

Obtención de bioetanol anhidro utilizando una tobera incorporado a una columna de destilación continúa

Cipriano Mendoza Rojas¹, Bernardo Enciso López²

¹Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho, Perú, cmendoza71@hotmail.com

² Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho, Perú, benciso2650@yahoo.com

Resumen. El bioetanol anhidro tiene múltiples aplicaciones en la industria química, farmacéutica, alimentaria, electrónica y últimamente se incrementó su uso como aditivo de la gasolina en forma anhidra. Para su aplicación su concentración debe ser mayor que 98 % en peso (w/w) de etanol con mínimo contenido de agua. Para obtener bioetanol anhidro por encima de su punto azeotrópico (95,5 % w/w), existen muchas tecnologías para romper el azeótropo, pero desde punto de vista energético y operacional son caras. En el presente trabajo se muestra los resultados de obtención de bioetanol anhidro de 98,2 % w/w, empleando una columna de destilación convencional con tobera incorporado en la sección de rectificación para romper mecánicamente el punto azeotrópico. Las pruebas experimentales de destilación continua se han realizado en un equipo experimental diseñado y construido a nivel planta piloto para una relación de reflujo de 2,0; con una alimentación de la mezcla hidroalcohólica, cuya composición varía alrededor del punto azeotrópico en el rango de 90 a 93 % en peso (w/w). Los resultados experimentales se corroboraron con datos de literatura que son muy próximos a 99,0 % w/w. El bio etanol anhidro obtenido no presenta contaminación de otros componentes.

Palabras clave: bioetanol anhidro, destilación continua, difusor tobera, alcohol carburante

Abstrac. The anhydrous bioethanol has diverse applications in many fields such as chemical, pharmaceutical, food, electronic industry and lately his use increase as fuel in the anhydrous form to mix with gasoline. For their applications, the concentration of ethanol must be more than 99 % w/w. To obtain anhydrous ethanol over azeotropic point (95,5 % w/w) exist several technologies developed to break the azeotropic point, and these technologies are expensive from energy and operation point of view. The present research work show the results of the production of 98,2 % w/w of anhydrous bio ethanol, using conventional distillation column with incorporate nozzle in rectifying section to break mechanically the azeotropic point. The experiments was run in an experimental equipment designed and constructed at pilot scale with a reflux ratio of 2,0 and feed mixture's hydro ethanol with concentration around of 90 to 93 % w/w. The experimental results was corroborate with literature dates and it is close to 99,0 % w/w. The anhydrous bioethanol not present any contaminating from others components.

Keywords: anhydrous ethanol, continue distillation, nozzle diffuser, carburant ethanol

Introducción

El bioetanol anhidro para su aplicación como aditivo de la gasolina debe cumplir ciertas restricciones en cuanto a su composición, ya que debe ser mayor a su punto azeotrópico de 95,5 % en peso (w/w) con mínimo cantidad de agua. En Brasil se tiene una amplia experiencia en el uso de bioetanol en el sistema transporte, adicionando a la gasolina entre 20 a 25 % según la disponibilidad del etanol, para el caso peruano lo máximo que se llega es de 7,6 %, con tendencia de aumentar en el futuro según la producción del bioetanol a partir de caña de azúcar. En los últimos 30 años la tecnología de bioetanol se ha desarrolla rápidamente con la finalidad de disminuir los costos de producción de 2,47 dólares/galón en 1978 a 1,43 en 1994 y 0,48 en 1999 (1). Para la producción de bioetanol rectificado hasta el punto azeotrópico existe tecnologías convencionales bien conocidas.

