



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA



UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPE-L

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

“DISEÑO Y SIMULACIÓN DE CONFIGURACIONES DE DESTILACIÓN PARA EL ENRIQUECIMIENTO DE ALCOHOLES AMÍLICOS A PARTIR DEL RESIDUO DE ACEITE DE FUSEL UTILIZANDO EL SOFTWARE PRO/II Process Engineering V10.2”

AUTOR: ORTIZ ACOSTA, KAREN LISSETTE

DIRECTOR: MSc. LUNA ORTIZ, EDUARDO DAVID



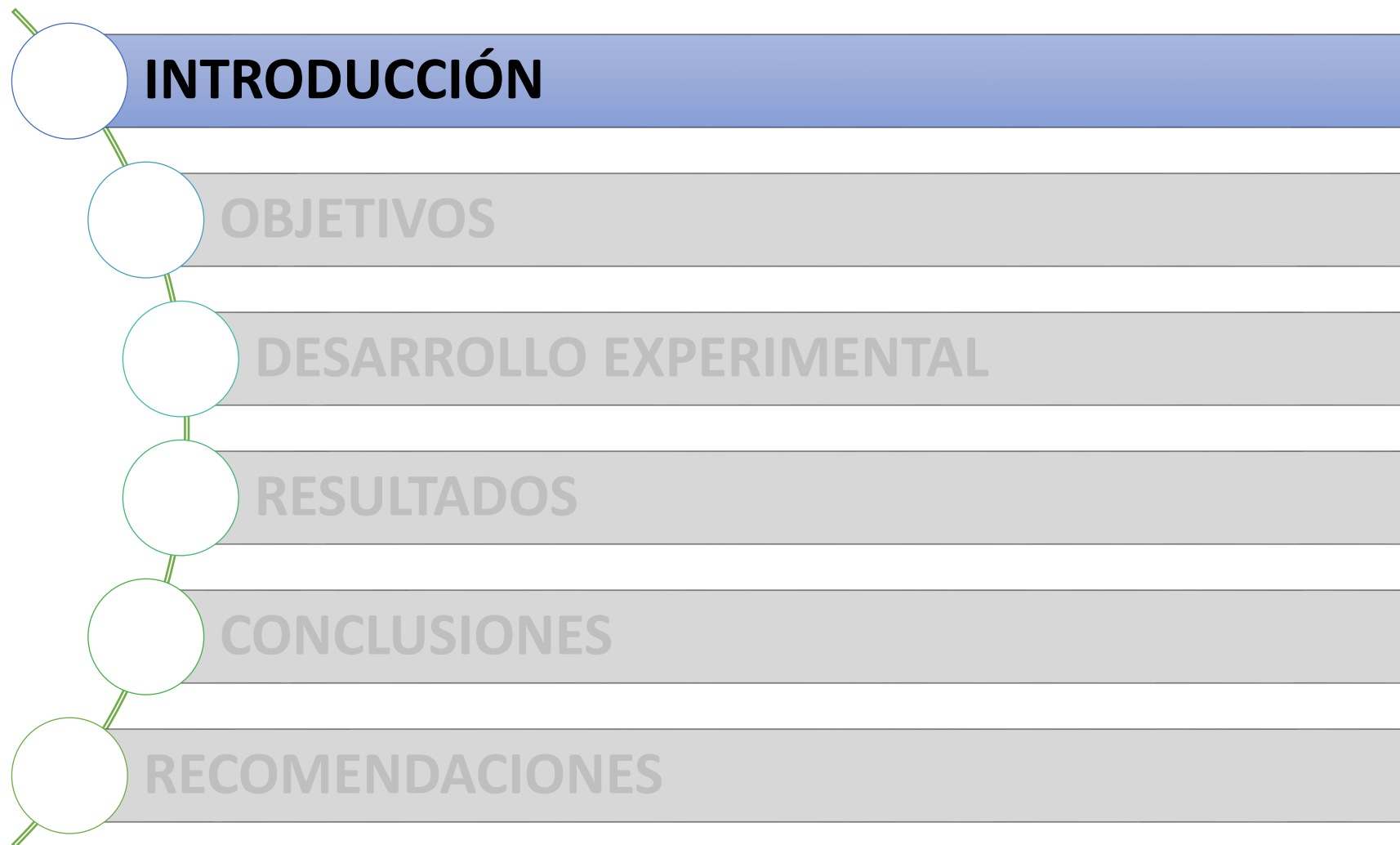


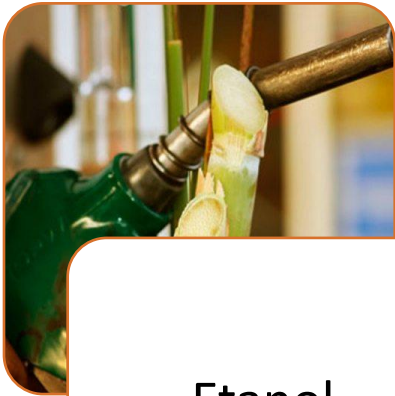
ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS

INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA







Etanol
Anhidro



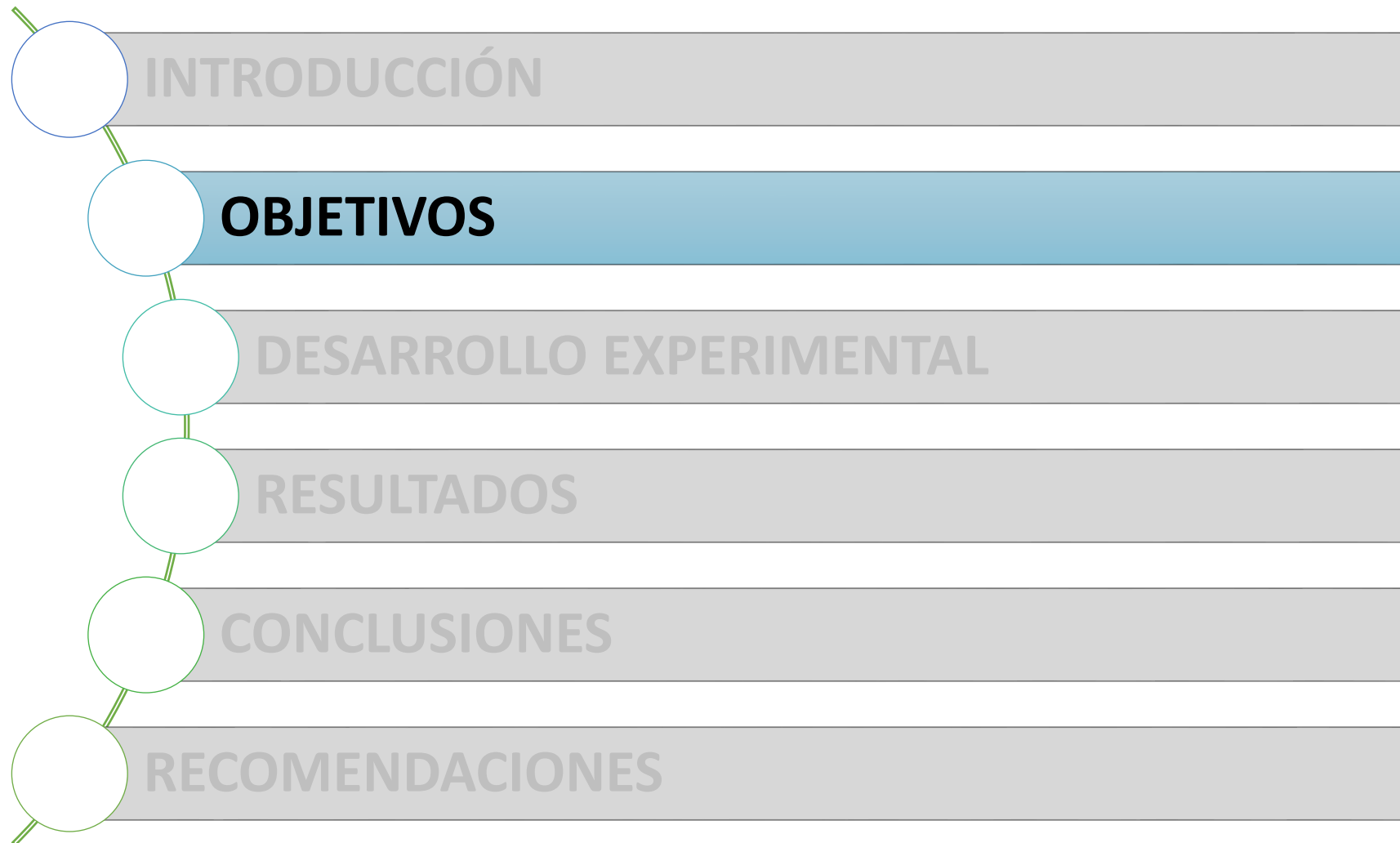
Fusel oil
(subproducto)



Alcohol
isoamílico



Plastificantes





Objetivo General

- Diseñar y simular configuraciones de destilación del proceso de enriquecimiento de alcohol isoamílico utilizando el software PRO/II Process Engineering V10.2 a partir del residuo de aceite de fusel.

