



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y
MECÁNICA**

CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

**TRABAJO DE TITULACIÓN, PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO
DE INGENIERO PETROQUÍMICO**

**TEMA: “ALTERNATIVA TECNOLÓGICA A LA DESHIDRATACIÓN
CONVENCIONAL DE ETANOL EN EL ECUADOR MEDIANTE
DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON GLICOLES”**

AUTOR: TAPIA HERRERA, DIEGO VICENTE

DIRECTOR: ING. DONOSO QUIMIBITA, CATERINE ISABEL, MSc

LATACUNGA

2019



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

CERTIFICACIÓN

Certifico que el trabajo de titulación, *“ALTERNATIVA TECNOLÓGICA A LA DESHIDRATACIÓN CONVENCIONAL DE ETANOL EN EL ECUADOR MEDIANTE DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON GLICOLES”* fue realizado por el señor *Tapia Herrera, Diego Vicente* el mismo que ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Latacunga, enero de 2019

Ing. Donoso Quimbita, Caterine Isabel, MSc.

C. C.:050250753-6



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD

Yo, *Tapia Herrera, Diego Vicente*, declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: “*Alternativa tecnológica a la deshidratación convencional de etanol en el Ecuador mediante destilación extractiva con glicoles*” es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas.

Consecuentemente el contenido de la investigación mencionado es veraz.

Latacunga, enero de 2019

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Diego Tapia', with a stylized flourish underneath.

Tapia Herrera, Diego Vicente

C.C.: 050413272-1



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA**

AUTORIZACIÓN

*Yo, **Tapia Herrera, Diego Vicente** autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: **Alternativa tecnológica a la deshidratación convencional de etanol en el Ecuador mediante destilación extractiva con glicoles: en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi autoría son de mi responsabilidad.***

Latacunga, enero de 2019

Una firma manuscrita en tinta azul que parece decir 'Diego Tapia'.

Diego Vicente Tapia Herrera

C.C.: 050413272-1



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

DEDICATORIA

A mis padres Jorge y Carmita que son mis guías de vida para enfrentarla con ánimos y con actitud positiva y por ser ellos, el apoyo incondicional durante toda mi carrera estudiantil a fin de cumplir mis sueños.

A mis hermanos Andrés y Melany, quienes me han hecho una persona fuerte y me han dado una razón por la cual luchar.

A mis abuelitos, Andrés y Zoila, a quienes Dios me ha dado la bendición de tenerlos hasta esta etapa de mi vida, con ustedes viví la etapa de mi niñez y se lo agradezco desde lo más profundo de mi corazón.



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por darme la vida y confianza para realizar este trabajo, a mis padres por ser las personas que siempre brindaron su apoyo para que pueda cumplir esta etapa de mi vida, a mis hermanos por todo ese cariño y comprensión que me brindan, y a mis amigos por su apoyo y ánimos siempre.

Un agradecimiento especial a la Ing. Caterine Donoso, PhD Roman Rodríguez los cuales con su apoyo, conocimiento y tiempo brindado permitió que este trabajo se realice.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

CERTIFICACIÓN	I
AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD	II
AUTORIZACIÓN	III
DEDICATORIA	IV
AGRADECIMIENTOS	V
ÍNDICE DE CONTENIDOS	VI
ÍNDICE DE TABLAS	X
ÍNDICE DE FIGURAS	XI
RESUMEN	XII
ABSTRACT	XIII

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1	Antecedentes.....	1
1.2	Planteamiento del problema.....	2
1.3	Justificación e Importancia.....	3
1.4	Objetivos.....	4
1.4.1	Objetivo General.....	4
1.4.2	Objetivos Específicos	5

CAPITULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1	Operaciones involucradas en la destilación extractiva.....	6
2.1.1	Destilación.....	6
2.1.2	Extracción líquido-líquido.....	10
2.2	Corrientes de alimentación para la destilación extractiva.....	12
2.2.1	Etanol	12
2.2.2	Glicoles.....	13
2.3	Tecnologías de deshidratación de etanol.....	15
2.3.1	Destilación al vacío	15
2.3.2	Destilación azeotrópica	15
2.3.3	Adsorción con tamices moleculares	17
2.3.4	Destilación extractiva	17
2.4	Etanol anhidro.....	20
2.4.1	Ventajas.....	20
2.4.2	Aplicaciones	20
2.5	Técnica de recuperación de glicoles.....	21
2.6	Simuladores de procesos.....	22
2.6.1	ChemSep	23
2.7	Unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC).....	25
2.7.1	Características	27
2.7.2	Programa de control y adquisición de datos.....	29
2.7.3	Calibración de sensores	30
2.7.4	Fundamento del control de la razón de reflujo.....	31
2.7.5	Procedimiento general para poner en marcha la UDCC.	32
2.8	Determinación del contenido de etanol en agua.....	34
2.8.1	Precauciones para hacer mediciones correctas.....	34
2.8.2	Medición del contenido de alcohol en agua.	34

CAPITULO III

METODOLOGÍA

3.1	Simulación del proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles.....	36
3.1.1	Configuración de componentes y operación en el simulador de procesos.....	36
3.1.2	Selección de las propiedades termodinámicas y físicas	37
3.1.3	Especificaciones de las corrientes de alimentación.....	38
3.1.4	Especificaciones de la columna de destilación extractiva.....	39
3.1.5	Metodología para la selección de las mejores condiciones de operación.	40
3.2	Validación de la mejor condición de operación obtenida en el simulador de procesos.....	42
3.2.2	Descripción del proceso	43
3.2.3	Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicerina recuperada como solvente.....	47

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1	Resultados de la mejor condición de operación obtenidas en ChemSep.....	48
4.1.1	Efecto de la relación volumétrica S/A en la concentración de etanol en el destilado para el caso de estudio 1.....	48
4.1.2	Efecto de la razón de reflujo (RR) en la concentración de etanol en el destilado (%m/m) para el caso de estudio 1.	49
4.1.3	Efecto de la etapa de alimentación de solvente en la concentración de etanol en el destilado (%m/m) para el caso de estudio 1.....	50
4.1.4	Comparación con resultados obtenidos en un simulador de procesos comercial.	51
4.2	Validación en la unidad de destilación continua, controlada desde computador.....	52
4.2.1	Validación de resultados experimentales en la UDCC con respecto a la simulación	53
4.2.2	Resultados obtenidos en la UDCC con la utilización de solvente regeneración.....	55
4.3	Factibilidad económica al emplear glicoles como solventes.....	57

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones.....59

5.2 Recomendaciones.....60

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS61

ANEXOS.....64

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Solventes utilizados en la destilación extractiva.	19
Tabla 2. Modelos termodinámicos disponibles en ChempSep.....	24
Tabla 3. Identificación de la interfaz del programa.....	29
Tabla 4. Propiedades físico-químicas de la materia prima.....	43
Tabla 5. Comparación de resultados respecto un simulador de procesos comercial.....	52
Tabla 6. Concentración de etanol en el destilado para cada caso de estudio.....	53
Tabla 7. Comparación de la pureza de etanol en el destilado.....	53
Tabla 8. Costos unitarios de los equipos e insumos	57
Tabla 9. Costo total unitario para cada caso de estudio.....	58

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Representación esquemática de la operación de destilación.....	8
Figura 2. Representación esquemática de la extracción líquido-líquido.....	10
Figura 3. Estructura molecular del etilenglicol	13
Figura 4. Estructura química del glicerol	14
Figura 5. Diagrama de la deshidratación del etanol por destilación al vacío	16
Figura 6. Diagrama de la deshidratación del etanol por destilación azeotrópica	16
Figura 7. Deshidratación de etanol por adsorción con tamices moleculares.....	17
Figura 8. Deshidratación de etanol por destilación extractiva con etilenglicol.....	18
Figura 9. Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con etilenglicol	22
Figura 10. Componentes de la UDCC.....	26
Figura 11. Diagrama de la unidad de destilación continua, controlada desde computador.	27
Figura 12. Interfaz del programa de control y adquisición de datos.	30
Figura 13. Interfaz de la regulación de la razón de reflujo.....	31
Figura 14. Equipo Densito 30PX	34
Figura 15. Configuración del proceso de destilación extractiva con glicoles	37
Figura 16. Selección de los modelos termodinámicos	38
Figura 17. Especificaciones de las condiciones de operación de la columna	40
Figura 18. Efecto de la concentración de etanol con respecto a la relación S/A.....	49
Figura 19. Efecto de la razón de reflujo en la concentración de etanol en el destilado.	50
Figura 20. Efecto de la etapa de solvente en la concentración de etanol en el destilado.	51
Figura 21. Perfil de temperatura en la UDCC para todos los casos de estudio.....	55
Figura 22. Perfiles de temperatura para solvente regenerado y no regenerado.....	56

RESUMEN

En el Ecuador a partir del 2014, la inversión nacional y extranjera se ha orientado hacia los procesos de siembra de caña para la producción de alcohol etílico anhidro. La Sociedad de Destilación de Alcoholes SODERAL S.A. constituye uno de los grupos productores de alcohol con más experiencia del Ecuador, en su afán de diversificar sus actividades, en el 2000 empezó la producción de etanol anhidro de 99.7 °G.L., utilizando un sistema de filtros moleculares. En este trabajo se propone una alternativa tecnológica a la deshidratación convencional de etanol en el Ecuador debido a que esta presenta desventajas como altos costos de capital, alta automatización y corto tiempo de vida útil en sus tamices moleculares, mediante destilación extractiva con glicoles. Para llevar a cabo dicha propuesta se determinó la mejor condición de operación en el proceso de destilación extractiva con glicoles (etilenglicol, glicerol y mezcla), empleando el simulador de procesos de separación ChemSep, para luego validar la simulación con experimentos en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de Edibon y por último realizar un estudio de factibilidad económica. El estudio realizado reveló que se puede obtener etanol anhidro experimentalmente al utilizar glicerina como solvente en el proceso de destilación extractiva, bajo las condiciones de operación obtenidas en el simulador de procesos ChemSep.

PALABRAS CLAVE:

- **DESHIDRATACIÓN DE ETANOL**
- **DESTILACIÓN EXTRACTIVA**
- **ETANOL ANHIDRO**

ABSTRACT

In Ecuador, from 2014, national and foreign investment has been oriented towards the processes of sowing sugarcane for the production of anhydrous ethyl alcohol. The Sociedad de Destilación de Alcoholes SODERAL S.A. is one of the most experienced alcohol producing groups in Ecuador, in its desire to diversify its activities, in 2000 began the production of anhydrous ethanol of 99.7 °G.L., using a system of molecular filters. This work proposes a technological alternative to the conventional dehydration of ethanol in Ecuador due to the fact that this presents disadvantages such as high capital costs, high automation and short useful life in its molecular sieves, through extractive distillation with glycols. To carry out this proposal, the best operating condition was determined in the extractive distillation process with glycols (ethylene glycol, glycerol and mixture), using the ChemSep separation process simulator, to then validate the simulation with experiments in Edibon's computer controlled continuous distillation unit (UDCC) and finally to carry out an economic feasibility study. The study revealed that anhydrous ethanol can be obtained experimentally by using glycerin as a solvent in the extractive distillation process under the operating conditions obtained in the ChemSep process simulator.

KEY WORDS:

- **Dehydration of ethanol**
- **Extractive distillation,**
- **Anhydrous ethanol.**

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes

La tecnología de destilación extractiva se utiliza ampliamente en las industrias química y petroquímica para separar mezclas azeotrópicas, de rango de ebullición corta y baja volatilidad relativa. Utiliza un solvente adicional para interactuar con los componentes de diferentes estructuras químicas dentro de la mezcla. Los coeficientes de actividad se modifican de tal forma que aumenta la volatilidad relativa. Por lo tanto, la elección del solvente determina la efectividad de este proceso (Gutierrez, 2013).

La separación de mezclas de etanol-agua es un tema de investigación importante debido al uso de etanol como aditivo de los combustibles fósiles (Quijada, Aelmans, Meindersma, & de Haan, 2013). La destilación extractiva es una alternativa para los procesos de deshidratación del etanol, ya que ha demostrado ser más efectiva que la destilación azeotrópica y, en las proximidades, ser muy competitiva frente al proceso que utiliza la adsorción con tamices moleculares (Gil, García, & Rodríguez, 2014).

Estudios realizados experimentalmente y mediante simulación demuestran que al utilizar destilación extractiva para separar la mezcla etanol-agua con glicerol y etilenglicol como solventes es posible obtener etanol anhidro en concentraciones superiores al 99,7% en comparación con solventes como líquidos iónicos y propilenglicol (Lauzurique, Zumalacárregui, Pérez, & Molina, 2016) y (Jardim, Moura, & Cruz, 2016); (Meirelles et al., 1992); (Meindersma, G. W., Meindersma, G. W., Jongmans, M. T., Hernandez, J. P. G., Schuur, B., & de Haan, 2016).

1.2 Planteamiento del problema

A nivel mundial, existe un renovado interés en la producción de combustibles alternativos en forma de bioetanol y biodiesel, esto se debe principalmente a que el petróleo crudo es una fuente no renovable de energía. El bioetanol y el biodiesel han recibido una gran atención como excelentes combustibles alternativos, ya que su producción es prácticamente ilimitada. Dado que el bioetanol forma parte de los biocombustibles, el desafío industrial que presenta es la obtención de etanol de alta pureza (Ngema, 2010).

En el Ecuador la Sociedad de Destilación de Alcoholes SODERAL S.A. constituye uno de los grupos productores de alcohol con más experiencia del Ecuador que a partir de la melaza entregada por el Ingenio SanCarlos produce Alcohol Etílico Extra Neutro de 96 °G.L. (95%). En su afán de diversificar sus actividades, en el 2000 empezó la producción de etanol anhidro de 99.7 °G.L. (99,6%) utilizando un sistema de filtros moleculares (Soderal, 2013).

La adsorción con tamices moleculares es el proceso comúnmente utilizado en la deshidratación de etanol debido a que no utiliza solventes contaminantes y posee un bajo consumo energético, pero los altos costos de capital, la alta automatización y el tiempo de vida de sus tamices moleculares conducen al mejoramiento de los procesos que entran a competir con esta tecnología, siendo la más prometedora la destilación extractiva (Arrellano & Riofrío, 2014) y (Cardona, Sánchez, Montoya, & Quintero, 2005).

1.3 Justificación e Importancia

En Ecuador a partir del 2014, la inversión nacional y extranjera se ha orientado hacia los procesos de siembra de caña para la producción de alcohol etílico anhidro. A inicios del año 2016, aproximadamente 1732000 L de alcohol artesanal con un grado promedio de 60 °G.L. (92%), fueron entregados a distintas destilerías para ser deshidratados y posteriormente incorporados en el programa EcoPaís (Venegas, 2018). Para considerarse alcohol anhidro tiene que estar en el rango de 99,50-99,99%. Al tener un 0,50% como máximo de agua el alcohol es apto para mezclarse con gasolinas (Arrellano & Riofrío, 2014).

También cabe recalcar que no existen estudios en el Ecuador sobre la destilación extractiva con glicoles aplicado a la deshidratación de etanol, es por ello que este proyecto de investigación pretende impulsar al desarrollo de nuevas alternativas en la separación de mezclas azeotrópicas que contribuyan con el desarrollo de la matriz productiva del país.

