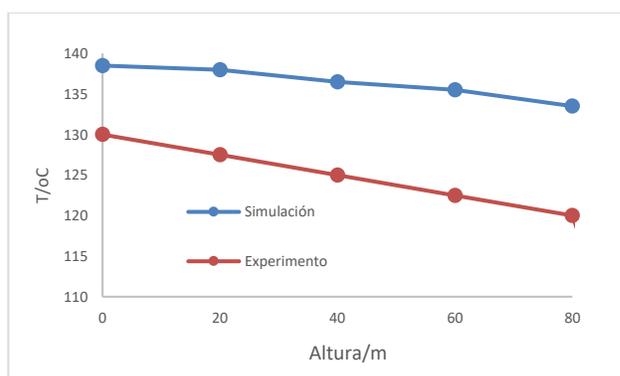


Figura 18. Temperatura a distintas alturas en la torre para la simulación y el experimento.

Conclusiones

Tras analizar la respuesta de la pureza y la cantidad de la 3 metilpiridina obtenida, se encontró que la elección de temperatura en la columna batch es una variable muy importante, con la temperatura de 123°C la separación es muy deficiente para lograr una pureza aceptable, mayor de un 90%, con una temperatura de calentamiento de 145 °C y una hora de trabajo se obtiene 3-metilpiridina en el fondo con una pureza del 97% y mientras que con una temperatura de 154 °C se evaporará la mayor parte de la piridina que se encuentra en el fondo, y se puede obtener 3metilpiridina en el fondo con pureza del 99%.

La presión también es una variable importante del proceso: Una presión menor permite alcanzar mayores purezas de 3-metilpiridina en el fondo. Sin embargo, al bajar la presión y destilar más piridina, también baja la cantidad final de 3-metilpiridina en el fondo. Por lo tanto, se debe cuidar el tiempo y condiciones de operación para obtener una alta pureza de 3-metilpiridina sin afectar de sobremanera la recuperación del compuesto.

Referencias

- Agudelo Y., Barrera, Z.R. (2016). Simulación y validación de modelos de destilación por lotes usando Aspen Batch Modeler: recuperación de epóxido de limoneno. *Ingeniería y Desarrollo*, 34(1), 204-224
- Armarego W., Chai, C. (2009). Purification of Laboratory Chemicals. pp. 411-412
- Aspen Engineering (November de 2014). Aspen Plus. Recuperado el 15 de febrero del 2018, de <https://www.aspentech.com/en/products/engineering/aspen-plus>
- Barrera Zapata, Rolando, Villa, Aída Luz, & Montes de Correa, Consuelo. (2012). Modeling and simulation of a batch distillation column for recovering limonene epoxide. *Revista EIA*, (18), 131-141
- García D. C., Gómez G., (2014), Obtención de 3-metilpiridina a partir de glicerina obteniendo como producto intermedio la ACROLEINA. Proyecto de Integración en Ingeniería Química, México, División de CBI, UAM-Azcapotzalco
- Gulyamova T. G., Kerbalaeva A. M., Lobanova K.V, Sagdiev N.Z., and Sadykov E.S., "Transformation of 3-methylpyridine into nicotinic acid by the yeast *S. cerevisiae*," *Chem. Nat. Compd.*, vol. 42, no. 2, pp. 212-215, 2006
- Jingxing C., Qing Y., Tong L., Hui, X., Shenyao F. (2018). Design and Control of Heterogeneous Azeotropic Distillation for Separating 2-Methylpyridine/Water. *Chemical Engineering Technology*, 41(10), 2024-2033.
- Luo C.-W., Li A., An J.-F., Feng X.-Y., Zhang X., Feng D.-D., Chao Z.-S., (2015). The Synthesis of Pyridine and 3-Picoline from Gas-Phase Acrolein Diethyl Acetal with Ammonia over ZnO/HZSM-5. *Chem. Eng. J.*, 273, 7-18.
- Méndez J.A.J. (2011), Síntesis, Caracterización y Evaluación de Zirconia-Tungstatada para la obtención de 3-metilpiridina. Proyecto Terminal en Ingeniería Química, División de Ciencias Básica e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco.
- Nutrition Harrison Sport. (2019). Diferencias entre niacina y niacinamida (nicotinamida). Obtenido de Harrison Sport Nutrition: <https://www.hsnstore.com/blog/diferencias-entre-niacina-niacinamida-nicotinamida/>
- Ramírez J. (2015). Diseño de una columna de destilación para la separación de la mezcla Piridina - 3-Metilpiridina. Tesis de licenciatura Universidad Autónoma Metropolitana
- Vorobyev P., Mikhailovskaya T., Yugay O., Saurambaeva L., Serebryanskaya A., Chukhno N., and Kurmakyby R. (2017). Optimization of vanadium oxide catalyst for the oxidation of 3-methylpyridine into nicotinic acid, *J. Serbian Chem. Soc.*, 82, 7-8, 791-801
- Wilber, T. (s.f.). Síntesis de la piridina y sus derivados: Química Orgánica. Recuperado el 10 de febrero del 2018, de: <http://www.quimicaorganica.org/sintesis-organica/663-sintesis-de-la-piridina-y-sus-derivados.html>
- Zhang X., Luo C.-W., Huang C., Chen B.-H., Huang D.-G., Pan J.-G., Chao Z.-S., (2014). Synthesis of 3-Picoline from Acrolein and Ammonia through a Liquid-Phase Reaction Pathway Using SO₄²⁻/ZrO₂-FeZSM-5 as Catalyst. *Chem. Eng. J.* 2014, 253, 544-553.
- Zhang X., Wu Z., Liu W., Chao Z.-S. (2016). Preparation of Pyridine and 3-Picoline from Acrolein and Ammonia with HF/MgZSM-5 Catalyst. *Catal. Commun.*, 80, 10-14.