El bioetanol sea en forma rectificada o anhidra presenta múltiples aplicaciones, siendo actualmente el de mayor demanda el bioetanol anhidro para usos como reactivo químico,

solvente orgánico, como materia prima para muchas industrias o como producto intermedio para elaborar plásticos, lacas, cosméticos, también, se usa en la industria de farmacéutica en la formulación de medicamentos, producción de biodiesel, electrónica e industria militar, y últimamente se incrementó su uso como combustible en forma anhidra para mezclar con la gasolina, sin embargo, para su aplicación debe cumplir ciertas restricciones en cuanto a su cantidad y calidad. El problema del uso de bioetanol para mezclar con la gasolina surge por la presencia del agua, porque el bioetanol azeotrópico de 95,5 por ciento en peso (w/w) es inmiscible con la gasolina por su alto contenido del agua (2). Solo el bioetanol mayor a 95.5 % w/w puede ser mezclado con la gasolina, eliminando el problema de formación de dos fases durante la distribución, almacenamiento y uso, para esto se requiere un procedimiento adicional que es costoso en cuanto a energía y equipos, porque mediante procedimientos convencionales de destilación no es posible incrementar la concentración por encima del punto azeotrópico de la mezcla etanol agua. Para la producción de bioetanol anhidro existen diversas tecnologías tales como: deshidratación de etanol por destilación a vacío, destilación azeotrópica, procesos de separación con membranas, proceso de absorción y otros (2). Todos estos procesos han tenido aplicación industrial, pero por problemas de costos operacionales y alto consumo de energía algunos dejaron de ser utilizados. Los procesos que actualmente están siendo utilizados a nivel industrial para la producción de bioetanol anhidro son la destilación extractiva con solventes (el más comercial empleando el etilenglicol) y el proceso de adsorción con zeolitas (caso peruano), sin embargo estos procesos siguen siendo costosos en cuanto a su operación y consumo de energía (3). La operación de destilación extractiva no es sencilla por problemas de manejo de solventes como el etilenglicol, que contamina al producto destilado y a la vez es tóxico (4), en cambio el proceso de adsorción, empleando zeolitas selectivas para adsorber agua de acuerdo a su tamaño molecular, no contamina el producto, pero desde el punto de vista de consumo energético sigue siendo caro. Como antecedente del trabajo se señala que el equipo experimental empleado ha diseñado y construido inicialmente para obtener bioetanol anhidro empleando glicerol como solvente extractor por ser menos tóxico que el etilenglicol y se demostró que es factible obtener bioetanol anhidro, pero desde el punto de vista operativo y la recuperación del solvente por un proceso adicional, hace que este tipo de destilación no sea atractiva (5). Frente a este problema se ha explorado alternativas para modificar el comportamiento azeotrópico de la mezcla etanol agua mediante la generación de un desequilibrio en la columna de destilación. Una de las formas de romper el azeótropo es saltar el punto azeotrópico creando una irreversibilidad dentro de la columna mediante el cambio de la presión y densidad en forma mecánica, introduciendo un dispositivo tobera, cuya función es aumentar la velocidad de flujo del vapor dentro de la columna de destilación disminuyendo su presión (6), con lo cual, se rompe el azeótropo permitiendo el desplazamiento del mismo a una concentración menor a 95,5 % wt, y haciendo posible continuar con la destilación por encima de esta concentración, alcanzando concentraciones superiores a 98,0 % w/w. Tomando en cuenta que para la destilación extractiva y la adsorción, se requiere una alimentación de la mezcla hidroalcohólica cercana a su punto azeotrópico (95,5 % w/w), con esta misma condición se han realizado las pruebas experimentales empleando el dispositivo tobera. Para realizar este trabajo se ha modificado la columna de destilación extractiva a nivel de planta piloto, incorporando el dispositivo tobera en la base de la sección de rectificación. Inicialmente la columna extractiva tenía dos secciones, una de rectificación y otra de extractiva, con la nueva modificación la columna original se transforma en una columna convencional de dos secciones el de rectificación y de agotamiento. El dispositivo incorporado en la base de la sección de rectificación con la finalidad de comprimir el

vapor que asciende del fondo de la columna, luego forzar el flujo de vapor a través de la garganta de la tobera para acelerar su velocidad produciendo un chorro de vapor que se expande originando la mayor vaporización del bioetanol por disminución de la presión a la salida de la tobera, este cambio de presión causa el rompimiento del azeótropo, alterando la volatilidad relativa.