Existen diversas técnicas para la deshidratación del etanol, entre las cuales, las más atractivas energéticamente son la adsorción con tamices moleculares y la destilación extractiva. Entre estas dos tecnologías la que exhibe mayor costo de capital es la adsorción con tamices moleculares, ya que exige una mayor automatización en sus parámetros de operación (Quintero et al., 2007). Algunos problemas que pueden surgir por la falta de control son: la inestabilidad del vapor de alimentación, la variación de presión y temperatura en el empaque de zeolita y el alto contenido de agua en la alimentación de la columna (Perez & Garrido, 2011). Desde el punto de vista ambiental, el alto contenido de agua en la alimentación de la columna puede conducir a reacciones exotérmicas de formación de ésteres y aldehídos. Se considera a los aldehídos con bajo

peso molecular como compuestos orgánicos volátiles, que en contacto con otros gases presentes en la atmósfera contribuyen al efecto invernadero (Perez & Garrido, 2011) y (Moreno, 2016).

La destilación extractiva es una alternativa para los procesos de deshidratación de etanol, ya que ha demostrado ser económica y energéticamente más efectiva que la destilación azeotrópica y en las proximidades, ser muy competitiva frente al proceso que utiliza la adsorción con tamices moleculares (Quintero et al., 2007). Estudios validados en simuladores de procesos y en laboratorio demuestran la efectividad de la destilación extractiva, utilizando etilenglicol y glicerol individualmente y como mezcla para la obtención de etanol grado anhidro. La mezcla de etilenglicol y glicerol como solvente resulta más atractiva, ya que combina el bajo costo del glicerol y la reducción del consumo energético por acción del etilenglicol (Lauzurique et al., 2016); (Jardim et al., 2016); (Navarrete et al., 2014) y (Gil et al., 2014).

Con base en las falencias económicas y operativas que exhibe la deshidratación de etanol mediante adsorción con tamices moleculares, en este proyecto de investigación se propone una alternativa tecnológica de destilación extractiva mediante glicoles.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo General

Proponer una alternativa tecnológica a la deshidratación convencional de etanol en el Ecuador mediante destilación extractiva con glicoles.

1.4.2 Objetivos Específicos

- Determinar la mejor condición de operación en el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles, empleando un simulador de procesos, para la obtención de etanol grado anhidro.
- Validar los resultados de la simulación de la destilación extractiva con experimentos en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de (Edibon).
- Evaluar la factibilidad económica de emplear glicoles en la deshidratación de etanol mediante destilación extractiva.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1 Operaciones involucradas en la destilación extractiva

2.1.1 Destilación

La destilación es una unidad de separación que consiste en la vaporación parcial de una mezcla líquida y una condensación sucesiva, con una composición que difiere de la de la evaporación. La palabra destilación deriva del verbo latino *destillare*, que significa desplegar o gotear hacia abajo (Górak & Sorensen, 2014).

En una columna de destilación, la mezcla a separar se deposita en un hervidor, de donde se genera una corriente de vapor que conforme asciende por la columna se enriquece del componente más volátil (menor punto de ebullición). Esta corriente se condensa y se divide. Una parte regresa a la columna como reflujo y otra parte se extrae como líquido destilado. La corriente de líquido de reflujo desciende por gravedad y se va enriqueciendo con el componente más pesado. Este proceso de enriquecimiento-empobrecimiento en determinados componentes se lleva a cabo en etapas sucesivas de la columna (López, 2008). El esquema de la operación de destilación se representa en la Figura 1.

La destilación se puede efectuar de dos maneras:

2.1.1.1 Destilación simple.

En este caso el vapor rico en los componentes más volátiles de la mezcla líquida de alimentación, se extrae directamente según sale de la columna.

Dentro de la destilación simple se debe distinguir entre los siguientes procedimientos: destilación simple discontinua, destilación simple continua y destilación súbita.

Destilación simple discontinua: la mezcla líquida se introduce un recipiente, denominado calderín. Al aplicar calor, el producto se evapora y se retira por la parte superior. Se debe considerar que existe una pérdida de líquido en el calderín, por lo que la composición de líquido y vapor no será constante (Edibon, 2014).

Destilación simple continua: la alimentación (mezcla líquida de la que se desean separar determinados componentes) se introduce de manera continua por la parte inferior del sistema (calderín), de manera que la cantidad de líquido en el calderín permanezca siempre constante. Se obtendrá un destilado por la parte superior y un líquido (residuo) por la parte inferior del sistema. Puesto que se debe cumplir el balance de materia del sistema, la suma de los caudales de destilado y residuo será igual a la cantidad de líquido que se introduce en la alimentación. Una de las características de este tipo de destilación es que la composición de líquido y de vapor permanece constante (Edibon, 2014).

Destilación simple súbita o Destilación Flash: en este caso no existe calderín, ya que la alimentación se debe precalentar (sin que se produzca la ebullición) antes de entrar en el sistema, mediante un aporte de calor externo. La entrada del alimento en la columna se regula mediante una válvula, lo que provoca una expansión rápida de esta corriente. De esta manera se produce la vaporización de los componentes más volátiles, que se obtendrán por la parte superior. Por la parte inferior se obtiene una corriente líquida constituida por los elementos menos volátiles de la mezcla de alimentación. El líquido y el vapor que salen de la columna están en equilibrio con el líquido y el vapor que se alimentan a la columna (Edibon, 2014).

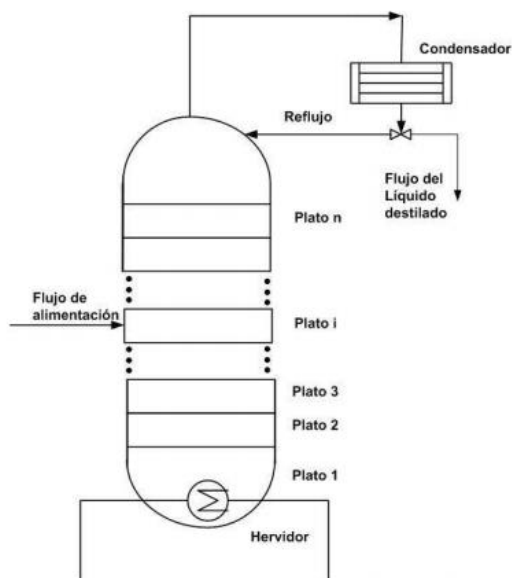


Figura 1. Representación esquemática de la operación de destilación.

Fuente: (López, 2008)

2.1.1.2 Rectificación

La rectificación consiste en la separación de los componentes de una mezcla líquida mediante vaporizaciones y condensaciones sucesivas de la misma a lo largo de la columna, denominada columna de rectificación, en la que se ponen en contacto el vapor ascendente y el líquido descendente procedentes de la mezcla inicial. De este modo se favorecerá la eficacia del sistema y se obtendrán productos con una pureza superior (Edibon, 2014).

Existen dos tipos de rectificación: rectificación discontinua y rectificación continua.

Rectificación discontinua: existe una cantidad fija de alimento que se introduce en el calderín, situado en la parte inferior de la columna, y se va consumiendo a medida que se produce la rectificación.

Rectificación continua: la alimentación se introduce a media altura, de modo que en la parte inferior de la columna existe un volumen de líquido que permanecerá constante.

2.1.1.3 Mezclas azeotrópicas

Se define azeótropo como una mezcla líquida de dos o más componentes que poseen un único punto de ebullición constante y fijo, y que al pasar al estado vapor se comporta como un compuesto puro.

El comportamiento de una disolución azeotrópica en la ebullición es semejante al de un compuesto puro, en contraste con la mayoría de las disoluciones de dos líquidos, que hierven a lo largo de un intervalo de temperaturas (Green, 2008).

Sin embargo, como la composición de un azeótropo depende de la presión, una mezcla que exhibe comportamiento azeotrópico a una presión hervirá a lo largo de un intervalo de temperaturas si la presión cambia. Por esto se puede distinguir un azeótropo de un compuesto puro.

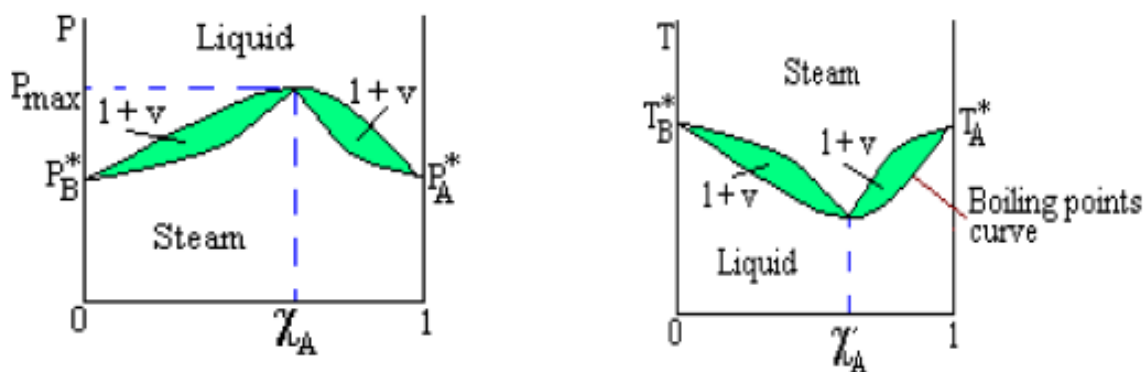


Figura 2. Diagrama de fases a presión y temperatura constantes

Fuente:(Edibon, 2014)

2.1.1.4 Cómo evitar un punto azeotrópico

Un compuesto azeotrópico se puede evitar si se dispone de una columna de platos con varias tomas de muestras como la que se proporciona (UDCC). Para ello se deben seguir los pasos que se detallan a continuación.

En primer lugar, se localiza la composición para la cual la disolución se comporta como un azeótropo. La unidad UDCC dispone de tomas de muestra en los diversos platos de la columna, se van tomando muestras en todas las tomas y se estudian. Cuando se obtiene la misma composición para diversos platos sucesivos, el primero de estos puntos es el plato en el que ya existe el azeótropo.

Una vez localizado el punto a partir del cual tenemos azeótropo y el plato en el que se produce este fenómeno, introducimos una pequeña cantidad de sustancia A para “saltar” el punto azeotrópico.

2.1.2 Extracción líquido-líquido

La extracción líquido-líquido es una operación para separar componentes en solución mediante su distribución en dos fases líquidas inmiscibles. Esta operación se conoce también como extracción líquida o extracción con disolvente, sin embargo, este último término puede presentarse a confusión, porque también se aplica a la lixiviación de una sustancia soluble contenida en un sólido (Green, 2008). Un esquema se representa en la Figura 3.

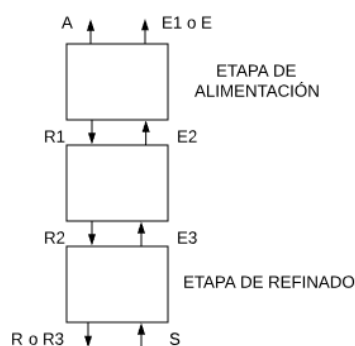


Figura 3. Representación esquemática de la extracción líquido-líquido.

Fuente: (Green, 2008)

2.1.2.1 Diagrama triangular equilátero

Este diagrama constituye un sistema ternario a temperatura T y por medio de un triángulo equilátero tal que los datos ELL son como se muestran en la siguiente figura, donde cada uno de sus vértices representa una composición de 0%; los lados del triángulo señalan las mezclas binarias correspondientes (Green, 2008).

Dentro del diagrama se encuentra una línea en negrillas llamada curva de equilibrio o curva binodal porque el punto de pliegue separa la curva en un extracto a la izquierda y un refinado a la derecha, cualquier punto debajo de esta curva, tal como M, forma una mezcla ternaria de dos fases líquidas insolubles saturadas de composiciones en el equilibrio, indicadas por R (rico en B) y (rico en S), y la mezcla fuera de esta curva será una solución homogénea de una sola fase líquida. Las líneas discontinuas son líneas de unión o rectas de reparto que conectan las composiciones de las fases de equilibrio. Debido a que las líneas de unión se inclinan hacia arriba desde el lado B hacia el lado S, A tiene una concentración mayor en S que en B. Por lo tanto, en la gráfica S, es un disolvente efectivo para extraer A (Green, 2008).

Una propiedad interesante de este diagrama es que cuando se agrega o se sustrae de una mezcla un componente u otra mezcla, el punto representativo, de la composición final está en línea recta con los puntos representativos de los otros dos R y E, cumpliéndose la regla de la palanca (Green, 2008).

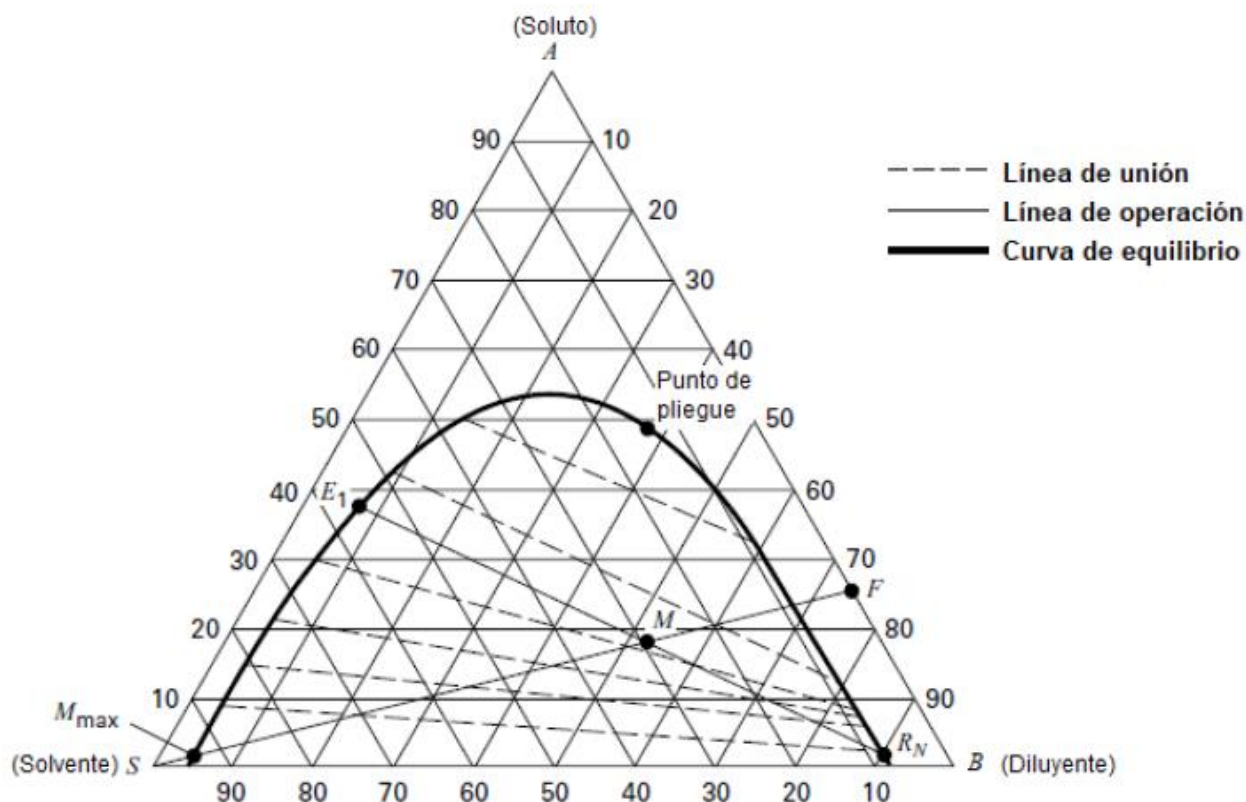


Figura 4. Diagrama de ELL triangular equilátero

Fuente: (Green, 2008)

2.2 Corrientes de alimentación para la destilación extractiva

2.2.1 Etanol

El alcohol etílico, es un líquido incoloro y volátil de olor agradable que puede ser obtenido por dos métodos principales: la fermentación de los azúcares y un método sintético a partir del etileno. La fermentación de los azúcares, es el proceso más común para su obtención a partir de macerados de granos, jugos de frutas, miel, leche, papas o melazas, utilizando levaduras que contienen enzimas catalizadoras que transforman los azúcares complejos a sencillos y a

continuación en alcohol y dióxido de carbono. Posteriores separaciones dan como resultado etanol al 95% (Mosquera & Menéndez, 2006).