Objetivos Específicos

- Determinar la composición química y propiedades físicas de las muestras.
- Conocer mediante simulación como influye el uso de un agente de arrastre en la destilación azeotrópica.



Objetivos Específicos

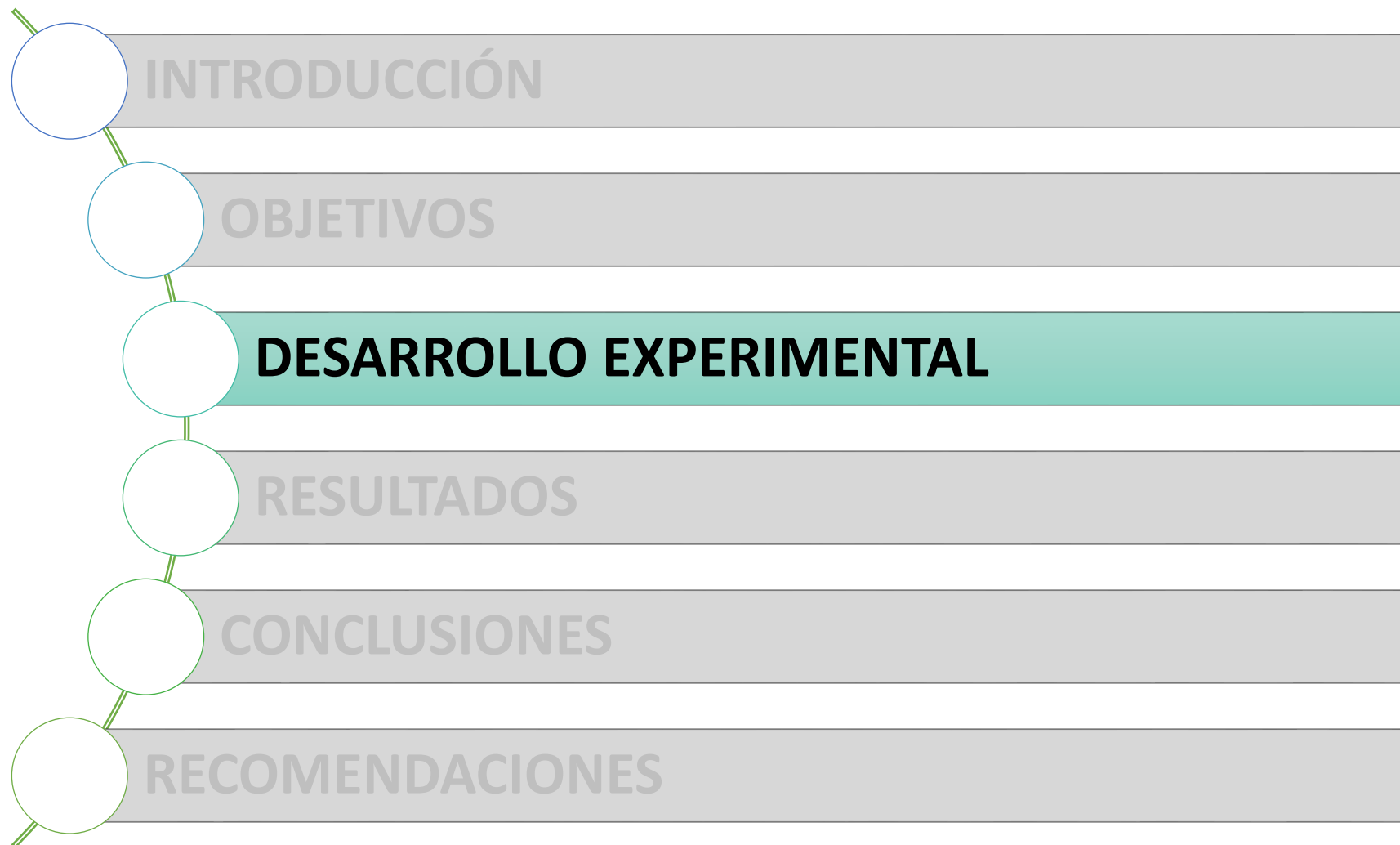
- Determinar la recuperación de alcoholes amílicos, empleando equipos de decantación, columnas de destilación y extracción.
- Emplear un proceso que involucra dos etapas de destilación y purificación para enriquecer alcoholes amílicos.
- Comparar el rendimiento y costos entre las configuraciones propuestas, y seleccionar el arreglo de separación más eficiente y económico.
- Analizar los riesgos y operabilidad del proceso de destilación propuesto, mediante el estudio HAZOP.



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS

INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA



Obtención de la materia prima.

- Las muestras fueron donadas por las empresas SODERAL S.A. y CODANA S.A. En la tabla 1 se detalla la rotulación correspondiente a las muestras.

Tabla 1. Rotulación de muestras

Empresa	Aceite de Fusel	Muestra
SODERAL S.A.	Fresco	M1
	Reposado	M2
CODANA S.A.	Fresco	M3



Figura 1. Muestras de aceite de fusel

Propiedades Físicas.

Color

- Se determinó de acuerdo a la escala de color demostrativa de la norma ASTM D1500.

pH

- Se realizó con el uso de un pH de mesa BT – 675, para cada una de las muestras.

Punto de ebullición

- Se determinó con el uso de un termómetro industrial en un tiempo estimado promedio de 30´ a 1h.

Densidad

- Se realizó con el uso de un picnómetro de acuerdo a la norma INEN 345, corroborando la información con un DENSÍMETRO PORTÁTIL. Marca: METTLER TOLEDO, Modelo: 30PX, Serie: LWE75122

Viscosidad

- Se utilizó el equipo viscosímetro Rotacional de 3 a 2000000 mPas. MARCA: BOECO, MODELO: VRB 3000, SERIE: VT – 1080, con aspa 1.

Volatilidades.