El objetivo de este trabajo es demostrar la factibilidad técnica de obtención de bioetanol anhidro sin contaminante, empleando una columna de destilación convencional, incorporando en la base de la sección de rectificación una tobera para crear un desequilibrio debido a la irreversibilidad del proceso que ocurre en esta.

2. Materiales y métodos

2.1. Materiales

Para las pruebas experimentales se emplea la mezcla hidroalcohólica de etanol agua. El bioetanol que se usa es el alcohol industrial comercial de grado 96 (90 % v/v = 86 % w/w) que se rectifica en la columna de destilación batch para la preparación de la alimentación a diferentes concentraciones de la mezcla etanol agua. Las concentraciones de la mezclas hidroalcohólicas se han determinado utilizando un picnómetro para hallar la densidad, y recurriendo a tablas de concentración frente a la densidad, y para una lectura aproximada de la concentración del bioetanol se ha utilizado el alcoholímetro.

Para incorporar la tobera a la columna de destilación continua se ha empleado dos toberas de diferentes dimensiones, construidos en acero inoxidable calidad 304, cuyas áreas en la sección transversal de la garganta son: tobera de área, $A_1 = 25,7 \text{ mm}^2$ (diámetro de la garganta de tobera, $d_1 = 5,72 \text{ mm}$) y tobera de área, $A_2 = 30,6 \text{ mm}^2$ ($d_2 = 6,24 \text{ mm}$). El diseño de la tobera es la parte más importante, para lograr un adecuado funcionamiento de la columna y lograr el objetivo deseado. Después de haber realizado muchos ensayos con varios dispositivos de tobera de diferentes dimensiones se ha seleccionado los dos señalados para estudiar su acción mecánica de romper el azeótropo.

2.2. Metodología

Para desarrollar el presente estudio se realizó una modificación del equipo original en su diseño instalando una tobera en la base de la sección de rectificación de columna de destilación, tal como se muestra la Figura 1 donde se observa en forma explícita las distintas secciones, sistema de control automático de reflujo, y sistemas para acoplar medidores de temperatura, tanques de almacenamiento reboiler, condensador y principalmente la ubicación de la tobera. El equipo está construido en acero inoxidable, calidad 304, y parámetros y resultados de diseño de la columna de destilación (diámetro de la columna, dimensiones de las secciones, cargas térmicas del reboiler y condensador entre otros), son mostrados en la Tabla 1.

La puesta en marcha y operación del equipo de destilación de la mezcla hidroalcohólica se realizó bajo dos condiciones: primero se lleva a cabo una operación de destilación batch con rectificación para concentrar la mezcla hidroalcohólica y segundo se realiza una destilación continua con rectificación incorporando el sistema difusor tobera a la columna de destilación para romper el azeótropo.

En esta segunda operación se estudió el efecto del área de la gargantada de la tobera y para ello se construyó dos toberas con diferente área trasversal de la garanta. El ensayo se realizó para una operación continua, y se ha medido los diferentes perfiles de

temperatura, en el reboiler y en el tope de la columna, así como el flujo de destilado y concentración, respectivamente para un flujo de alimentación y concentración definida. La Tabla 2 resume los diferentes modos de operación de la columna de destilación con rectificación para una operación batch y continua, con una relación de reflujo fijo de 2,0.