2.2.2 Glicoles

2.2.2.1 Etilenglicol

El etilenglicol es un alcohol de estructura similar al alcohol etílico (Figura 5), pero con la adición de un grupo hidroxilo en cada carbono, con la fórmula $\text{CH}_2\text{OHCH}_2\text{OH}$. Es un líquido incoloro, inodoro y no volátil, de amplio uso industrial. Se emplea en el sistema de enfriamiento de vehículos automotores compuesto básicamente de etilenglicol (1,2-etanodiol) y diferentes inhibidores de corrosión en forma concentrada, además de su tradicional uso como disolvente y típicamente como anticongelante, que al mezclarlo con agua en el radiador (García, 2013), produce lo siguiente:

- Disminuye el punto de congelación del agua (anticongelante).
- Eleva el punto de ebullición del agua.
- Protege contra la corrosión a los metales (anticorrosivo).

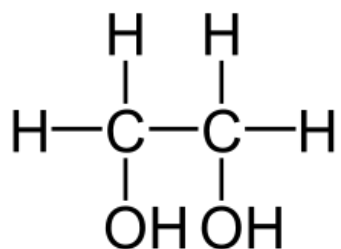


Figura 5. Estructura molecular del etilenglicol

Fuente: (García, 2013)

2.2.2.2 Glicerol (Glicerina)

La glicerina es un líquido viscoso incoloro, inodoro, higroscópico y dulce. Su punto de ebullición es de 290°C y es miscible con agua y etanol. La glicerina puede ser quemada, sin embargo, su combustión debe ser realizada a temperaturas mayores a su punto de ebullición, de lo contrario puede emitir gases tóxicos (acroleína), los cuales se forman entre los 200 y 300 °C (Ortiz, 2013). La molécula se muestra en la Figura 6.

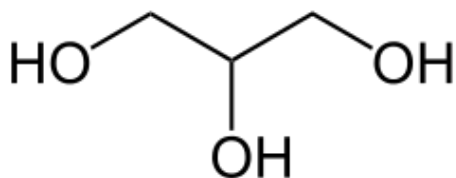


Figura 6. Estructura química del glicerol

Fuente:(Ortiz, 2013)

Según Ortiz (2013), se puede adquirir como:

Glicerina cruda: Es el producto contenido en la corriente de salida del proceso de transesterificación y contiene una gran cantidad de metanol, agua 8% a 12%, jabones y sales. Normalmente tiene un contenido de glicerol entre 40 y 88%.

Glicerina grado técnico: Es un producto de alta pureza con la mayoría de sus contaminantes completamente removidos. La concentración no debe ser inferior al 98%.

Glicerina USP: Con una concentración del 99,7% es la que cumple con la norma USP (United States Pharmacopeia) y el Food Chemicals Codex (FCC) y por lo tanto es apta para uso alimenticio, farmacéutico y cosmético.

2.3 Tecnologías de deshidratación de etanol

El proceso de obtención de etanol a partir de caña de azúcar comprende la extracción del jugo de caña y su acondicionamiento para hacerlo más asimilable por las levaduras durante la fermentación. Del caldo resultante de la fermentación debe separarse la biomasa, para dar paso a la concentración del etanol mediante diferentes operaciones unitarias y a su posterior deshidratación, la cual se puede realizar por la siguientes tecnologías (Cardona, Sánchez, Montoya, & Quintero, 2005).

2.3.1 Destilación al vacío

Es una de las primeras técnicas utilizadas para eliminar el azeótropo etanol-agua, aprovechando el efecto conseguido al disminuir la presión del sistema y así obtener etanol anhidro. La destilación a bajas presiones o a vacío hace uso del cambio en el equilibrio de fases vapor-líquido a presiones inferiores a la atmosférica que conlleva a la desaparición del azeótropo por debajo de los 6 kPa. Para obtener un producto de alta pureza es necesario utilizar torres de deshidratación con un elevado número de etapas (por encima de 40), además de altas relaciones de reflujo (Quintero et al., 2007). En la Figura 7 se presenta un diagrama del proceso.

2.3.2 Destilación azeotrópica

Esta tecnología consiste en la adición de un agente de separación a la mezcla etanol-agua para que forme un nuevo azeótropo. El azeótropo que se forma es ternario (involucra tres componentes) y permite una separación más fácil en esquemas tecnológicos que involucran dos o tres columnas de destilación. Entre las sustancias más utilizadas como agentes de separación para

agregar a las mezclas de etanol-agua resultantes del proceso de fermentación se cuentan el benceno, el tolueno, el n-pentano y el ciclohexano (Quintero et al., 2007). En la Figura 8 se presenta un diagrama del proceso.

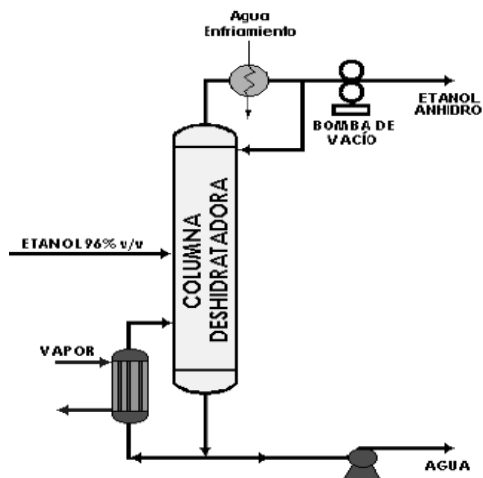


Figura 7. Diagrama de la deshidratación del etanol por destilación al vacío

Fuente: (Uyazán, Gil, Aguilar, Rodríguez, & Caicedo, 2004).

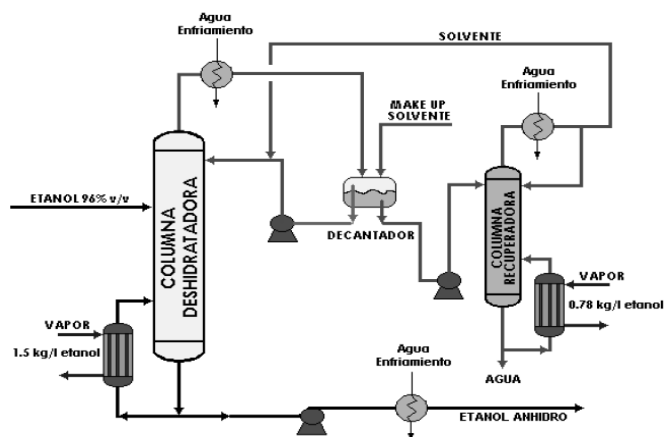


Figura 8. Diagrama de la deshidratación del etanol por destilación azeotrópica

Fuente: (Uyazán et al., 2004)

2.3.3 Adsorción con tamices moleculares

En esta operación, la mezcla etanol-agua pasa a través de un equipo generalmente cilíndrico que contiene un lecho de material adsorbente. Debido a la diferencia de afinidad de las moléculas del etanol y del agua con respecto al adsorbente, esta última queda atrapada en el lecho a través de fenómenos de transporte superficial, mientras el etanol pasa a través del mismo con una mayor concentración en la corriente de salida del aparato (Quintero et al., 2007). El proceso se presenta en la Figura 9.

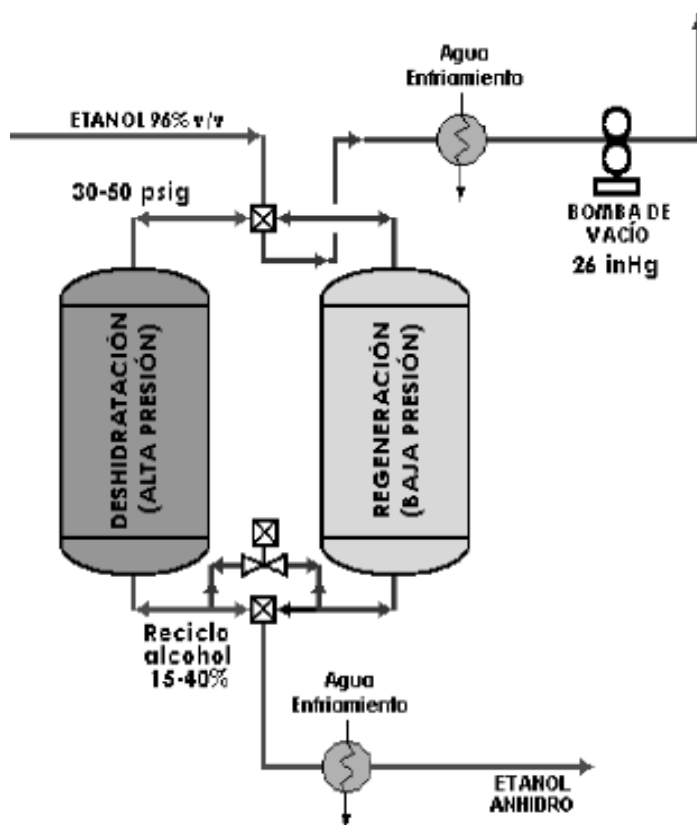


Figura 9. Deshidratación de etanol por adsorción con tamices moleculares.

Fuente: (Uyazán et al., 2004).

2.3.4 Destilación extractiva

En este tipo de operación la separación de la mezcla etanol-agua ocurre cuando se agrega una tercera sustancia denominada agente extractivo o disolvente, la cual modifica la volatilidad relativa de los componentes. En calidad de disolvente se ha utilizado tradicionalmente el etilenglicol, pero los costos energéticos son mayores comparados con la destilación azeotrópica con benceno. Sin embargo, se ha indicado que, bajo condiciones de operación específicas, la destilación extractiva puede ser competitiva energéticamente (Quintero et al., 2007). El esquema de deshidratación de etanol mediante destilación extractiva se ilustra en la Figura 10.

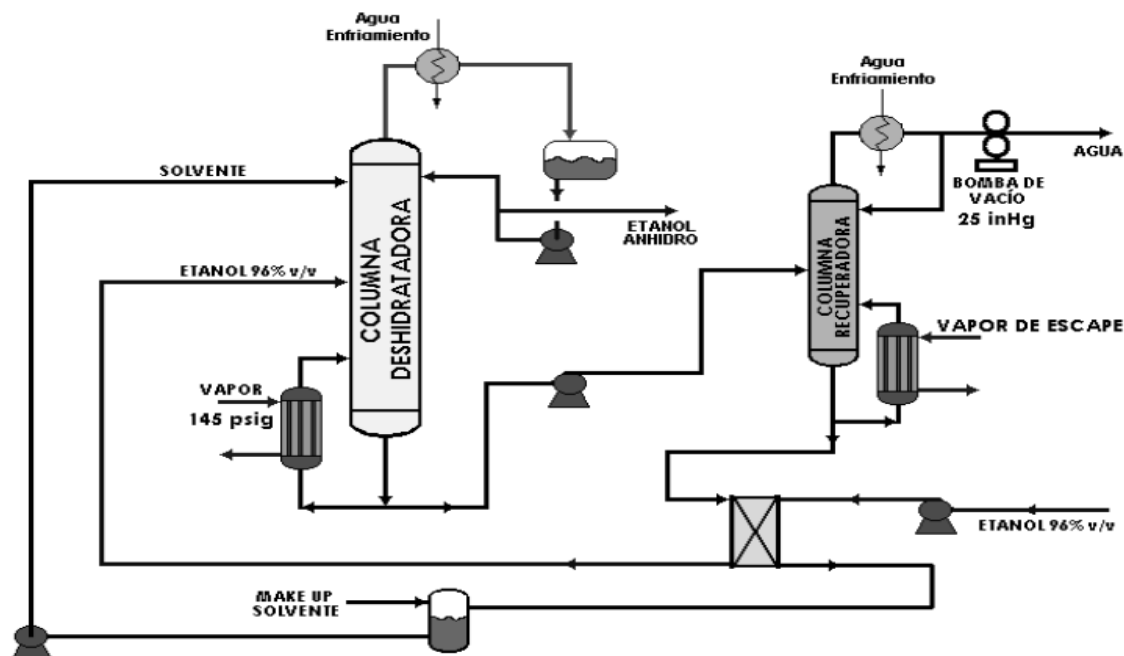


Figura 10. Deshidratación de etanol por destilación extractiva con etilenglicol.

Fuente: (Uyazán et al., 2004)

2.3.4.1 Solventes para la destilación extractiva

Actualmente, existen cuatro tipos de solventes que se usan para la destilación extractiva: solventes líquidos, sales sólidas, componentes no volátiles como líquidos iónicos y polímeros hiperramificados (Gutierrez, 2013). A continuación, se presentan principales características.

Tabla 1.

Solventes utilizados en la destilación extractiva.

Tipos de Solventes	Características	Ejemplos
Solventes líquidos	Fácil operación y recuperación.	Etilenglicol
	Posible contaminación del producto.	Propilenglicol
		Glicerol
Sal sólida	Fácil recuperación.	CaCl ₂
	Menor relación solvente/alimentación.	NaCl
	Existe problemas con la corrosión y transporte de la sal.	
Polímeros hiperramificados	Se puede adaptar sus propiedades físicas y termodinámicas.	Poliesteramida
		Poliglicerol
	Pocos polímeros comerciales.	Polietilenglicol
Líquidos iónicos	Alta estabilidad térmica y química.	1-etil-3-metilimidazoiliodicianamida
	Compuestos no volátiles.	
	Costosos.	1-etil-3-metilimidazoiliotetrafluoroborato

Fuente: (Gutierrez, 2013)

2.4 Etanol anhidro

El alcohol anhidro es el mismo etanol o alcohol etílico, pero con una fracción muy baja de agua en la mezcla. Al tener un 0,50% como máximo de agua, el alcohol es apto para mezclarse con gasolinas y producir un combustible oxigenado de mejor calidad que disminuye los gases de combustión, es por esta razón que al alcohol anhidro también se lo conoce como alcohol carburante (Arrellano & Riofrío, 2014).

2.4.1 Ventajas

Según Arellano y Riofrío (2014), el uso de etanol como aditivo en gasolinas tiene las siguientes ventajas:

- Puede ser producido a partir de distintas fuentes renovables.
- Integra los sectores rurales con la industria, creando nuevos mercados para productos agrícolas.
- Mejora la combustión y presenta un alto índice de octano.
- Al combustionar produce menos dióxido de carbono que la gasolina.
- La mayor parte del dióxido de carbono producido se absorbe por los cultivos.
- Presenta baja toxicidad y disminuye la contaminación ambiental debido a que su producción puede ser realizada a partir de biomasa.