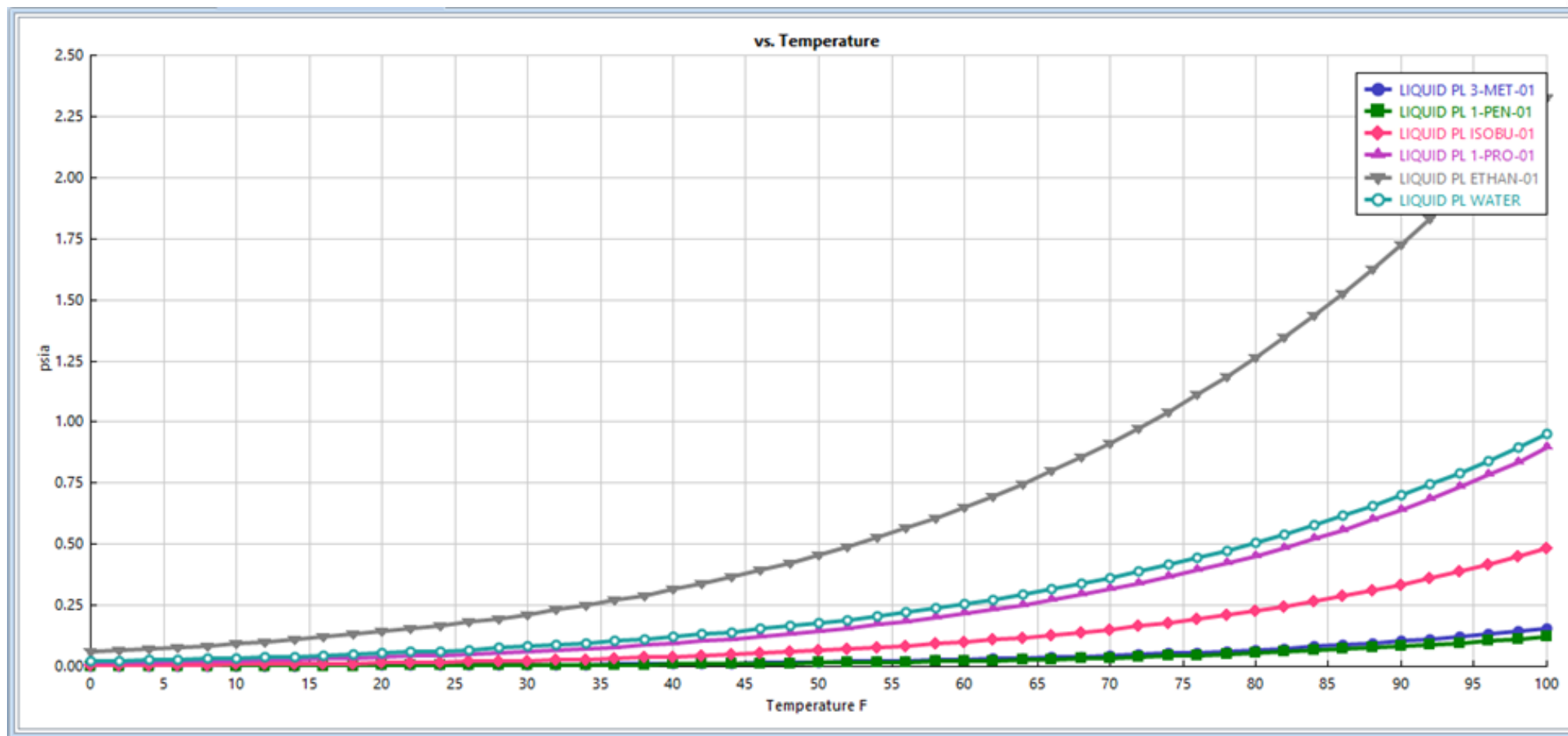
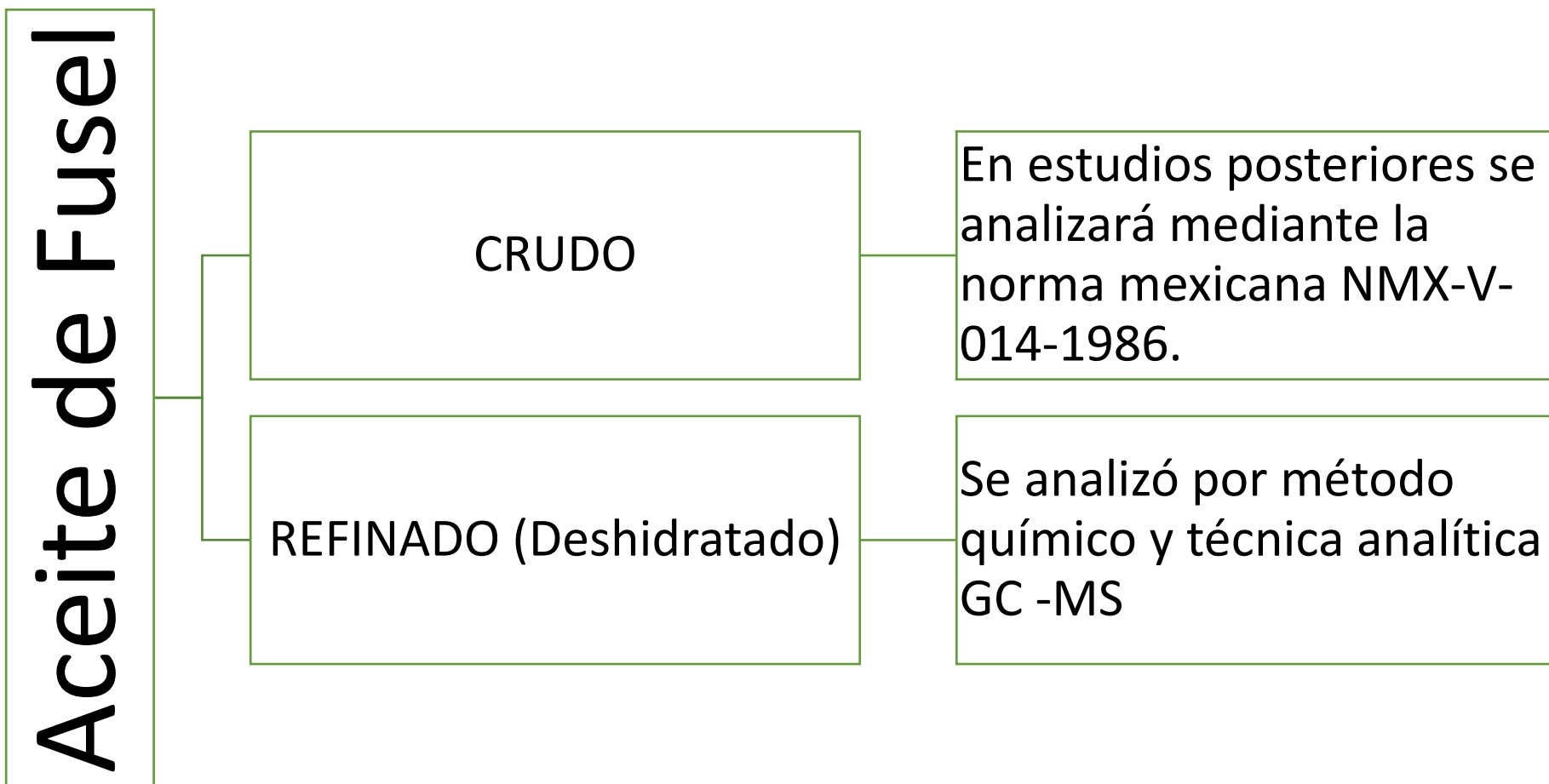


Figura 2. Volatilidades de los compuestos químicos presentes en el aceite de fusel crudo



Composición química.



Preparación de las muestras.