2.4.2 Aplicaciones

El etanol es un compuesto utilizado en diferentes sectores industriales como farmacéutico, cosmético y químico. Sus aplicaciones pueden variar con base en la concentración con que se

utilice. La producción de etanol se inició con la elaboración de bebidas alcohólicas, pero ahora la fermentación alcohólica es usada en varios países para producir etanol destinado a otros procesos químicos. En los últimos años, las mejoras productivas, han sido enfocadas hacia la producción de etanol anhidro con purezas mayores al 99%. En el 2017 la producción mundial de etanol fue de aproximadamente 15800 millones de galones (Renewable Fuel Association, 2018). En promedio, el 68% del etanol producido mundialmente corresponde a alcohol carburante, el 12% a alcohol para bebidas y el 20% es alcohol industrial. De lo anterior se concluye que el etanol es utilizado mayoritariamente como combustible o aditivo en motores de combustión interna (Mosquera, Cumbal, & Moreira, 2008).

2.5 Técnica de recuperación de glicoles

La Figura 11 muestra el proceso de destilación extractiva convencional para la separación de etanol-agua con etilenglicol como disolvente que implica dos columnas: una columna de destilación extractiva y una columna de recuperación del solvente. Casi todos los estudios, experimentos y producciones industriales se realizan a través de la siguiente configuración, y se han informado varios resultados en la literatura. En este proceso, no hay etanol en el producto del fondo de la columna de destilación extractiva, que se corta en el destilado como un producto de etanol anhidro. La corriente que fluye hacia la segunda columna solo contiene agua y el solvente. El agua se retira a medida que el destilado y el solvente-etilenglicol se devuelven el flujo de solvente (Li & Bai, 2012).

En un estudio mediante simulación para la columna de recuperación del solvente, la presión debe disminuir de 101,3 a 26,34 kPa para obtener etilenglicol al 99,9% y 2 kPa para obtener glicerol al 99,9% (Lauzurique et al., 2016).

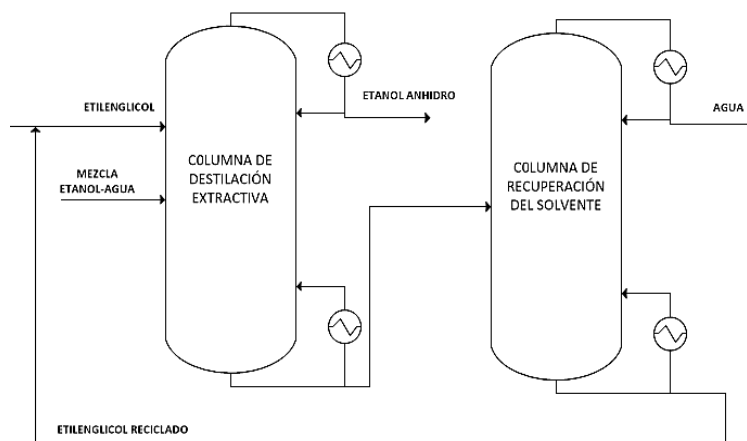


Figura 11. Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con etilenglicol

Fuente:(Li & Bai, 2012).

2.6 Simuladores de procesos

Los simuladores de procesos son programas computacionales que relacionan operaciones industriales y paquetes de información físico-química para modelar, simular y controlar procesos industriales. Las compañías utilizan este tipo de herramientas, que analizan procesos completos y no sólo operaciones unitarias, para crear operaciones eficientes. Estos softwares representan el comportamiento real de forma limitada, pero es necesaria la validación con datos experimentales o reales. Las herramientas de simulación realizan varias funciones, como la creación de diagramas de flujo de proceso, generación de balances de masa y energía, determinación del tamaño de los equipos y evaluación de los costos de operación y capital (Torres, 2015).

Algunos ejemplos de simuladores de procesos muy utilizados son Aspen Plus, Aspen HYSYS, UniSim Design y ProSimPlus. Aspen Plus es un software producido por AspenTech de optimización de procesos utilizado por industrias bioquímicas y poliméricas para el diseño, la operación y la optimización. El Aspen HYSYS también comercializado por AspenTech es una

herramienta usada por las industrias productoras de petróleo y gas, refinerías y compañías de ingeniería para simulación y optimización del proceso. UniSim diseño desarrollado por Honeywell mejora sustancialmente la simulación y optimización de procesos en línea y fuera de línea y ayuda a determinar el flujo de trabajo y equipos necesarios para procesos. ProSimPlus desarrollado por ProSim es un software flexible que realiza un riguroso cálculo de balance de masa y energía para una amplia gama de procesos estacionarios. También hay simuladores de proceso que se abren para uso no comercial, como el DWSIM. Este simulador permite que los estudiantes de ingeniería e ingenieros químicos adquieran software sin costes (Torres, 2015).

2.6.1 ChemSep

ChemSep es un simulador de columnas para operaciones de destilación, absorción y extracción. Combina el modelo clásico de columna en entapa de equilibrio con un modelo de columna de no equilibrio en una interfaz fácil e intuitiva. El simulador empezó en 1988 en la Delft Technology de Delft en los países bajos, por Harry Kooijman y Ross Taylor desde ese momento han estado en constante desarrollo y evolución tanto así que ahora es posible utilizar el programa dentro de herramientas de diagramas de flujo tales como Aspen Plus, PRO/II y COCO (que son softwares capaces de modelar plantas industriales completas).

Algunas características de ChemSep que describe (Yanza & Astudillo, 2018) se muestra a continuación :

Su base de datos está compuesta de hasta 400 compuestos químicos, y se pueden resolver problemas con mezclas de hasta 40 componentes y 300 etapas de equilibrio.

- Cuenta con una alta velocidad de cálculo incluso trabajando con decenas de compuestos.

- Ofrece una amplia gama de opciones en los paquetes termodinámicos y de propiedades físicas.
- Ofrece datos de salida tanto en tablas o en graficas que pueden ser exportadas a hojas de Excel.
- Es un programa con una interfaz relativamente sencilla ideal para estudiantes e ingenieros que no estén muy relacionados con la simulación de procesos.
- Es un software libre lo que permite a los investigadores trabajar con el software sin restricciones vinculadas a los derechos de autor.


2.6.1.1 Modelos termodinámicos disponibles en ChemSep

La Tabla 2 indica los modelos termodinámicos que dispone ChemSep para calcular cada una de las propiedades termodinámicas. Recae sobre el usuario la selección del modelo adecuado.

Tabla 2.

Modelos termodinámicos disponibles en ChemSep

Valores de K	EOS	Coefficiente de actividad	Presión de vapor	Entalpía
Ley de Raoult	Ideal gas law	Solución ideal	Antoine	Ninguno
Ecuación de Estado (EOS)	Hayden O'Connell	Solución regular	Antoine extendida	Excess
Gamma-Phi	T Sonopolous	Margules	Correlación T	Soave-RK
Dechema	Chemical Theory	Van Laar	Lee Kessler	API-SRK
Chao-Seader	Redlich-Kwong	Wilson	Riedel	Peng-Robinson 76
Polinomial K	Soave-RK	NTRL	Twu	SRK-UMR
Líquido-Líquido (Gamma)	API-SRK	UNIQUAC		PR-UMR

CONTINÚA 

Prausnitz	Peng- Robinson 78	UNIQUAC Q'	Peng- Robinson 78
Wilson	SRK-UMR	UNIFAC	Predictive pr 78
Volatilidad relativa	PR-UMR	ASOG	Predictive SRK
	Peng- Robinson 78	UNIFAC modificada(D)	Polynomial H
	Predictive PR78		
	Predictive SRK		

2.7 Unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC)

La unidad de destilación de EDIBON presentada en la figura 12, en sus diferentes versiones, es una potente herramienta de laboratorio para el estudio de las variables que afectan a la operación de destilación. El alumno puede investigar los principios que rigen la transferencia de materia y energía, así como, determinar el punto óptimo de funcionamiento para la realización de una gran cantidad de separaciones

El equipo cuenta con los siguientes componentes descritos a continuación:

1. Equipo: Unidad de destilación continua (UDC)
2. Caja-interface de control.
3. Tarjeta de adquisición de datos.
4. Software para control, adquisición y manejo de datos.
5. Computador.

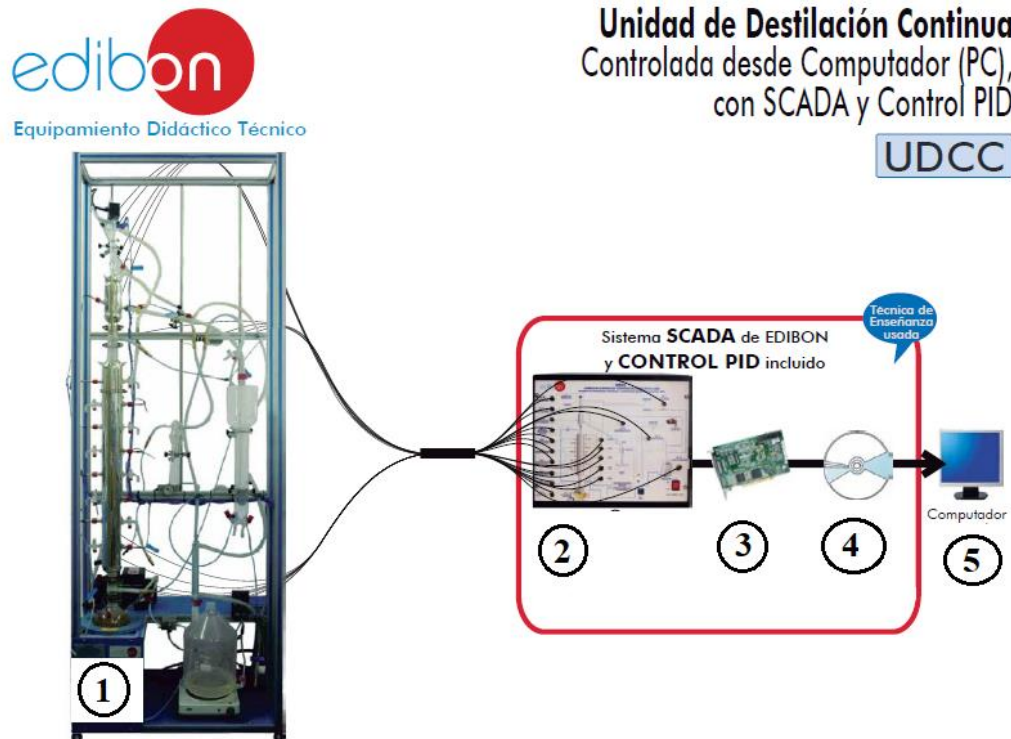


Figura 12. Componentes de la UDCC.

Fuente: (Edibon, 2014)

Esta unidad está básicamente compuesta por un calderín sobre el que pueden adaptarse dos tipos de columnas (de platos o con anillos (Raschig rings)), un sistema de reflujo, un depósito para la recepción del destilado, una bomba de vacío, y una bomba para efectuar la alimentación en continuo (Edibon, 2014).

El vapor que llega a la cabeza de columna es enviado a un condensador total. El caudal de agua de refrigeración que atraviesa el condensador se puede regular y medir mediante una válvula y un sensor de caudal respectivamente. La destilación puede llevarse a cabo a presiones reducidas con ayuda de una bomba de vacío regulable. La pérdida de carga en la columna puede medirse con ayuda de un sensor de presión. La columna puede trabajar en discontinuo (UDDC) o en continuo (UDCC). Para efectuar la alimentación en continuo se dispone de una bomba que puede inyectar

el alimento directamente en el calderín o en cualquiera de los platos. La temperatura de alimentación es regulable mediante una resistencia con control PID. Las temperaturas del sistema se miden mediante termopares situados en posiciones estratégicas. Éstas pueden mostrarse en un indicador digital en el que seleccionaremos la temperatura a medir, o visualizarse todas a la vez directamente en el ordenador (Edibon, 2014). El esquema se presenta en la figura 13.

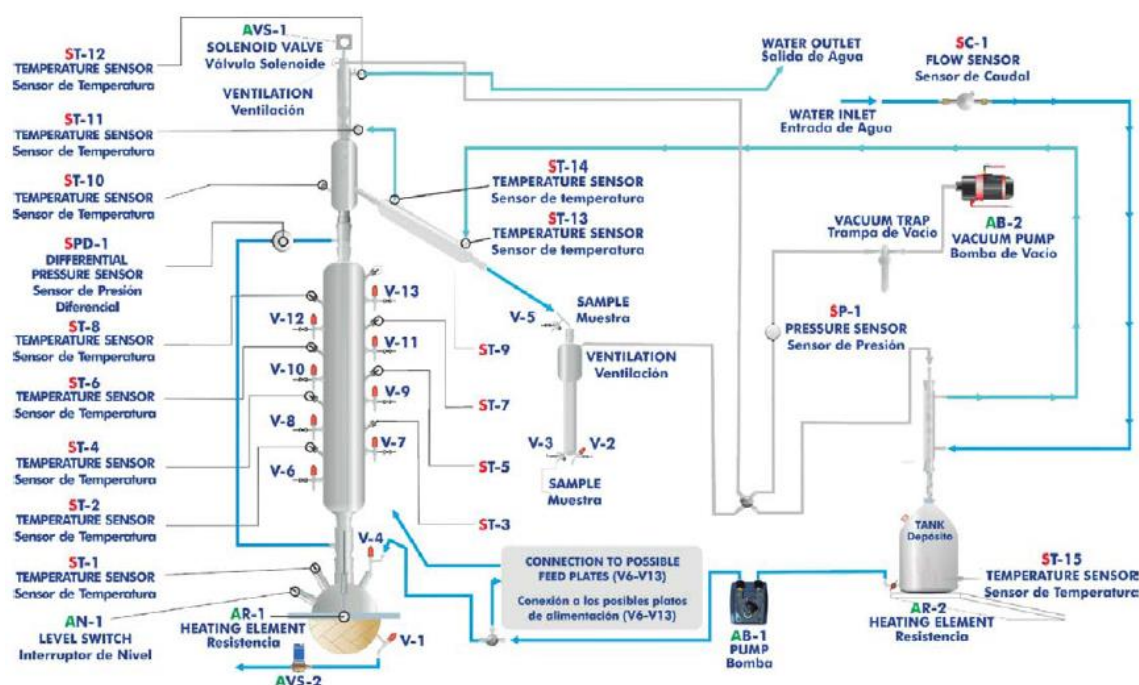


Figura 13. Diagrama de la unidad de destilación continua, controlada desde computador.

Fuente: (Edibon, 2014)

2.7.1 Características

- Columna de rectificación con 8 platos con toma de temperatura (sensor) y de muestra en cada plato. La columna tiene un diámetro interno de 50mm. y una longitud de 1000mm. Encamisada al vacío, plateada y con doble franja transparente de visión.
- La unidad puede trabajar en continuo y en discontinuo.