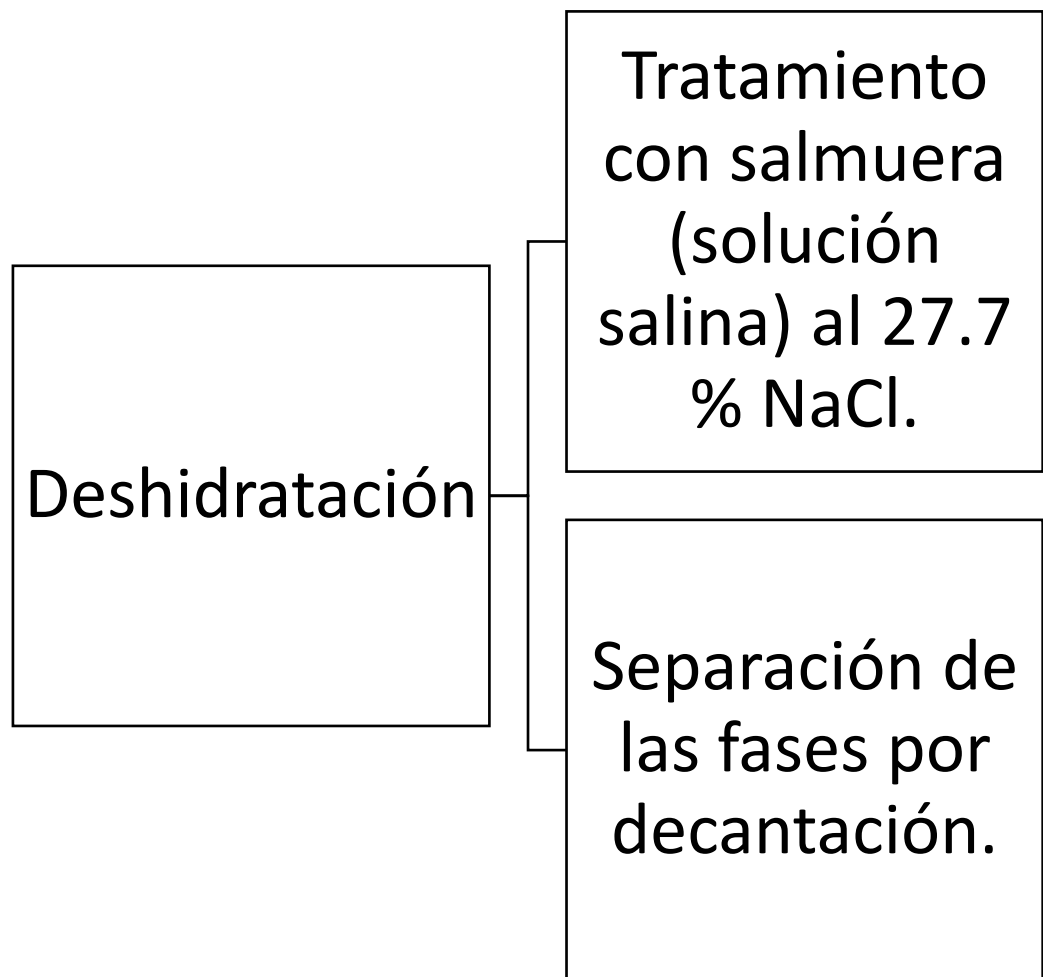


Figura 3. Proceso de decantación

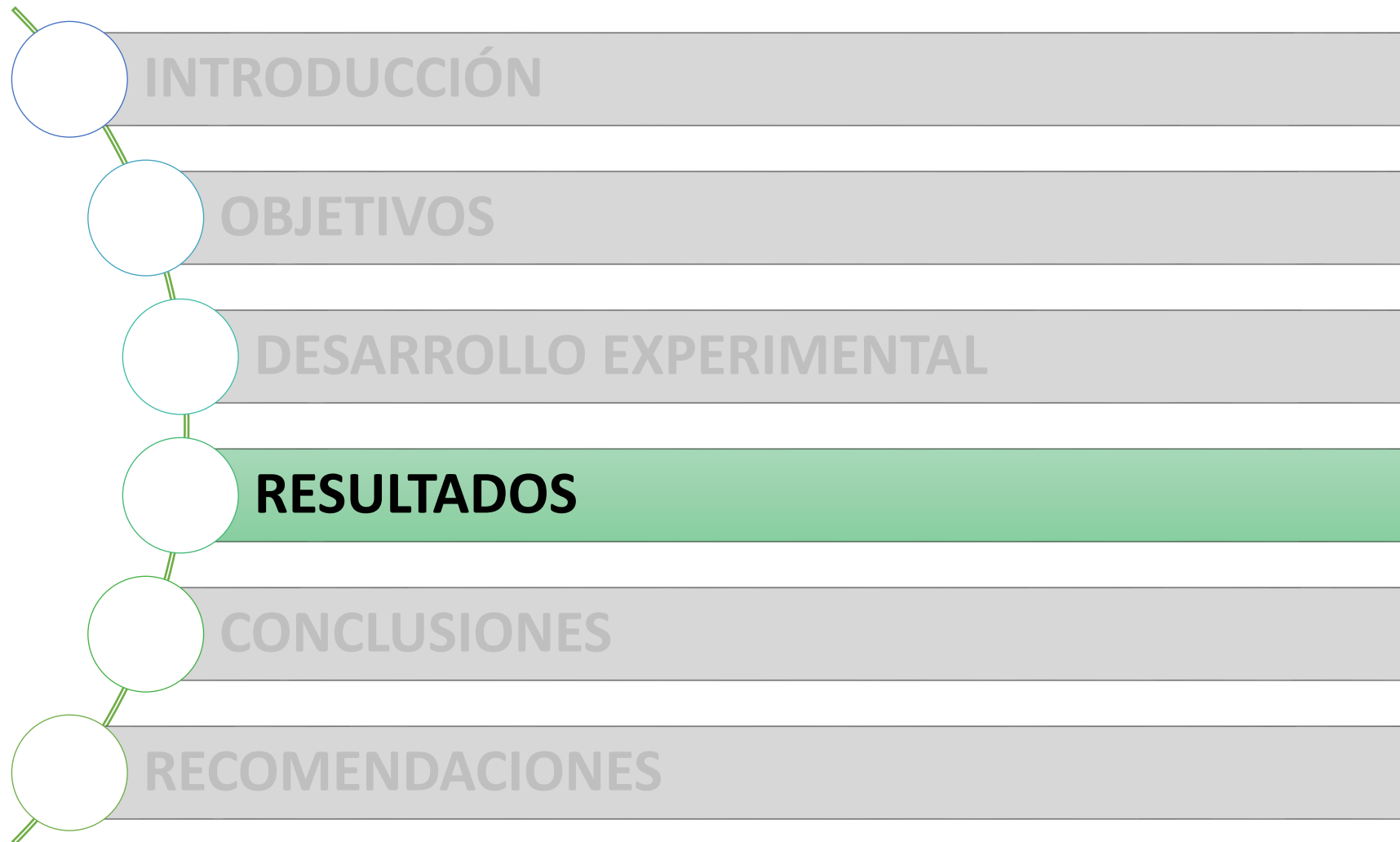


Técnica analítica GC – MS.

- Técnica cualitativa y cuantitativa empleando el equipo Capilar Zebron™ ZB-5MS 30 m x 0.25mm x 250 μm.

Tabla 2. Condiciones de operación

	Tiempo experimental	12.00 min
	Tiempo de retardo	0
	Volumen de inyección	0.5 μL
Programa de temperatura del horno	Temperatura Inicial	35 grados por 3.50min
	Rampa 1	50.0 grados/min para 250 grados, mantener durante 4.20 minutos.





Propiedades físicas.

Tabla 3. Resumen de las propiedades físicas del aceite de fusel

Prueba	Color	pH	Viscosidad (Cp)	Densidad (g/cm^3)	Punto de ebullición ($^{\circ}C$)
M1	0.5	5.47	9.0	0.968	85
M2	1.0	6.05	9.0	0.838	80
M3	6.5	4.47	9.0	0.845	115

Aceite de fusel Crudo.

Tabla 4. Composición ideal del aceite de fusel crudo para simulación

	Componentes	Porcentaje Fracción	Fracción masa
		masa	
A	Etanol	0.0866	8.66
B	Propanol	0.094	9.4
C	Isobutanol	0.0671	6.71
D	Agua	0.1531	15.31
E	Alcohol isoamílico	0.5987	59.87
F	Pentanol	0.0005	0.05
	Total	1	100



Condiciones de entrada.

- Flujo de alimentación de 100 kg/h (estimado de producción por planta) y una recuperación de 90% de alcohol isoamílico.
- El paquete termodinámico utilizado en la simulación es NRTL.
- Las condiciones preliminares de operación de la columna y los tipos de condensador (total o parcial), son proporcionados por el uso del algoritmo que se presenta en la figura 5.

Flash

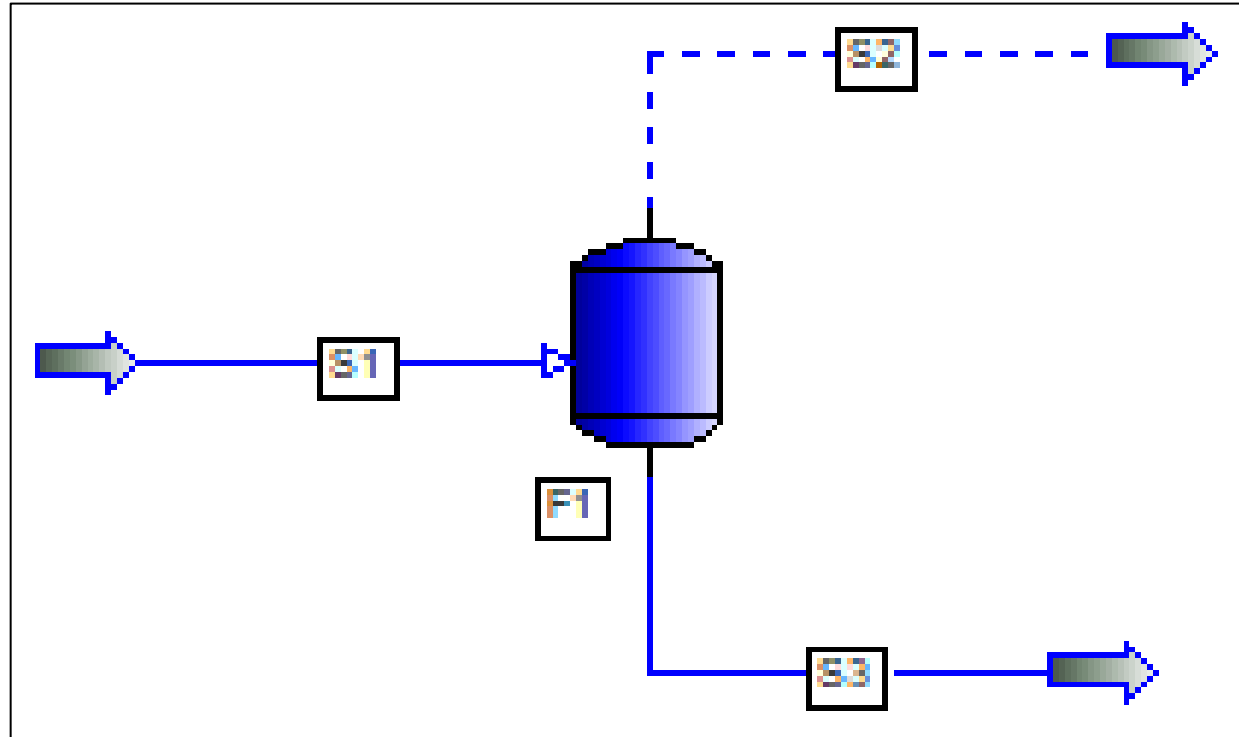


Figura 4. Equipo flash

Nota. El gráfico representa el equipo flash que determina la presión preliminar de operación.

Flash

Tabla 5. Resumen de las propiedades del equipo Flash

Nombre Flash		F1
Descripción Flash		
Temperatura	F	120.0000
Presión	PSIA	1.9266
DP	PSI	0.0000
Duty	MM BTU/HR	-0.0000