- La cabeza de la columna dispone de una toma de temperatura, una salida cónica para el producto destilado y un refrigerador de bola.
- La cabeza de la columna está equipada con una válvula de distribución del vapor. El accionamiento de la válvula es de tipo electromagnético.
- Calderín de 2 L de capacidad (con tomas de muestra). Se calienta mediante una manta eléctrica (controlada desde computador, Control PID), de potencia regulable (potencia máx.: 500 watt.).
- Colector de destilado de 2 L, de vidrio, graduado.
- Refrigerador Liebig-West.
- Sistema de alimentación en continuo con pre-calentamiento (resistencia de calentamiento, controlada desde computador, Control PID) a la temperatura especificada y una bomba (controlada desde computador).
- Depósito de alimentación de 10 L de capacidad.
- Bomba de vacío, que permite reducir hasta 0,5 bar la presión atmosférica.
- Sensor de presión.
- Sistema de medida de temperatura. 14 sensores de temperatura (tipo “J”).
- Sensor de caudal, rango: 0,25 - 6,5 l./min.
- Sensor de presión diferencial, rango: 0 - 15 psi.
- Válvula solenoide, controlada desde computador (razón de reflujo).
- Válvula solenoide para el vaciado del calderín.
- Interruptor de nivel para el control del nivel en el calderín.

- El sistema de control desde computador actúa directamente sobre: La temperatura de las resistencias de calentamiento, la válvula solenoide (razón de reflujo), la bomba de alimentación.

2.7.2 Programa de control y adquisición de datos

Todo equipo controlado desde ordenador dispone de una interfaz electrónica, que sirve como paso intermedio en la comunicación entre los sensores/actuadores y el PC. La comunicación de dicha interfaz con el equipo se realiza a través de los cables de los sensores/actuadores, mientras que con el ordenador la comunicación se lleva a cabo a través de un único cable, denominado cable SCSII. En la figura 14 se muestra la pantalla principal del software, en la que se muestran todos los controles e indicadores que permiten trabajar con el equipo dividido en secciones. Dichas secciones se pueden como se muestra en la tabla 3.

Tabla 3.

Identificación de la interfaz del programa

Identificación	Descripción
I	Controles principales(Calibration, Start, Stop,View Data, Saving data, Quit)
II	Control manual de los actuadores (analógicos y digitales)
III	Sensores y parámetros de salida
IV	Configuraciones de las gráficas
V	Muestra gráfica (o de tabla dependiendo del equipo)

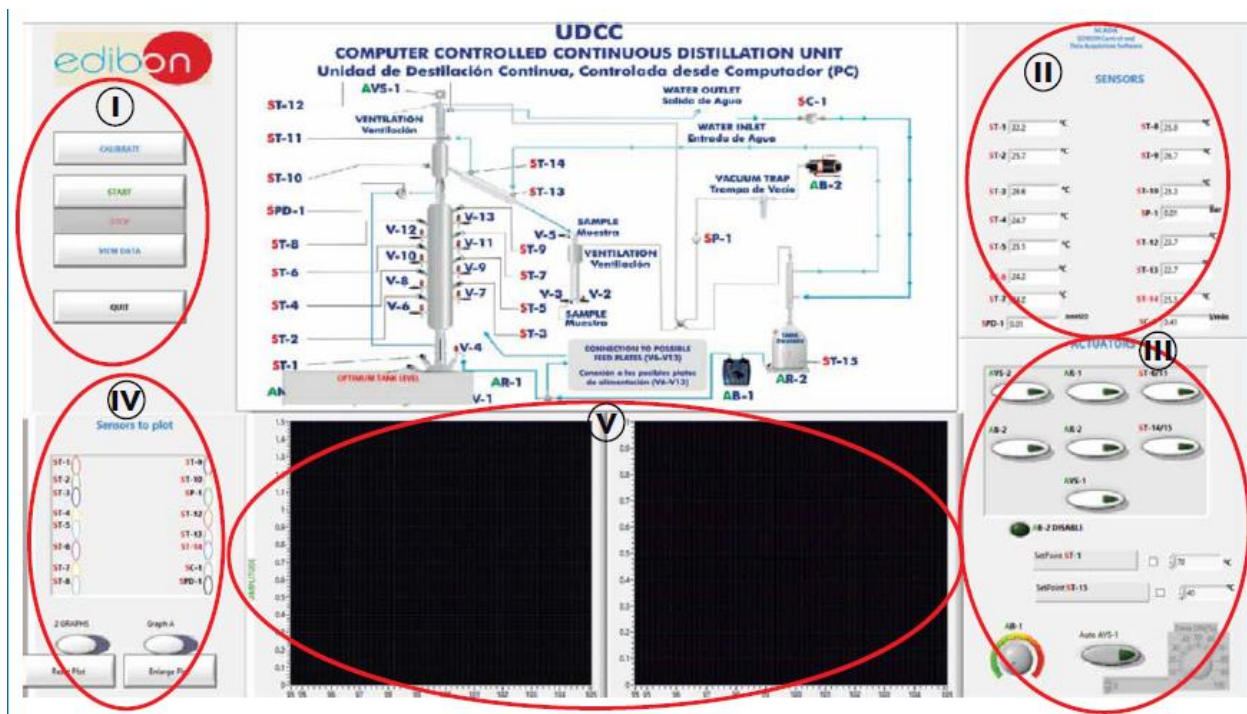


Figura 14. Interfaz del programa de control y adquisición de datos.

Fuente: (Edibon, 2014)

2.7.3 Calibración de sensores

La mayoría de los equipos EDIBON utilizan sensores lineales y son calibrados antes de ser enviados al cliente. Además, el propio instructor puede calibrar los equipos si lo cree oportuno. El valor medido por los sensores puede variar ligeramente debido al paso del tiempo y a las condiciones a las que se expone el equipo.

En el programa SCADA se puede pulsar un botón llamada *CALIBRATE* y elegir la opción *Instructor*. El instructor puede elegir el sensor a calibrar, introducir directamente una ganancia y un offset, o bien volver a los valores por defecto de fábrica. Cada vez que se introduzca una nueva ganancia y un offset se debe pulsar *ENTER* y luego *SAVE & EXIT*. Para restablecer los valores de calibración de fábrica basta con seleccionar *Factory* y pulsar el botón *Restore Setting* (Recomendado).

2.7.4 Fundamento del control de la razón de reflujo

El valor deseado para la válvula solenoide se programa por la razón de reflujo expresado en porcentaje de salida. Debemos tener en consideración que la variación de reflujo con el porcentaje es lineal, siendo 0% el caso en el que todo el vapor es retornado a la columna y el 100% donde todo el vapor es extraído de la columna. Si no se selecciona ninguno de los controladores disponibles en el programa, la razón de reflujo será del 100%. Cualquier otro valor de razón de reflujo viene determinado por la variable tiempo.

El control de regulación de reflujo viene dado por el siguiente controlador representado en la siguiente figura:

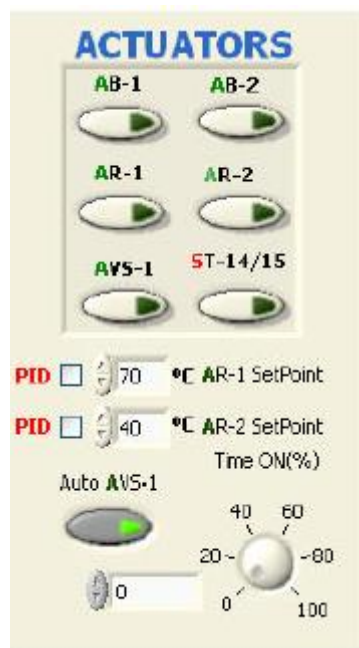


Figura 15. Interfaz de la regulación de la razón de reflujo

En este controlador podemos fijar la apertura o cierre de la válvula, que determina la razón de reflujo. Por ejemplo, si deseamos tener una razón de reflujo del 10%. Si fijamos un ciclo completo de 10 s, ello implica que 9 s la válvula debe estar abierta y 1 s cerrada. Si fijamos un ciclo

completo de 60 s, tendríamos 54 s la válvula cerrada y 6 segundos cerrada. La diferencia entre el primer procedimiento (ciclos cortos) y el segundo (ciclos largos) está en que las condiciones en periodos largos de tiempo pueden cambiar, pasando vapor con fracciones molares inferiores.

2.7.5 Procedimiento general para poner en marcha la UDCC.

1. Encender la caja de interface de control pulsando el interruptor ON/OFF siempre y cuando la conexión eléctrica es la adecuada.
2. Se enciende la interface, el ordenador y se carga el programa de control pulsando en el icono SACED-UDDC. Luego seleccionar el tipo de módulo con el que se va a trabajar para nuestro caso columna de platos.
3. Se recomienda en este instante realizar la calibración de los sensores como se explica en el apartado 2.7.3 Calibración de sensores.
4. Rellenar el calderín con la disolución a estudiar, comprobando que dispone de una placa porosa que facilita la ebullición homogénea. Introduzca manualmente la disolución a estudiar en el matraz a través de la boca correspondiente. Para realizar esta operación con mayor seguridad, utilice un embudo.
5. Haga circular agua por los refrigerantes. Esta operación debe ser, por seguridad, SIEMPRE previa al encendido del sistema de calefacción.
6. En caso de que el equipo disponga de ella, encienda la bomba de vacío.
7. Encienda el calderín, fijando la temperatura máxima por encima de la temperatura de ebullición del componente más volátil. En este momento lo más importante es que la columna quede inundada por completo, por lo que fije la temperatura a un valor suficientemente alto.

8. Cuando el líquido del matraz hierva se observarán las temperaturas de la cabeza de la columna y calderín, esperando hasta que ambas permanezcan constantes. En dicho momento se habrá alcanzado el régimen estacionario. En las columnas de platos, el objetivo es el llenado de los distintos platos. Como se ha visto en el apartado teórico, el líquido que desciende se va depositando en los platos y el vapor que asciende “borbotea” en el líquido que hay en los platos. Si no se realiza este primer paso, no tenemos líquido en los distintos platos.
9. Ahora se programa el valor deseado para la razón de reflujo expresado en porcentaje de salida (hay que tener en cuenta que la variación de la razón de reflujo con el porcentaje es lineal, correspondiéndole al valor 0% el caso en que todo el vapor condensado se devuelve a la columna y al valor 100% el caso en que todo el vapor condensado se extrae como destilado).
10. Una vez que se estabilice el flujo de destilado, se puede tomar muestras de todas las válvulas o principalmente V-1 y V-2 las cuales representan las válvulas de calderín y depósito de destilado respectivamente. También se debe llevar a cabo el registro de temperaturas.
11. Una vez terminado el proceso anterior, apague la manta calefactora y espere unos minutos para que se enfríe el residuo que queda en el calderín.
12. Retire el residuo del calderín mediante la llave de descarga.
13. Apague el sistema de vacío (sí dispone de él).
14. Analice las muestras mediante el método elegido (mediante picnómetros o densímetros).

2.8 Determinación del contenido de etanol en agua

El METTLER TOLEDO Densito 30PX es un instrumento de medida portátil destinado a determinar la densidad de líquidos. El aparato opera según el método del cuerpo vibrante. Los resultados se convierten automáticamente a densidad, densidad relativa, grados API, Brix, % alcohol, % H₂SO₄, °Baumé, °Plato, Proof, u otra unidad definida por el usuario, y se visualizan en el visor con retroiluminación (METTLER TOLEDO, 2014).



Figura 16. Equipo Densito 30PX

Fuente: (METTLER TOLEDO, 2014)

2.8.1 Precauciones para hacer mediciones correctas

- Antes de iniciar las mediciones, comprobar la exactitud del aparato con el patrón de densidad suministrado o con agua destilada.
- Antes de cada medición asegurarse de que la celda de medida está limpia. Una limpieza insuficiente da lugar a residuos en la celda y, por tanto, a resultados erróneos.

2.8.2 Medición del contenido de alcohol en agua.

Para la medición se debe encender el instrumento y seleccionar la unidad de medición para nuestro caso se selecciona el ítem Alcohol y luego se elige si la medición de la concentración de etanol en agua se quiere en % en peso (wt%) o en volumen (vol%). Posteriormente se debe introducir el tubo de muestras y pulsar lentamente el botón de llenado para cargar la celda de medida asegurándose de que no existe burbujas de aire en la celda (METTLER TOLEDO, 2014).

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

3.1 Simulación del proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles.

La simulación del proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles se estudió para tres diferentes casos:

CASO 1: Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con etilenglicol.

CASO 2: Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicerol.

CASO 3: Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con la mezcla de etilenglicol y glicerol.

El desarrollo de las simulaciones para los diferentes casos de estudio se realizó con el simulador de procesos de separación ChemSep (TM) v8.01, considerando los límites de operación de la unidad de destilación continua, controlada, desde computador (UDCC) de Edibon.

3.1.1 Configuración de componentes y operación en el simulador de procesos

Los componentes fueron seleccionados de la base de datos del simulador ChemSep y posteriormente fueron añadidos a la simulación. Existen dos tipos de simulación Flash y Equilibrium Column, para el proceso de estudio se seleccionó el tipo de simulación columna de equilibrio, en el cual se configuró el tipo de operación, condensador y calderín, además se ingresó el número de etapas totales y las etapas de alimentación de los componentes. Las configuraciones del proceso para cada uno de los casos se realizaron como se muestra en la figura 17.

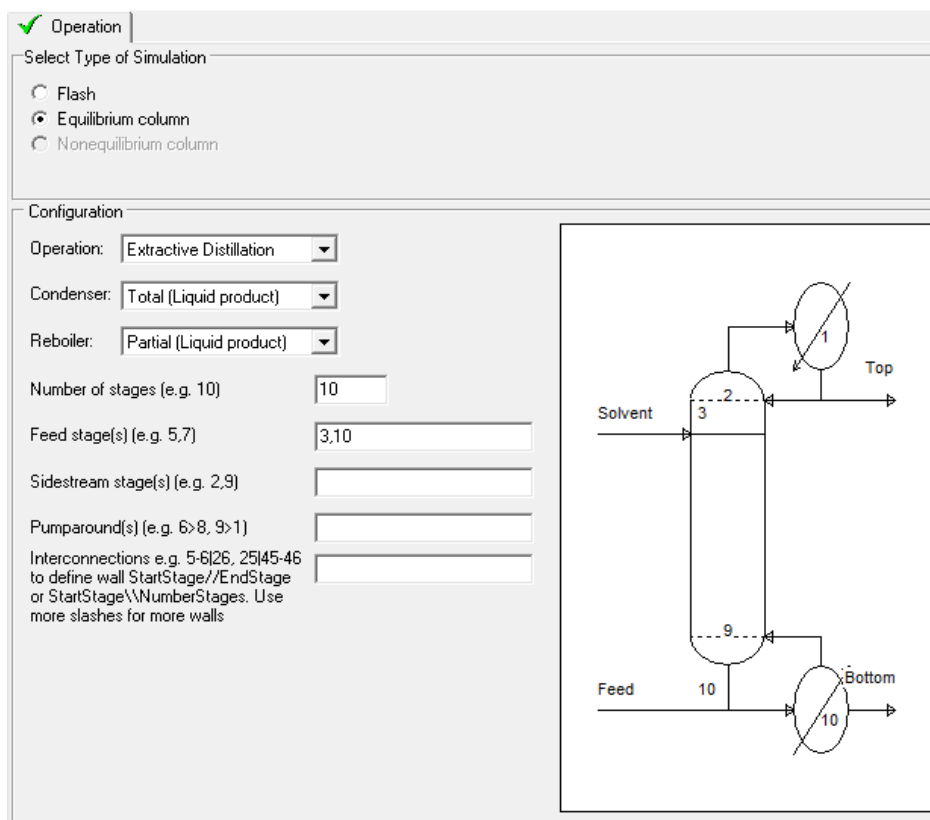


Figura 17. Configuración del proceso de destilación extractiva con glicoles

Fuente: ChemSep

3.1.2 Selección de las propiedades termodinámicas y físicas

Los modelos termodinámicos adecuados que definen los coeficientes de distribución (K-values), ecuación de estado (Equation of state), presión de vapor (Vapour pressure) y entalpía (Enthalpy) fueron seleccionados con base en los siguientes argumentos: el sistema etanol-agua es una mezcla no ideal, se trabajó a bajas presiones (0,725 atm) y se consideró que la relación del coeficiente de fugacidad y la corrección de Poynting son la unidad. Con estos fundamentos ChemSep Help sugiere seleccionar el modelo DECHEMA, al cual se lo conoce como la ley de Raoult modificada, cuya modificación es la multiplicación del valor K por un coeficiente de actividad. Los coeficientes de actividad fueron estimados según el modelo Non-Random-Two-

Liquid (NRTL) ya que varias fuentes bibliográficas como (Meindersma, G. W., Meindersma, G. W., Jongmans, M. T., Hernandez, J. P. G., Schuur, B., & de Haan, 2016); (Jardim, Moura, & Cruz, 2016) y (Alberto & Fonseca, 2018) han demostrado experimentalmente que es el modelo que mejor se ajusta al proceso de destilación extractiva tanto con etilenglicol, glicerol y mezcla. Al seleccionar este modelo se cargó los parámetros que vienen por defecto en la base de datos del simulador.

Para las propiedades físicas y la sección de Entalpía/Exergía se trabajó con los modelos establecidos por el programa.

La selección de los modelos se presenta en la Figura 18.

Select Thermodynamic Models

K-value: DECHEMA

Equation of state: Ideal gas law

Activity coefficient: NRTL

Vapour pressure: Antoine

Enthalpy: Excess

Enthalpy / Exergy

Reference state: Vapour, 25.00 (C)

Heat of formation: Excluded

Surroundings T: 25.0000 (C)

Heat Capacity IG: T correlation

Heat Capacity L: Mole fraction a_v

Henry's law components:

Select Thermodynamic Model parameters (when required)

NRTL

Units: cal/mol, BIP T est. (C): 76.8501, T dependence: None

i - j	A-ij	B-ij	a-ij
ETHANOL - WATER	-57.9601	1241.74	0.293700
ETHANOL - ETHYLENE GL	1644.05	-203.769	0.370400
WATER - ETHYLENE GL	0.000000	0.000000	0.000000

Figura 18. Selección de los modelos termodinámicos

Fuente: ChemSep

3.1.3 Especificaciones de las corrientes de alimentación

En las corrientes de ALIMENTACIÓN (Etanol azeotrópico) y SOLVENTE (Etilenglicol, Glicerol o mezcla) se especificó la presión (atm), la temperatura ($^{\circ}\text{C}$) y el flujo másico (kg/h) para cada uno de los casos de estudio.

La temperatura de las corrientes de ALIMENTACIÓN y SOLVENTE fueron 20°C y 80°C respectivamente a una presión de 0,725 atm.

Los flujos másicos ingresados en la simulación fueron calculados con base a las siguientes especificaciones:

Etanol azeotrópico: 700 ml h^{-1} al 94,2%

Etilenglicol: $250\text{-}1400\text{ ml h}^{-1}$ al 99,87%.

Glicerina: $250\text{-}1400\text{ ml h}^{-1}$ al 99,75%.

Mezcla: $250\text{-}1400\text{ ml h}^{-1}$ variando la proporción de etilenglicol: glicerina.

La pureza del etanol se determinó empleando el densito 30 PX, mientras que la pureza del etilenglicol y glicerina fueron tomadas de los certificados de análisis entregados por el proveedor, los cuales se presentan en la sección de ANEXOS.

3.1.4 Especificaciones de la columna de destilación extractiva

Experimentaciones previas en la UDCC arrojaron un diferencial de presión de (0,0000968 atm), por lo tanto, es adecuado considerar que la columna opera isobáricamente, es decir la presión del condensador y la presión de la columna son similares. Además, se especificó la razón de reflujo (Reflux ratio) y potencia del calderín (Heat duty of reboiler) con base a las especificaciones de la columna UDCC. Los datos ingresados se muestran en la figura 19.

Figura 19. Especificaciones de las condiciones de operación de la columna

Fuente: ChemSep

3.1.5 Metodología para la selección de las mejores condiciones de operación.

Para la selección de las mejores condiciones de operación primero se definieron las variables que influyen en la concentración de etanol en el destilado durante el proceso de destilación extractiva, tomando en cuenta las limitaciones operativas de la UDCC.

Según (Lubyen, 2013) define que las variables que influyen principalmente en la concentración de etanol en el destilado durante el proceso de destilación extractiva son: Relación Solvente/Alimentación (S/A), Razón de reflujo (RR), Etapa de inyección del solvente y entre otras.

Tomando en cuenta estas variables se realizó la simulación para cada uno de los casos de estudio empleando el método de ensayo y error, ya que existen limitaciones operativas en la UDCC, tales como: número de platos, volumen del calderín y tipo de condensador lo que exige que estos parámetros queden definidos para cualquier simulación. El método de ensayo y error consistió en mantener dos variables constantes y modificar la variable restante.

Primero se mantuvo constante las variables de reflujo y etapa de solvente, los valores de dichas variables se consideraron por revisión bibliográfica en donde postulan lo siguiente:

Si se opera a razones de reflujo bajas, aumentan los costes ya que se requieren más platos para la separación (Meindersma, G. W., Meindersma, G. W., Jongmans, M. T., Hernandez, J. P. G., Schuur, B., & de Haan, 2016).

Según (Lauzurique, Zumalacárregui, Pérez, & Molina, 2016) para la destilación extractiva de la mezcla etanol-agua se utiliza solventes que presentan baja volatilidad y al ingresar a la columna tiende a permanecer en fase líquida, razón por la cual se alimentan en una de las etapas superiores para que su efecto sea a lo largo de toda la columna. Además, que la etapa de alimentación de solvente es la 3 para la destilación extractiva con etilenglicol y glicerina como solventes.

Mediante estas postulaciones se ingresaron valores de la razón de reflujo de 2 y etapa de solvente 3, considerando que se tienen 10 etapas en la UDCC y que la etapa 1 es el condensador y la etapa 10 es el calderín.

Los valores de la Relación Solvente/Alimentación (S/A) fueron evaluados en el simulador en el rango de 0,25 a 1,5 en volumen con intervalos de 0,25.

Posteriormente se escoge la relación S/A con la cual se obtenga la mayor pureza en el destilado considerando que a mayores relaciones S/A generaría mayores costes de operación (Edibon, 2014).

Con la mayor relación S/A seleccionada y manteniendo la misma etapa de solvente se procede a evaluar la razón de reflujo en el rango de 2 a 5 con intervalos de 0,5.

Para la selección de la mejor razón de reflujo se consideró que si se opera a razones de reflujo elevadas, aumentan los costes del calderín y condensador, debido al incremento del consumo energético. Elevados reflujos implican que los caudales en el interior de la columna son mayores (Edibon, 2014), por tanto, es necesario incrementar la capacidad volumétrica del calderín

y la columna lo cual no es posible. Además, se debe satisfacer que la concentración de etanol en el destilado sea mínimo 99,5 % para que se considere como etanol anhidro (INEN, 2009).

Seguidamente, se evaluó la influencia de la etapa de alimentación del solvente desde la etapa 2 a la etapa 10 manteniendo constantes la mejor relación S/A y la mejor razón de reflujo.

Cabe mencionar que primero se realizó la simulación con etilenglicol ya que es el solvente convencional en la destilación extractiva de la mezcla etanol-agua y luego se evaluó a la glicerina como solvente, bajo las mejores condiciones de operación determinadas para el etilenglicol.

Por último, para la mezcla de etilenglicol y glicerina como solvente se valora diferentes tipos de relaciones etilenglicol/ glicerina (EG/GLI) y bajo las mismas condiciones que se simularon los casos anteriores.

3.2 Validación de la mejor condición de operación obtenida en el simulador de procesos.

La validación de la simulación se realizó mediante experimentos en la unidad de Destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de Edibon. Debido a que en la UDCC no se han realizado experimentos utilizando todos sus dispositivos a máxima capacidad se realizó varias pruebas experimentales para que pueda cumplir con las condiciones de operación encontradas en el simulador. Además, se realizó una bitácora de las experimentaciones que se realizaron para poder operar el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles en la UDCC, esta información la podemos encontrar en la sección de ANEXOS.

A continuación, se especificarán las condiciones el proceso para llevar a cabo el proceso de destilación extractiva con glicoles.

3.2.1.1 Alimentación

La materia prima utilizada en el proceso de destilación extractiva con glicoles son etanol, etilenglicol y glicerina. El etanol fue adquirido por la empresa ELICROM la cual comercializa Alcohol Etilico Extra Neutro de la empresa Soderal, el etilenglicol y la glicerina fueron adquiridos de la empresa LABDIN que comercializa reactivos de la marca LOBACHEMIE.

3.2.1.2 Propiedades físico-químicas de las corrientes de alimentación.

Las propiedades físico-químicas de los solventes se presentan en la siguiente tabla y fueron obtenidas de los certificados de análisis que se detallan en la sección de ANEXOS, para el etanol la pureza fue determinada con el densito 30PX.

Tabla 4.

Propiedades físico-químicas de la materia prima.

Especificaciones	Etilenglicol	Glicerina	Etanol
Nombre del producto	Etanodiol AR	Glicerol AR	Alcohol Etilico extra neutro
N° CAS	107-21-1	56-81-5	-----
Peso molecular	62,07	92,09	-----
Pureza(%m/m)	99,87	99,75	94,2
Contenido de agua (% m/m)	0,09	<0,1	0,058
Temperatura de ebullición (°C)	197	290	78,37

3.2.2 Descripción del proceso

A continuación, se describirán los diferentes aspectos que se tuvo en cuenta para llevar a cabo la destilación extractiva con glicoles en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC).

3.2.2.1 Determinación de la temperatura de burbuja para las mezclas etanol-agua-glicoles.

La determinación del punto de burbuja se realizó mediante el simulador de procesos de separación ChemSep, en el cual se seleccionó que la simulación sea de tipo Flash y se ingresó los mismos modelos termodinámicos que se aplicó para la destilación extractiva anteriormente. Para determinar la temperatura del punto de burbuja, necesitamos especificar la presión de nuestro sistema (0,725 atm) y el flujo de vapor como cero ya que inicialmente no se tiene ningún vapor formado. Las temperaturas de burbuja fueron evaluadas a diferentes relaciones S/A para los 3 tipos de solventes y se presentan en la sección de Anexos.

3.2.2.2 Calibraciones de equipos

Debido a que la UDCC cuenta con sensores temperatura, presión y caudal previamente fueron calibrados mediante la utilización del programa de control y adquisición de datos de la UDCC, el cual cuenta con la opción de *CALIBRATE* en donde se puede restablecer los valores de calibración por defecto de fábrica.

Para la calibración de la bomba dosificadora se llevó a cabo el procedimiento que se detalla en el manual de prácticas que proporciona Edibon para el usuario.

3.2.2.3 Determinación de la capacidad de operación de la columna para la destilación extractiva con glicoles.

Se realizaron ensayos previos en la UDCC con el fin de conocer sus limitaciones y capacidades para el proceso de destilación extractiva con glicoles. Al llevar a cabo dicha evaluación se determinó que la cantidad de etanol con la cual la torre no sufre el fenómeno de inundación es de 700 ml con etanol al 96 % v/v, además el volumen inicial en el calderín debe ser mayor a 1 litro debido a que con cantidades inferiores la lectura del sensor en el calderín no es la correcta, por lo tanto, para todos los experimentos se trabajó con una relación SOLVENTE/ALIMENTACIÓN (S/A) igual a 0,7 en el calderín.

Para representar como en el simulador que el condensador sea total, se reguló el flujo de refrigerante (agua) a un valor de 3 L/min aproximadamente.

3.2.2.4 Puesta en marcha de la UDCC.

Para validar la mejor condición de operación obtenida en la simulación mediante la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de Edibon se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

Se cargó en el calderín 700 ml etanol y 490 ml de solvente (etilenglicol, glicerina o mezcla) según el caso, luego se encendió la interface, el ordenador y se cargó el programa de control y adquisición de datos Edibon, seguidamente se calentó 800 ml de solvente en una plancha de calentamiento controlando manualmente el valor de la temperatura se encuentre 80°C mediante el sensor ST-15 de la UDCC, además se reguló el caudal de agua del circuito de refrigeración en aproximadamente 3 L/min para que los condensadores sean totales.

Posteriormente se ingresó el valor de consigna para la temperatura del calderín con un valor superior a la temperatura de ebullición del componente más volátil e inferior a la temperatura de ebullición del componente menos volátil, en consecuencia, la temperatura del calderín y de las demás etapas comenzaron incrementar visualizándose la vaporización del componente más volátil a lo largo de la columna.

Luego se debió esperar hasta que la temperatura de cabeza de la columna permanezca constante manteniendo el sistema a reflujo total por 30 minutos, inmediatamente se procedió a la dosificación del solvente por la etapa 3, lo cual se realizó posicionando el actuador de la bomba dosificadora en 1. Adicionalmente se ingresó un valor de 22% (RR=3,5) en el controlador de reflujo para comenzar a obtener producto en el depósito de destilado.

A medida que la relación S/A va incrementando en el calderín se requirió elevar el punto de consigna de tal manera que se logre estabilidad en el proceso, es por ello que cuando el sensor de temperatura del calderín tuvo una diferencia de 2 °C con el punto de consigna se incrementó en un grado arbitrariamente.

Manteniendo la operación estable se recolectaron muestras del depósito de destilado cada 10 minutos por una hora, además se adquirió los datos de temperatura, flujo de refrigerante y caída de presión del proceso.

Las muestras recolectadas fueron medidas con el Densito 30 PX, en el cual se puede dar lectura del contenido de etanol ya sea en porcentaje en peso % m/m o en porcentaje en volumen %v/v para su posterior análisis. Para cada caso de estudio se realizó 3 repeticiones de tal manera se valide el proceso.

3.2.3 Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicerina recuperada como solvente.

3.2.3.1 Regeneración del solvente

Para el proceso de regeneración se utilizó el rotavapor RV0 400 SD en el cuál se realizaron previamente destilaciones simples a 130 °C y condiciones atmosféricas por una hora para el residuo del calderín generado en el caso de estudio 2. Luego se procedió a realizar destilaciones al vacío a condiciones de 200 mbar de presión y 130 °C por 30 minutos.

3.2.3.2 Puesta en marcha con solvente regenerado

Se llevó a cabo la destilación extractiva con glicerina regenerado en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de Edibon, en donde se utilizó las mismas condiciones de operación que se utilizaron los solventes sin regenerar (RR=3,5, etapa de solvente=3, relación volumétrica S/A=1).

CAPÍTULO IV

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentarán los resultados obtenidos en el simulador ChemSep, la validación en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) y la factibilidad económica para el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles. Los reportes de resultados obtenidos en los simuladores se presentan en la sección de Anexos.