Algoritmo

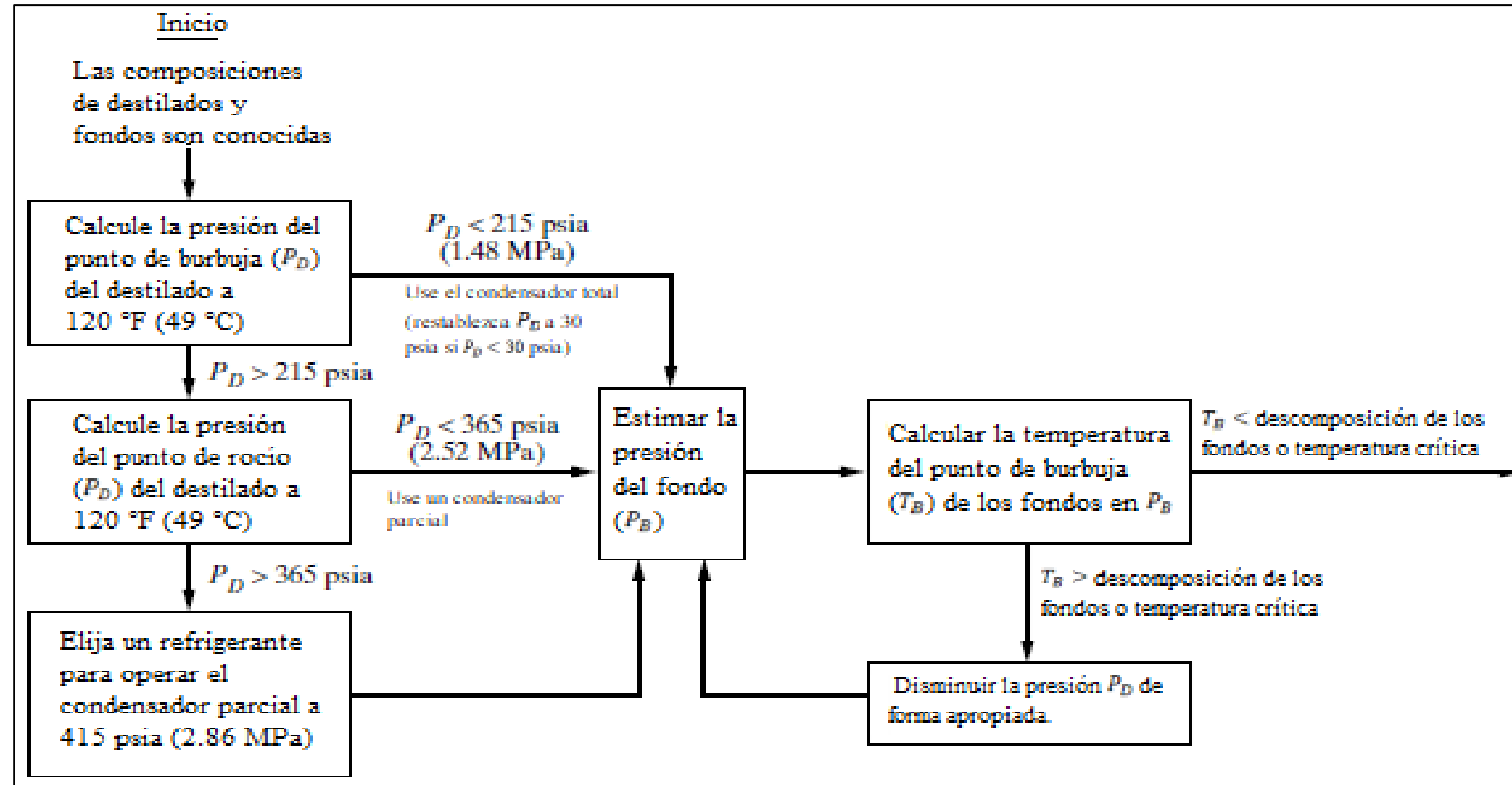


Figura 5. Algoritmo para establecer la presión de la columna de destilación y el tipo de condensador

Fuente: (Seider, Seader, Lewin, & Widagdo, 2009)

Configuración 1

- Esta configuración utiliza destilación azeotrópica heterogénea con benceno como agente de arrastre.
- Para determinar la relación de reflujo, el número de etapas teóricas mínimas y el plato óptimo de alimentación se emplea el equipo shortcut propio del software (Fig. 6).

Shortcut

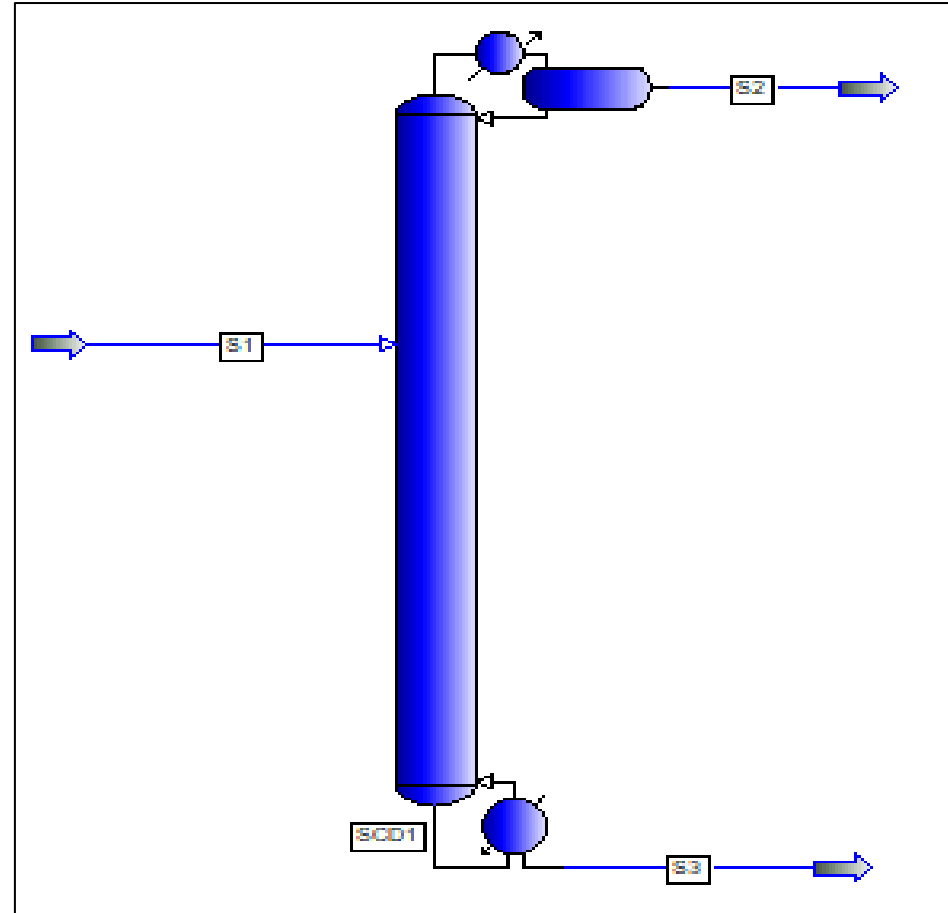


Figura 6. Equipo shortcut.

Shortcut

Tabla 6. Resumen de cálculos del equipo shortcut

RESUMEN DE CÁLCULOS UNDERWOOD

RELACIÓN MÍNIMA DE REFLUJO	0.73010	
→ CONDICIÓN DE ALIMENTACIÓN Q	1.00000	
→ BANDEJAS MÍNIMAS FENSKE	7.01207	
TASA OPERATIVA DE REFLUJO	2.00 * R-MINIMUM	= 1.4602



Configuración 1

- Los datos obtenidos en el equipo shortcut se utilizan para la simulación de una columna de destilación azeotrópica heterogénea, que se ilustra en la figura 7. Los componentes del aceite de fusel forman un azeótropo heterogéneo ternario agua + etanol + alcohol isoamílico (Ferreira et al., 2013). El agente de arrastre benceno induce la división en fase líquida y permite cruzar el límite de destilación de las especies a separar (Seider et al., 2009).

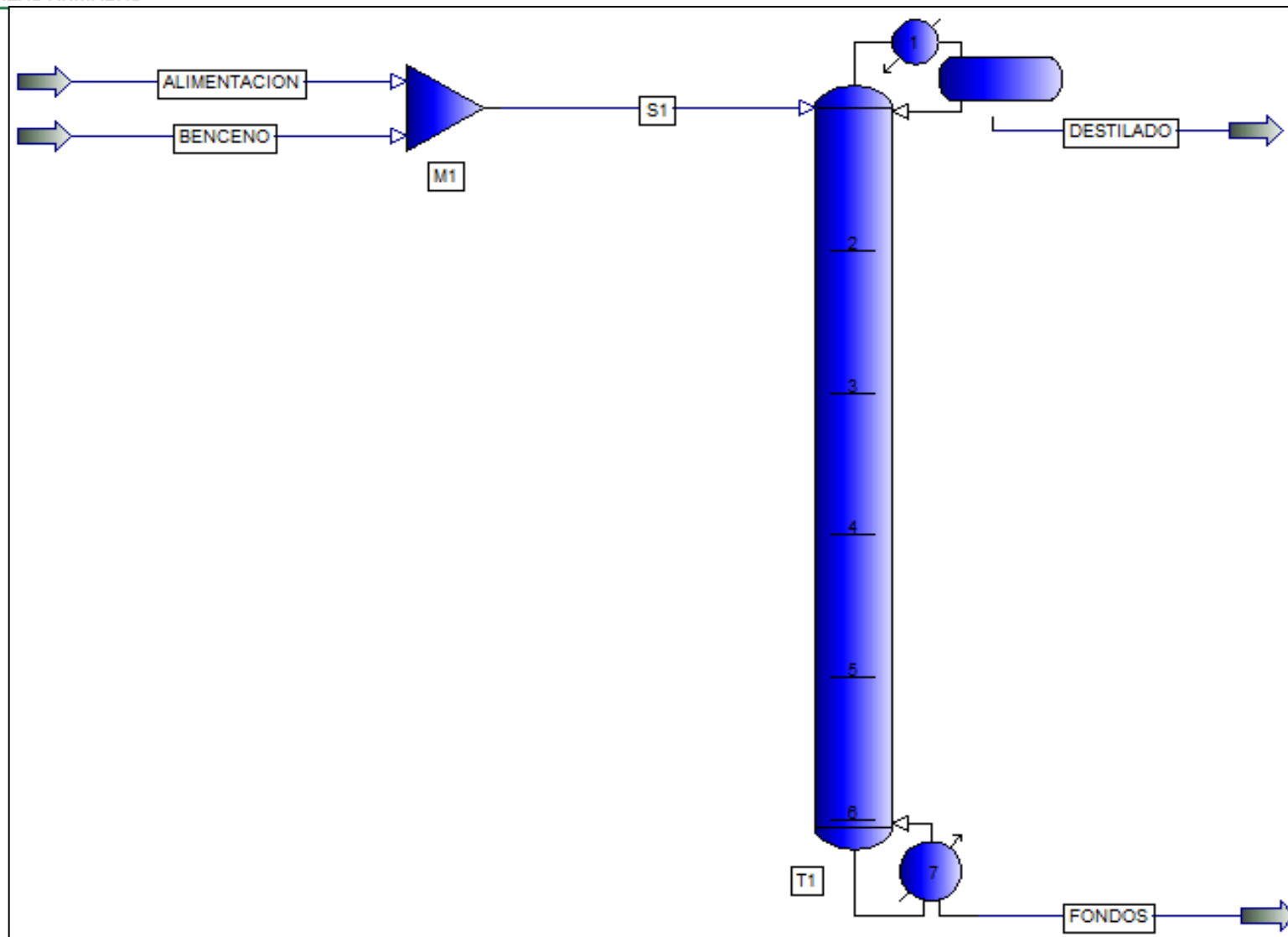


Figura 7. Configuración 1

Tabla 7. Propiedades de Flujo – lista de balance de materia (configuración 1)

Nombre de la corriente	Alimentación	Benceno	S1	Destilado	Fondos
Fase	Liquido	Liquido	Mezcla	Liquido	Liquido
Temperatura (F)	240.012	232.401	216.871	191.115	325.657
Presión (PSIA)	35.080	35.080	35.080	30.000	40.000
Flujo (LB-MOL/HR)	3.465	0.564	4.029	3.607	0.422
Composición					
3M1BUALC	0.346	0.000	0.297	0.216	0.990
PNTUALC	0.000	0.000	0.000	0.000	0.001
IBA	0.046	0.000	0.040	0.043	0.007
PRPLALC	0.080	0.000	0.068	0.076	0.001
EA	0.096	0.000	0.082	0.092	0.000
H2O	0.433	0.000	0.372	0.415	0.000
BENZENE	0.000	1.000	0.140	0.156	0.001



Configuración 2

- La corriente de alimentación (S1) ingresa al decantador que genera a su vez dos corrientes de salida. La corriente orgánica 1 se alimenta a una columna de destilación (T2) y la corriente acuosa 1 se alimenta a la columna de extracción (T1) para recuperar los alcoholes presentes en esta fase. La columna de extracción recupera mayor porcentaje de alcohol isoamílico en la corriente orgánica 2, que es realimentada a la columna de destilación, logrando una recuperación superior de alcohol isoamílico por los fondos.

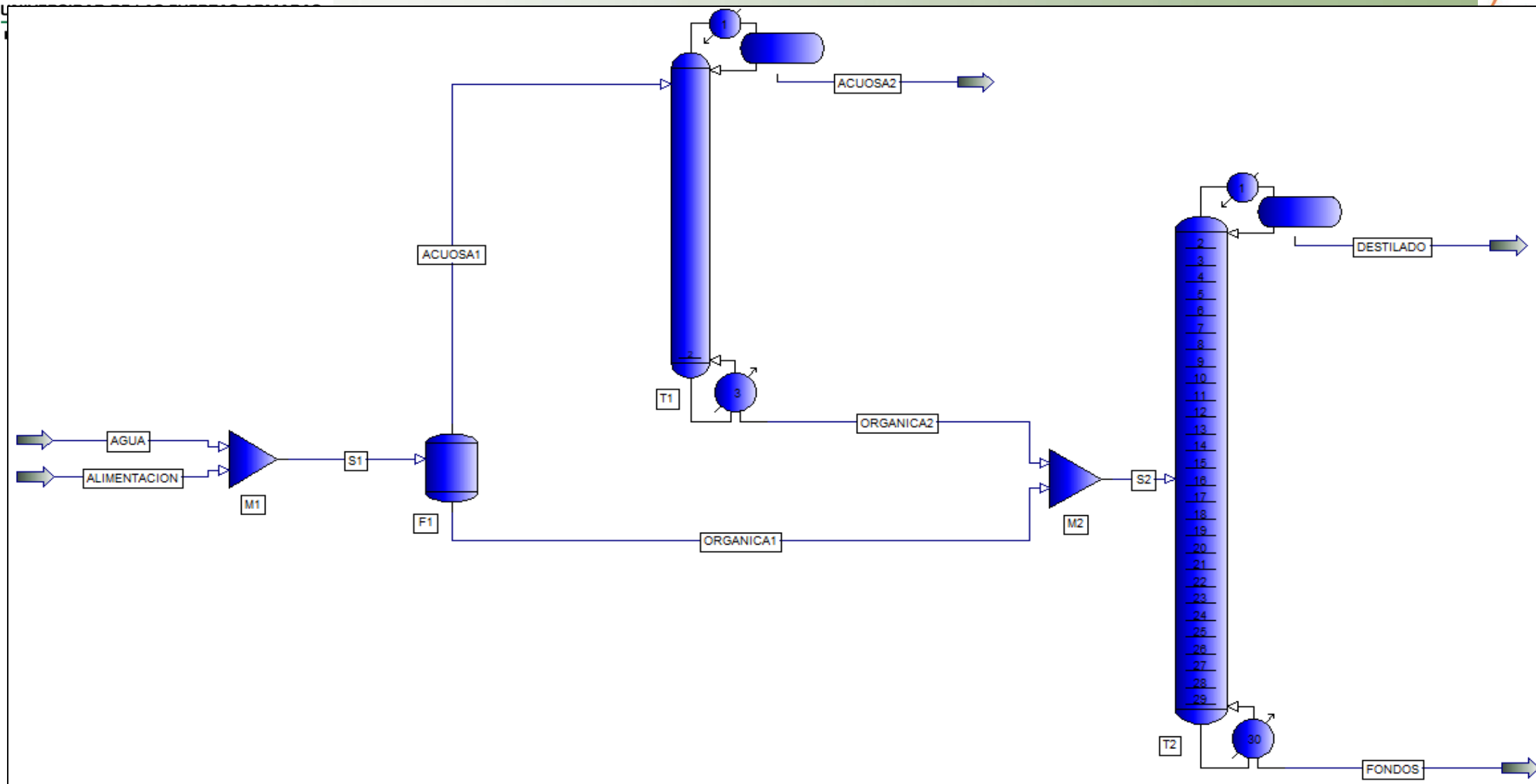


Figura 8. Configuración 2



Tabla 8. Propiedades de Flujo – lista de balance de materia (configuración 2)

Nombre de la corriente	AGUA	ALIMENTACIÓN	ACUOSA1	ORGANICA1	ACUOSA2	ORGANICA2	DESTILADO	FONDO
Fase	Liquido	Liquido	Vapor	Liquido	Liquido	Liquido	Liquido	Liquido
Temp. (F)	259.50	240.012	268.524	268.524	229.25	288.451	221.97	323.05
Presión (PSIA)	35.080	35.080	35.080	35.080	30.000	40.000	30.000	40.000
Flujo (LB-MOL/HR)	0.122	4.374	4.391	0.106	3.807	0.583	0.114	0.575
Composición								
3M1BUALC	0.000	0.346	0.326	0.749	0.254	0.800	0.000	0.950
PNTYALC	0.000	0.000	0.000	0.001	0.000	0.001	0.000	0.001
IBA	0.000	0.046	0.045	0.050	0.043	0.058	0.130	0.042
PRPLACL	0.000	0.080	0.078	0.061	0.080	0.062	0.337	0.007
EA	0.000	0.096	0.094	0.038	0.105	0.026	0.169	0.000
H2O	1.000	0.433	0.456	0.101	0.518	0.053	0.364	0.000



Configuración 3

- En la primera etapa el aceite de fusel (S1) se alimenta a una columna de destilación (T1) para separar una mezcla de componentes más ligeros y recuperar los componentes pesados. En la segunda etapa, los componentes pesados (S3) se alimenta a una columna de purificación para extraer el etanol y agua por la parte superior y obtener alcohol isoamílico de alta pureza por la parte inferior. La corriente (S5) arrastra una cantidad pequeña de alcohol isoamílico, por lo tanto, está corriente ingresa a un decantador que divide la corriente en dos fases líquidas, una fase acuosa y una fase orgánica que se realimenta a la corriente S3, para tener una mayor tasa de recuperación y mayor recuperación de alcohol isoamílico.