4.1 Resultados de la mejor condición de operación obtenidas en ChemSep.

Los resultados para determinar la mejor condición de operación obtenida para el caso 1: Destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con etilenglicol como solvente se muestra a continuación. Como se mencionó en el capítulo III, la mejor condición de operación que se obtuvo para el caso 1 fue evaluada para los demás casos al considerar el etilenglicol como solvente convencional para la destilación extractiva de la mezcla etanol-agua, adicionalmente para el caso 3 se evaluó la proporción de etilenglicol/ glicerina (EG/GLI), siendo 2,3 la que mayor concentración de etanol en el destilado produjo, además se realizó la comparación con un simulador de procesos comercial y tuvo el mismo efe. Los resultados pueden visualizarse en la sección de Anexos.

4.1.1 Efecto de la relación volumétrica S/A en la concentración de etanol en el destilado para el caso de estudio 1.

Como se puede observar en la figura 20 a medida que se incrementa la cantidad de etilenglicol con respecto al etanol, la concentración también aumenta hasta un máximo y luego

comienza a disminuir, este efecto se debe a la extracción líquido-líquido que ocurre internamente en la torre debido que el solvente para cierto rango de relación solvente/alimentación se encuentra en una sola fase líquida, luego de superar este máximo las fases son insolubles y por lo tanto se pierde el efecto de agente de arrastre del solvente.

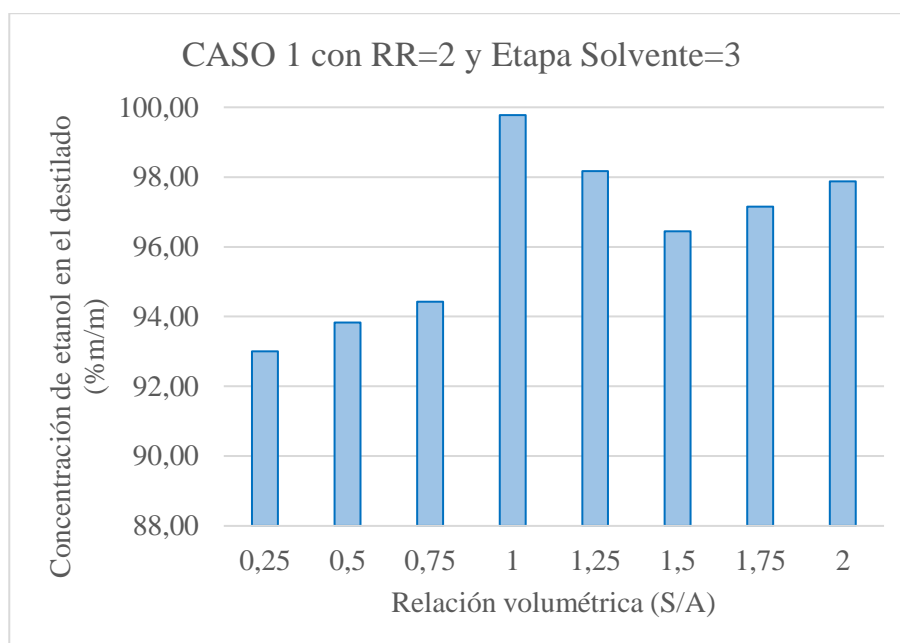


Figura 20. Efecto de la concentración de etanol con respecto a la relación S/A

Fuente: ChemSep

4.1.2 Efecto de la razón de reflujo (RR) en la concentración de etanol en el destilado (%m/m) para el caso de estudio 1.

En la figura 21 se observa que la concentración de etanol en el destilado incrementa mientras razón de reflujo también, pero para razones de reflujo de 4 a 5 las concentraciones comienzan a ser iguales. El incremento de la concentración se debe a que la columna rectifica gracias al reflujo, el cual permite el enriquecimiento del vapor que asciende por la columna, permitiendo mayor el contacto y más fácil la separación. Al utilizar razones de reflujo altas en la

destilación extractiva no es conveniente ya que el solvente pierde su efectividad debido a que se encuentra inyectando en la parte superior de la columna.

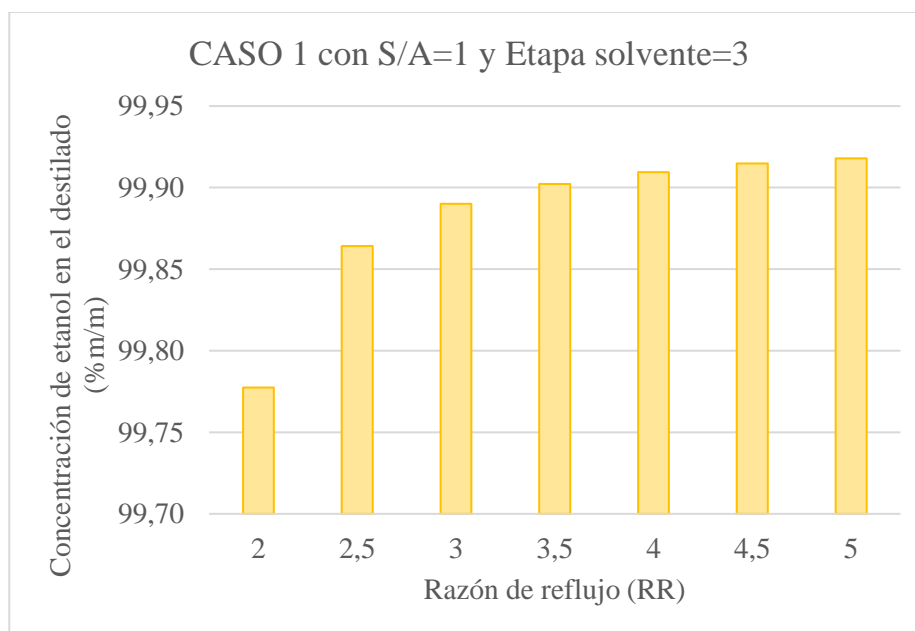


Figura 21. Efecto de la razón de reflujo en la concentración de etanol en el destilado.

Fuente: ChemSep

4.1.3 Efecto de la etapa de alimentación de solvente en la concentración de etanol en el destilado (%m/m) para el caso de estudio 1.

En la figura 22 se puede apreciar que a medida que el solvente se va alimentando desde el fondo hasta la etapa 3 incrementa su concentración, mientras en la etapa 2 y el tope de la columna ocurre lo contrario. Según (Lauzurique, Zumalacárregui, Pérez, & Molina, 2016) para la obtención de etanol anhidro empleando glicoles se debe alimentar en las etapas superiores de la columna debido a que estos solventes presentan baja volatilidad y al ingresar a la columna tiende a permanecer en fase líquida, razón por la cual se alimentan en una de las etapas superiores para que su efecto sea a lo largo de toda la columna.

Los resultados encontrados para el caso 2 y caso 3 se presenta en la sección de Anexos.

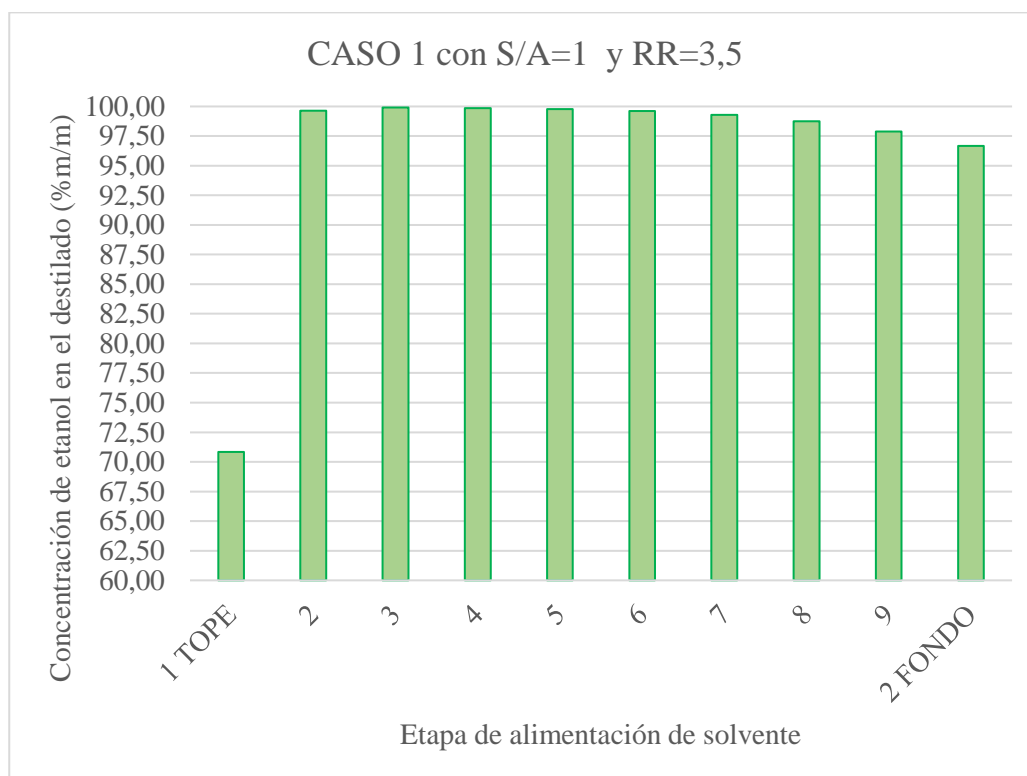


Figura 22. Efecto de la etapa de solvente en la concentración de etanol en el destilado.

4.1.4 Comparación con resultados obtenidos en un simulador de procesos comercial.

En la Tabla 5 se presenta la comparación de la concentración de etanol en el destilado (%m/m) entre ChemSep y un simulador de procesos comercial. A partir de esta comparación se valida la simulación realizada en ChemSep ya que presenta errores relativos inferiores al 1%, sin embargo, se puede apreciar que en el simulador comercial para el caso 2 en donde se utiliza glicerina como solvente, este presenta mayor concentración de etanol en el destilado con respecto al caso 1 donde se utiliza etilenglicol como solvente. Esto difiere de los resultados obtenidos en el simulador ChemSep, ya que la concentración de etanol en el destilado empleando etilenglicol como solvente es mayor que la destilación extractiva con glicerina.

Tabla 5.

Comparación de resultados respecto un simulador de procesos comercial

Variable	Casos de estudio	ChemSep	Simulador comercial	% Error relativo
Concentración de etanol en el destilado (%m/m)	Caso 1	99,90	99,67	0,231
	Caso 2	99,68	99,73	0,050
	Caso 3	99,83	99,74	0,092

4.2 Validación en la unidad de destilación continua, controlada desde computador

La mejor condición obtenida en la simulación para la razón de reflujo ($RR=3,5$), etapa de alimentación de solvente (etapa 3) y relación volumétrica ($S/A=1$) fue representada en la UDCC. Los resultados se presentan a continuación en la Tabla 6, cabe recalcar que los datos presentados en la tabla son promedios de las 3 repeticiones empleadas para cada caso de estudio.

Según el requisito descrito en la norma NTE INEN 2478 se considera etanol anhidro grado carburante cuando la concentración es mínimo a 96% v/v (INEN, 2009). De la Tabla 6 se puede observar que para el caso 2 en el cual se utiliza glicerol como solvente para el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua en la UDCC, se obtiene la concentración para considerarse etanol anhidro de con relaciones S/A de 1,1 hasta 1,5.

Según el estudio realizado por (Johana & Rosero, 2013) en donde se analizan propiedades del etilenglicol, glicerina y otros glicoles concluyó que el comportamiento hidrofílico está determinado por el número de carbonos y grupos hidroxilos; por lo tanto, la glicerina al poseer mayor número de carbonos e hidroxilos que el etilenglicol tiene un mejor comportamiento para

generar puentes hidrógeno y así retener mayor cantidad de agua, por esta razón se evidencia una mayor concentración de etanol en el destilado para el caso 2

Tabla 6.

Concentración de etanol en el destilado para cada caso de estudio.

Tiempo alimentación de solvente(min)	CASO 1			CASO 2			CASO 3		
	S/A	%v/v	%m/m	S/A	%v/v	%m/m	S/A	%v/v	%m/m
0	0,7	97,7	96,4	0,7	97,1	95,5	0,7	97,9	96,6
10	0,8	98,7	97,9	0,8	99,1	98,6	0,8	99,1	98,5
20	1,0	99,1	98,5	1,0	99,5	99,2	1,0	99,4	98,9
30	1,1	99,3	98,8	1,1	99,7	99,4	1,1	99,5	99,1
40	1,3	99,5	99,2	1,2	99,7	99,5	1,2	99,5	99,1
50	1,4	99,5	99,2	1,4	99,7	99,4	1,3	99,5	99,2
60	1,6	99,5	99,1	1,5	99,7	99,5	1,4	99,5	99,2

4.2.1 Validación de resultados experimentales en la UDCC con respecto a la simulación.

4.2.1.1 Concentración de etanol en el destilado

Tabla 7.

Comparación de la concentración de etanol en el destilado para todos los casos de estudio.

Concentración de etanol en el destilado	ChempSep	Simulador comercial	UDCC	%Error relativo 1	%Error relativo 2
Caso 1 (%m/m)	99,90	99,67	99,2	0,70	0,47
Caso 2 (%m/m)	99,68	99,73	99,5	0,18	0,23
Caso 3 (%m/m)	99,83	99,74	99,2	0,63	0,54

En la Tabla 7 se compara los resultados obtenidos de la concentración de etanol en el destilado para los tres casos estudio tanto en simulación como experimentalmente. El porcentaje

de error relativo 1 se refiere a la comparación entre el simulador ChemSep y la UDCC y para el error relativo 2 se compara con simulador comercial. Para todos los casos el error relativo es menor al 1%, pero al evaluar el comportamiento del caso 2 con los demás solventes en la simulación y experimental el simulador comercial se comporta de igual manera.

Un aspecto muy importante en los simuladores de procesos, es la disponibilidad de propiedades termodinámicas y de transporte de las corrientes del proceso, estas propiedades son fundamentales para el balance de materia y energía al grado de que, si se tiene buenas correlaciones para las propiedades, entonces los resultados serán altamente confiables. Los simuladores modernos deben permitir al usuario la selección de los modelos de propiedades termodinámicas adecuados para la naturaleza de los componentes químicos, estado de agregación y condiciones de operación (Martínez, Alonso, López, Salado, & Rocha, 2000). Esta condición la cumplen los simuladores de uso comercial como se puede evidenciar al aplicar la destilación extractiva con glicoles empleando un simulador comercial.

4.2.1.2 Perfil de temperatura obtenido UDCC para los tres casos de estudio.

Se analizaron los perfiles de temperaturas obtenidos por la UDCC al final del proceso para compararlos con respecto a la simulación tanto en ChemSep como en el simulador comercial, se evidencia que los perfiles de temperatura entre simuladores guardan una buena relación, pero en comparación con los datos experimentales para el caso en el que se utiliza etilenglicol como solvente presenta variaciones, en cambio para el caso 2 y caso 3 presentan cierta similitud. Las figuras de estos comportamientos se muestran en la sección de ANEXOS.