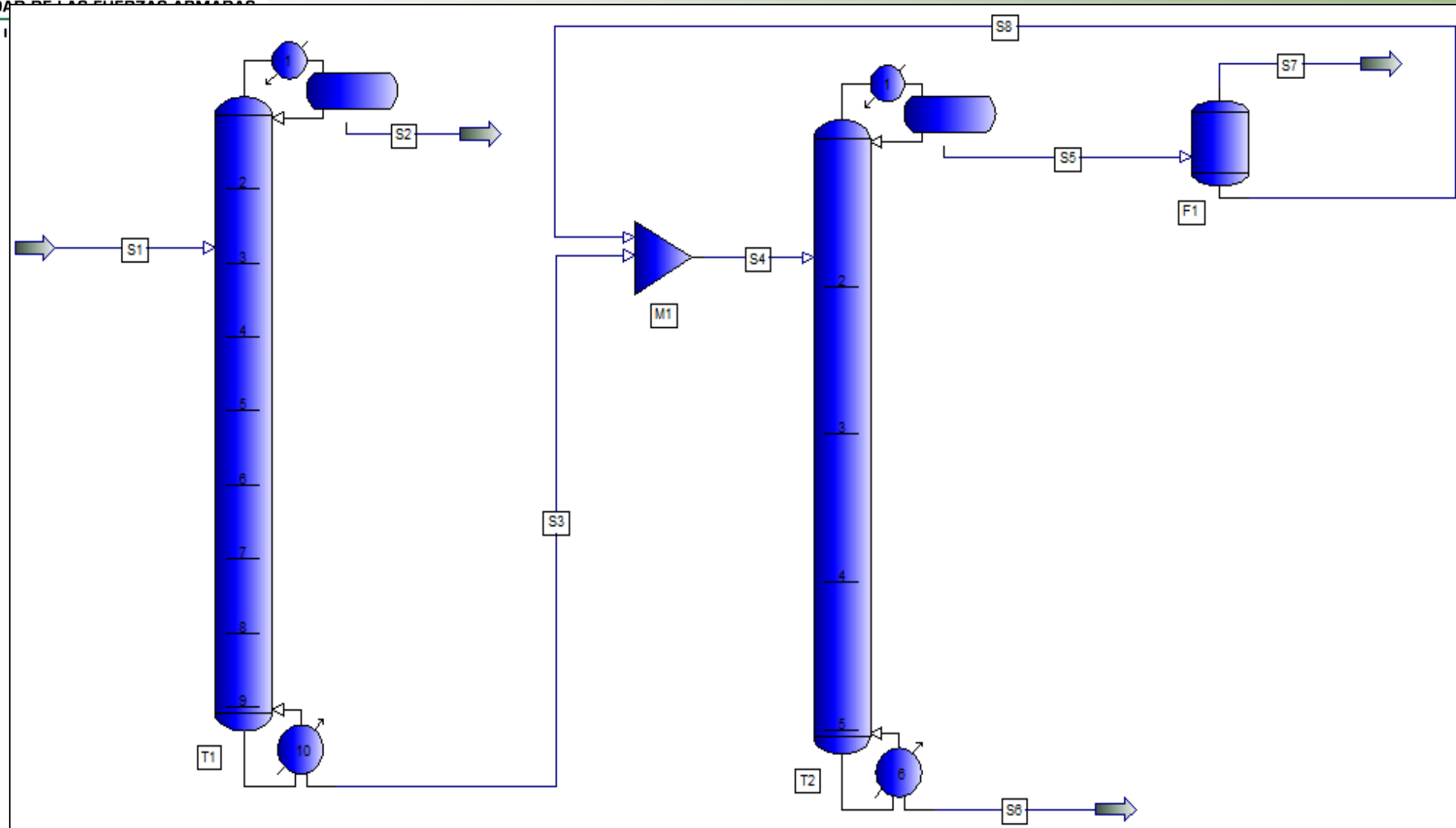


Figura 9. Configuración 3

Tabla 9. Propiedades de Flujo – lista de balance de materia (configuración 3)

Nombre de la corriente	S1	S2	S3	S4	S5	S7	S8	S6
Fase	Liquido	Liquido	Liquido	Mezcla	Liquido	Vapor	Liquido	Liquido
Temperatura (F)	240.012	223.901	276.109	268.673	258.189	282.522	282.522	325.702
Presión (PSIA)	35.080	30.000	40.000	30.000	30.000	30.000	30.000	40.000
Flujo (LB-MOL/HR)	4.331	2.556	1.775	2.856	2.092	1.014	1.079	0.764
Composición								
3M1BUALC	0.346	0.086	0.720	0.750	0.663	0.517	0.800	0.990
PNTYALC	0.000	0.000	0.001	0.000	0.000	0.000	0.000	0.001
IBA	0.046	0.030	0.069	0.076	0.101	0.116	0.088	0.007
PRPLALC	0.080	0.073	0.089	0.086	0.117	0.155	0.082	0.002
EA	0.096	0.149	0.018	0.014	0.020	0.032	0.008	0.000
H2O	0.433	0.661	0.103	0.072	0.099	0.181	0.022	0.000



Comparación Rendimiento/Costo

Tabla 10. Comparación de Rendimiento/ Costo entre las tres configuraciones)

	Configuración 1	Configuración 2	Configuración 3
TAC \$ (Costo Anual total) en KWh	3928.4	9273.6	12783.4
Recuperación (%)	99	95	99

Análisis HAZOP

Descripción del Proceso:

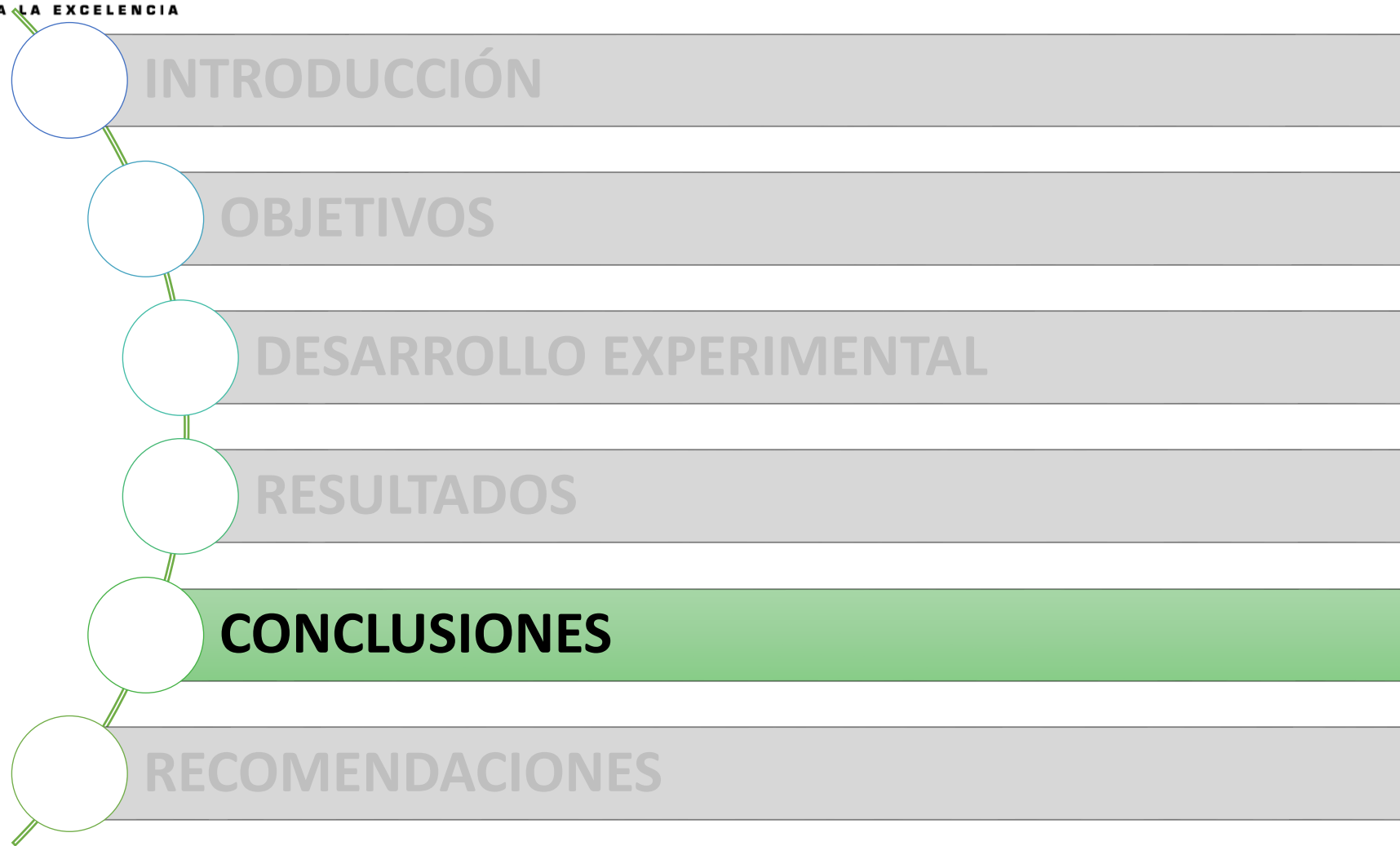
- Se define la columna de destilación azeotrópica heterogénea, es decir, la configuración 1 (Fig. 7), como elemento de estudio.