En la figura 23 se presentan los perfiles de temperatura en la UDCC con respecto a las etapas para cada caso de estudio. La temperatura de la etapa 10 representa el calderín, para el caso

2 en el cual se utiliza glicerol como solvente tiene una temperatura menor con respecto al caso 1 en donde se utiliza etilenglicol como solvente, este comportamiento se debe por la baja viscosidad del etilenglicol ya que al alimentarlo por la parte superior de la columna este retorna fácilmente al calderín, incrementando el volumen de mezcla, lo que obligó a elevar manualmente la temperatura a fin de mantener el equilibrio térmico de la columna.

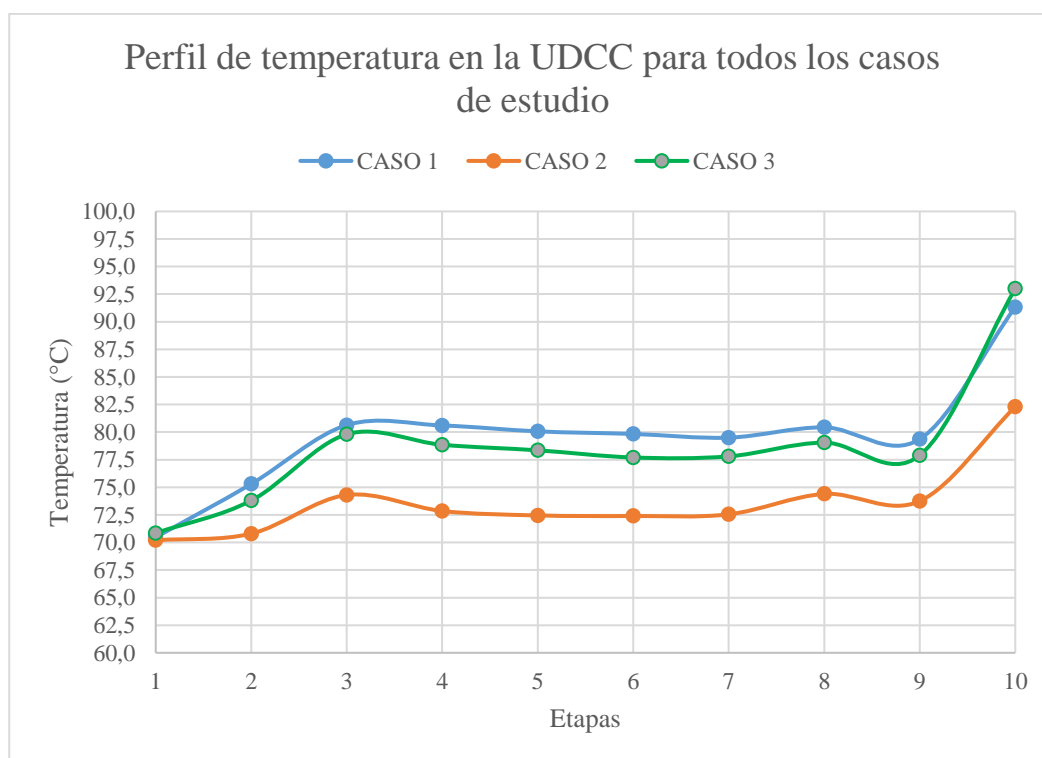


Figura 23. Perfil de temperatura en la UDCC para todos los casos de estudio

4.2.2 Resultados obtenidos en la UDCC con la utilización de solvente regeneración.

Para el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicerina recuperada como solvente, se realizó un experimento en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC), bajo las condiciones: razón de reflujo ($RR=3,5$), etapa de alimentación de solvente (etapa 3) y una relación volumétrica solvente/alimentación ($S/A=1$). La concentración de

etanol obtenida en el destilado fue de 99,81 %m/m, lo cual muestra que la glicerina recuperada bajo las condiciones utilizadas en el rotavapor RV0 400 SD no fueron satisfactorias.

Estudios realizados por (Uyazán et al., 2004) y (Lauzurique, Zumalacárregui, Pérez, & Molina, 2016) en un simulador de procesos, determinaron que para el proceso de recuperación del solvente glicerina, la presión debe ser reducida hasta 20 mbar para poder utilizar nuevamente este solvente y así pueda tener el mismo efecto que la glicerina comercial en el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua.

La eficiencia de la recuperación fue evaluada mediante un estudio de comparativo de los perfiles de temperatura para glicerina regenerada y no regenerada que se presenta en la figura 24.

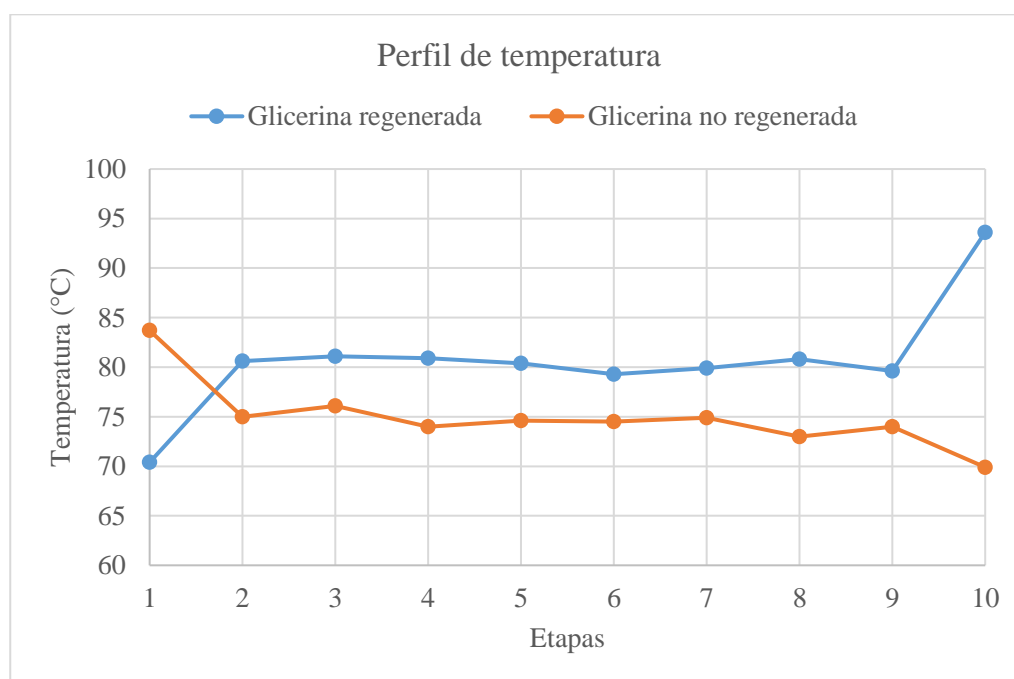


Figura 24. Perfiles de temperatura para solvente regenerado y no regenerado

4.3 Factibilidad económica al emplear glicoles como solventes en la destilación extractiva.

Se realiza un análisis de factibilidad económica para conocer si el proceso propuesto puede ser implementado a la deshidratación de etanol a escala industrial mediante el proceso de destilación extractiva con glicoles. Para este fin, en este trabajo se calculó el costo total unitario para producir etanol anhidro y se compara con la deshidratación de etanol por adsorción de tamices moleculares. En la siguiente tabla se detalla los costos de equipos e insumos utilizados.

Tabla 8.

Costos unitarios de los equipos e insumos

COSTOS EQUIPOS			
EQUIPOS	Potencia (W)	Tiempo (h)	Costo (\$)
Agitador magnético con calefacción	750,00	1,00	0,07
UDCC	2400	1,5	0,34
COSTO DE INSUMOS			
INSUMOS	Costo unitario (\$/unidad)		
Etilenglicol(L)	30		
Glicerina(L)	15,23		
Agua potable UDCC (m3)	0,72		
Agua potable rotavapor (m3)	0,72		
Tarifa energía eléctrica (KWh)	0,0933		

A continuación, en la Tabla 9 se muestra el costo total unitario para cada caso de estudio, en donde el proceso que representa el menor costo es el caso 2 en donde se realiza la deshidratación de etanol mediante destilación extractiva con glicerina como solvente. Según un estudio de (Quintero, Montoya, Sanchez, & Cardona, 2007) el costo total unitario para la deshidratación de etanol mediante adsorción con tamices moleculares es de 0,0542 USD/kg de etanol anhidro producido, en comparación con la destilación extractiva con glicerina, este presenta al costo total

unitario, cabe recalcar que le proceso solo se lo está evaluando para la etapa de recuperación y no incluida la etapa de regeneración, en donde los costos pueden bajar.

Tabla 9.

Costo total unitario para cada caso de estudio

Casos de estudio	Concentración de etanol en el destilado (%v/v)	CTU (USD/kg etanol)
Caso 1	99,5	0,30
Caso 2	99,7	0,91
Caso 3	99,5	0,98

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

El empleo de un simulador de procesos es una buena herramienta para estimar condiciones de operación en el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicoles, sin embargo, al utilizar el simulador Chemsep no se obtuvo buenas predicciones en el comportamiento hidrofílico de la glicerina.

La utilización de la glicerina como solvente en el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de (Edibon) resultó ser la más eficiente, ya que cumplió con el requisito de contenido de alcohol fijada por la normativa NTE INEN 2478 para considerarse como etanol anhidro.

La destilación extractiva con glicerina genera el menor costo total unitario respecto a los otros glicoles evaluados, sin embargo, este costo no es competitivo con la tecnología de adsorción con tamices moleculares, debido a que no se tomó en cuenta el proceso de regeneración de solvente.

Al realizar la destilación extractiva de la mezcla etanol-agua con glicerina regenerada en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) no se obtuvo la concentración de etanol anhidro esperada.

5.2 Recomendaciones

El simulador ChemSep no cuenta con información suficiente que permita establecer el verdadero efecto de la glicerina sobre el sistema etanol-agua, por esta razón se recomienda estudiar el equilibrio líquido-vapor del sistema etanol-agua-glicerina de forma experimental

Se recomienda realizar las correcciones respectivas a los diferentes dispositivos que no se encontraron operativos en la UDCC, con el fin de aprovechar el estudio de las variables que intervienen en el proceso de destilación.

Para evaluar de mejor manera el proceso de destilación extractiva se recomienda la implementación de una bomba dosificadora adicional con su respectivo control, de tal manera se pueda realizar experimentaciones de forma continua.

Para el proceso de regeneración de la glicerina se recomienda reducir la presión por debajo de los 200 mbar y experimentar en la unidad de destilación continua, controlada desde computador (UDCC) de Edibon.

Se recomienda que para poner en marcha la UDCC, se tome en cuenta los aspectos que se encuentran en la bitácora descrita en la sección de Anexos.

Para trabajos futuros se sugiere un estudio de los consumos energéticos generados en el proceso de destilación extractiva de la mezcla etanol-agua empleando glicoles.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alberto, J., & Fonseca, J. (2018). *Estudio de la Mezcla Etilenglicol-Glicerol en Destilación Extractiva Como Agente de Separación Para la Obtención de Etanol*. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá.
- Cardona, C. A., Sánchez, O. J., Montoya, M. I., & Quintero, J. A. (2005). Simulación de los procesos de obtención de etanol a partir de caña de azúcar y maíz. *Scientia et Technica*, 187–192.
- Edibon. (2014). Engineering and Technical Teaching Equipment. España: Unidad de destilación continua controlada desde computador (UDCC). Retrieved October 8, 2018, from <http://www.edibon.com/es/files/equipment/UDCC/catalog>
- García, J. (2013). *Intoxicación por anticongelante automotriz (Tesis de pregrado)*. Universidad Autónoma de México, México D.F.
- Green, D. W. (2008). *Perrys' chemical engineers' handbook*. United States: McGraw-Hill.
- Gutierrez, J. (2013). Extractive distillation with ionic liquids as solvents : selection and conceptual process design. *Technische Universiteit Eindhoven*, VIII, 147.
- INEN. (2009). Requisitos para Etanol Anhidro. Retrieved December 1, 2018, from <http://apps.normalizacion.gob.ec/descarga/>
- Jardim, H. A., Moura, L. F., & Cruz, A. J. (2016). Produção de etanol anidro via destilação extrativa utilizando glicerol. In *Congreso Brasileiro de Engenharia Química*.
- Johana, M., & Rosero, P. (2013). *Efecto de la temperatura sobre la tensión superficial, la viscosidad y el volumen molar parcial de polioles en solución acuosa*. Universidad Nacional

de Colombia.

Lauzurique, Y., Zumalacárregui, L., Pérez, O., & Molina, G. (2016). Evaluación de técnicas de deshidratación de etanol aplicando la simulación. *Dyna*, 84(200), 185–192.

Li, G., & Bai, P. (2012). New Operation Strategy for Separation of Ethanol – Water by Extractive Distillation. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(6), 2723–2729. <https://doi.org/10.1021/ie2026579>

López, F. (2008). *Caracterización y Validación Dinámica de una Planta Piloto de Destilación (Tesis de postgrado)*. Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico, Cuernavaca.

Lubyen, W. (2013). *Distillation design and control using Aspen simulation*. New Jersey: John Wiley & SonsM.

Martínez, V., Alonso, P., López, J., Salado, M., & Rocha, J. (2000). *Simulación de Procesos en Ingeniería-Química*. México D.F.: Plaza y Valdez.

Meindersma, G. W., Meindersma, G. W., Jongmans, M. T., Hernandez, J. P. G., Schuur, B., & de Haan, A. B. (2016). Extractive distillation with ionic liquids: pilot plant experiments and conceptual process design. In *Ionic Liquids for Better Separation Processes* (Springer, pp. 11–38). Berlin.

Meirelles, A., Weiss, S., Herfurth, H., Verfahrenstechnik, S., Hochschule, T., & Schorlemmer, C. (1992). Ethanol Dehydration by Extractive Distillation, 53(2), 181–188.

METTLER TOLEDO. (2014). Densito 30PX. Retrieved November 10, 2018, from https://www.mt.com/int/es/home/products/Laboratory_Analytics_Browse/density-meter/portable-density-meter.html#documents

- Ortiz, A. (2013). *Evaluación Ambiental de las diferentes alternativas en la utilización de la glicerina como subproducto de la producción de la planta de biodiesel BIOD S.A del municipio de Facatativá*. Universidad Libre, Bogotá-Colombia.
- Quintero, J. A., Montoya, M. I., Sanchez, Ó. J., & Cardona, C. A. (2007). Evaluación de la deshidratación de alcohol carburante mediante simulación de procesos. *Facultad de Ciencias Agropecuarias*, 5(2), 72–83.
- Uyazán, A. M., Gil, I. D., Aguilar, J. L., Rodríguez, G., & Caicedo, L. A. (2004). Deshidratación del etanol. *Revista de Ingeniería e Investigación*, (56), 49–59.
- Yanza, C., & Astudillo, J. (2018). *Aplicación del simulador ChemSep para la separación de la mezcla etanol-agua en la unidad de destilación discontinua del laboratorio tecnológico de la Universidad de Cuenca*. Universidad de Cuenca.

ANEXOS



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

CERTIFICACIÓN

Se certifica que el presente trabajo fue desarrollado por el señor: **TAPIA HERRERA DIEGO VICENTE**.

En la ciudad de Latacunga, a los 25 días del mes de enero del 2019.

Aprobado por:

Certificado por:


Ing. Catalina Dotoso, MSc.
DIRECTORA DEL PROYECTO


PhD. Roman Rodriguez
DIRECTOR DE CARRERA


Abg. Darwin Albán
SECRETARIO ACADÉMICO