Tabla 11. Análisis HAZOP

Parámetro	Palabra Guía	Desviación	Causas	Consecuencias	Prevención
Flujo	Nada	No existe Flujo.	<ul style="list-style-type: none">-Ruptura en la línea de tuberías.-Control de válvula cerrado por el operador.-Daño en la bomba.	<ul style="list-style-type: none">- Fuga en las corrientes de entrada.- Parada de la columna.- Pérdida de producción.	<ul style="list-style-type: none">- Colocar un sensor de flujo.- Plan de mantenimiento en válvulas, tuberías y bombas.- Contar con un sistema de alarmas.
Temperatura	Menos	Contenido de la columna más frío de lo necesario.	<ul style="list-style-type: none">- Error o falla en el rehervidor.- Corrosión.	<ul style="list-style-type: none">- Mala separación de los componentes.- Baja calidad de los productos.	<ul style="list-style-type: none">Revisión periódica de los equipos.- Revestido de goma en los equipos.

Tabla 11. Análisis HAZOP

Parámetro	Palabra Guía	Desviación	Causas	Consecuencias	Prevención
Presión	Más	Mayor presión que lo necesario.	<ul style="list-style-type: none">- Aumento descontrolado de las corrientes de alimentación.- Disminución de la cantidad de flujo en la alimentación.	<ul style="list-style-type: none">- Disminución en la cantidad de producto.- Mala calidad de producto, no cumple con la especificación deseada.	<ul style="list-style-type: none">- Revisar con frecuencia el correcto funcionamiento de los sensores de presión y flujo.
Composición	Menos	Contenido de la columna con menos composición que la deseada	<ul style="list-style-type: none">-Contaminación presente en la columna.- Platos con presencia de corrosión.- Platos deteriorados.	<ul style="list-style-type: none">- Baja calidad de producción.- Pérdidas significativas en la producción.	<ul style="list-style-type: none">- Tener un plan de limpieza.- Cumplir con la vida útil de los equipos y reemplazarlos de ser necesario.





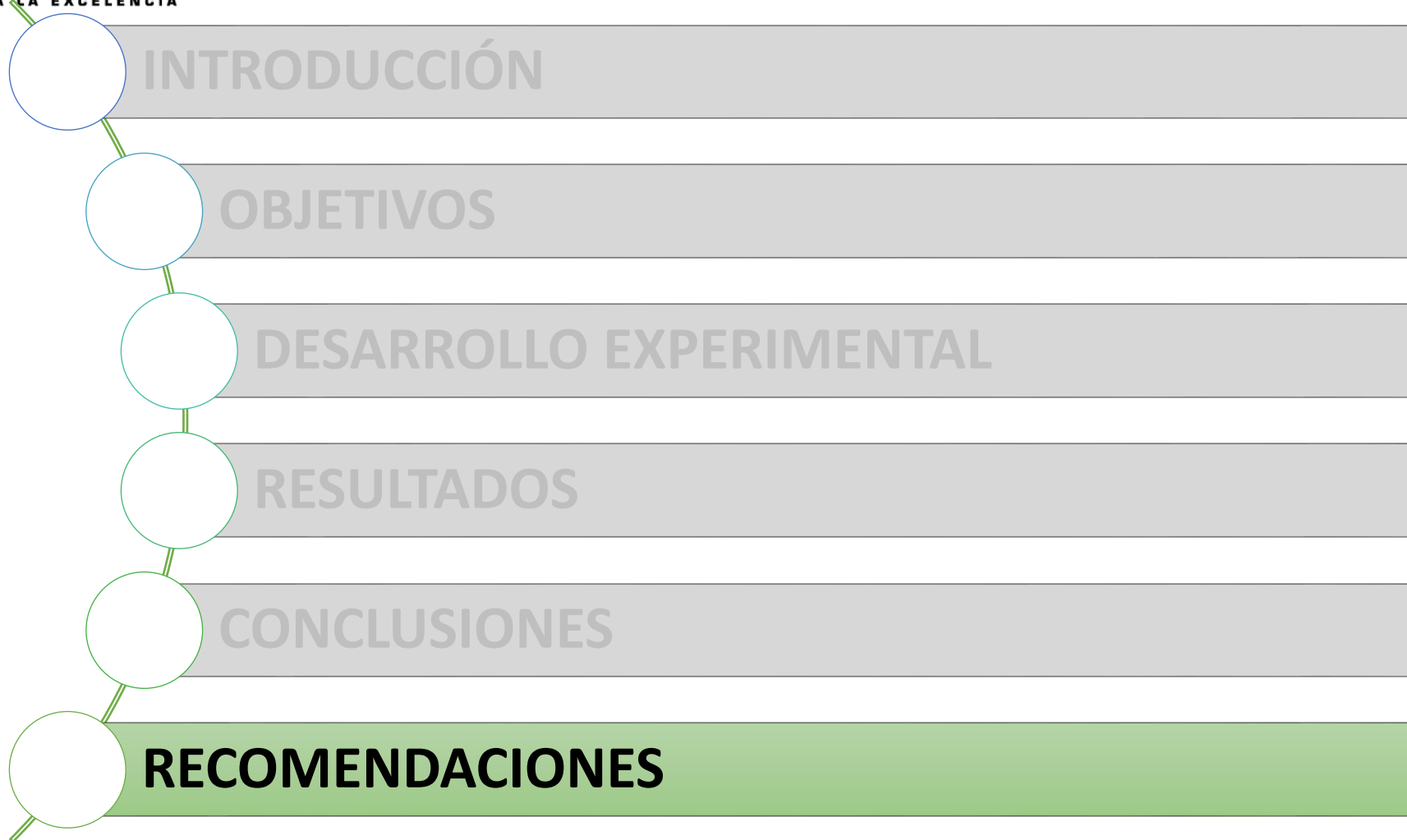
- Se deshidrató el aceite de fusel por el método de decantación que representó un método de extracción L – L rápido y eficaz, considerando principalmente que la solución salina enriquece los alcoholes superiores C5 y absorbe los alcoholes inferiores (C2 – C4).
- Se determinó la composición química del aceite de fusel deshidratado por la técnica analítica de cromatografía de gases acoplado a un espectrómetro de masas (GC / MS), la muestra M2 contiene la mayor cantidad de alcohol isoamílico con un área de 52.678 %.
- Se determinó las propiedades físicas como color, pH, punto de ebullición, densidad y viscosidad de las muestras analizadas. La muestra con mayor porcentaje de alcohol isoamílico presentó un color de 1.0, pH de 6.05, viscosidad de 9.0 Cp, densidad 0.838 g/cm^3 y un punto de ebullición de 80 °C.



- La configuración uno se realizó por destilación azeotrópica, el agente de arrastre que se empleó fue benceno, el cual indujo la división de la fase líquida y cruzó el límite de destilación formado por el azeótropo heterogéneo (alcohol isoamílico, etanol y agua), la recuperación de alcohol isoamílico se dio por el fondo de la columna y alcanzó una pureza del 99%.
- En la segunda configuración se usó un decantador que redujo el contenido de agua en la corriente de alimentación, esto facilitó el fraccionamiento del aceite de fusel y evitó la pérdida de alcohol superior por la adición de agua; por consiguiente, es necesario utilizar la columna de extracción que enriqueció el alcohol isoamílico en un 95%.
- En la tercera configuración la columna de destilación eliminó los alcoholes inferiores desde C2 hasta C4, y la columna de purificación recuperó en mayor porcentaje los alcoholes amílicos C5; por lo que se comprobó que en simulación emplear columnas convencionales para los dos procesos enriqueció el alcohol isoamílico al 99%.



- Se comparó las configuraciones en cuánto a rendimiento y costos. El mejor arreglo es la configuración uno con un costo total anual mínimo (TAC) en KWh de \$3928.4 y una recuperación de alcohol amílico del 99%.
- Se realizó el análisis de riesgos y operabilidad (HAZOP) para el proceso de destilación azeotrópica, en el cual se reporta el plan de mantenimiento antes, durante y después de la puesta en marcha de la columna, y también se especifica el tiempo adecuado para ejecutar el plan de limpieza, estos parámetros nos permiten cumplir con la vida útil de los equipos.





- En el análisis cromatográfico diluir las muestras a analizar de manera significativa en relación de 1 en 1000, considerando que en una muestra concentrada no fue posible la correcta identificación de componentes.
- Profundizar el estudio de uso de agente de arrastre en destilación azeotrópica heterogénea que permita una mejor recuperación del alcohol isoamílico presente en el aceite de fusel.
- Emplear un decantador en la configuración 2 con dos corrientes de alimentación, aceite de fusel crudo y una solución salina saturada ($H_2O + NaCl$), para reducir en mayor porcentaje el contenido de agua presente en la alimentación y así enriquecer los alcoholes amílicos.
- Corroborar a escala de laboratorio la simulación de la presente investigación para comprobar el porcentaje de recuperación del alcohol isoamílico.



GRACIAS