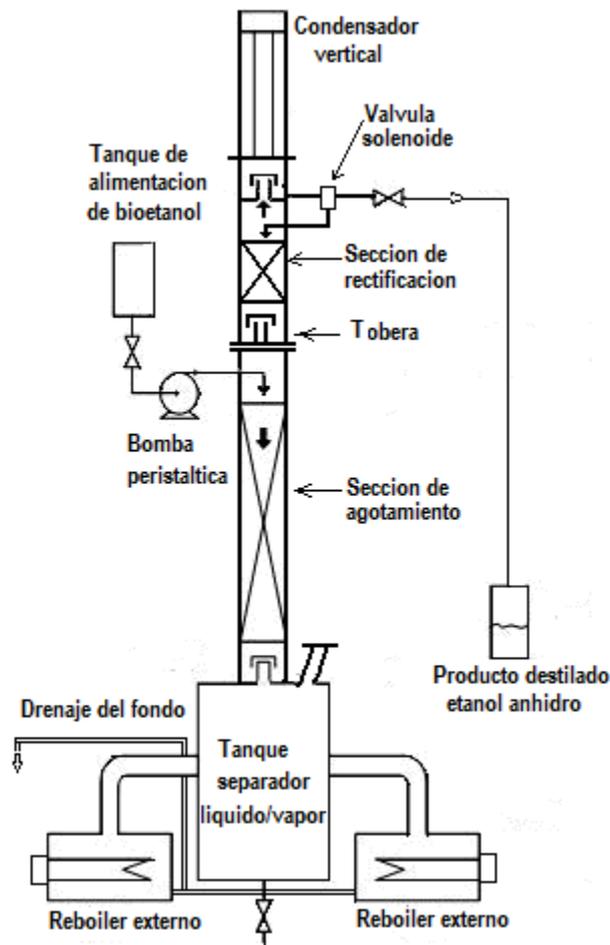


Figura 1. Esquema de una columna de destilación continua para la obtención de bioetanol anhidro con un dispositivo tobera.

Tabla.1. Parámetros y resultados de diseño de la columna de destilación.

Descripción	Características
Diámetro	3 pulgadas OD
Sección de rectificación	0,40 metros
Sección de agotamiento	2,00 metros
Carga térmica rehervidor	5,0 kW
Carga térmica condensador	1,0899 kW
Área de transferencia de calor del condensador	0,1023 m ²
Volumen de rehervidor externo	5 litros/ reboiler
Volumen nominal del tanque separador líquido/ vapor	30 litros
Volumen de operación	20 litros

Tabla 2. Modos de operación de columna de destilación.

Ensayo	Operación con rectificación	Concentración inicial reboiler	Concentración de alimentación continua
1	Batch	50 % en peso	-----
2	Continua con tobera de área A ₁	48 % en volumen	93 % w/w
3	Continua con tobera de Área A ₁	50 % en volumen	90 % w/w
4	Continua con tobera de área A ₂	40 % en volumen	93 % w/w

3. Resultados y Discusión

3.1. Resultados

En la Tabla 3 se resume las condiciones de operación del destilación batch con reificación para una alimentación de 50 % w/w de concentración inicial en el reboiler y una relación de reflujo de 2. Esta experiencia se realiza con la finalidad de determinar la máxima concentración que alcanza a las condiciones de Ayacucho a una presión atmosférica local de 548 mm de Hg.

Tabla.3. Condiciones de operación de destilación batch con rectificación: bioetanol agua.

Descripción	Concentración inicial de la mezcla bioetanol-agua alimentado al reboiler = 50 % w/w
	Ensayo No 1
Temp. fondo de columna	71 °C
Temp. tope de columna	74 °C
Relación reflujo	2,0
Flujo destilado	71 ml /min (= 4,26 litros / h)
Concentración de destilado	93 % en peso (w/w)

La Tabla 4 muestra los resultados de destilación continua con rectificación para ensayos 2 y 3, se utiliza el dispositivo tobera con área de garganta de $A_1 = 25,7 \text{ mm}^2$. El ensayo No 2 opera con una alimentación de la mezcla hidroalcohólica de concentración de 93 % w/w (peso), con una concentración inicial de 32,2 % w/w (peso) alimentado en el reboiler, y el ensayo No 3 opera con 90 % w/w de alimentación y de 40 % w/w de concentración inicial de bioetanol en el reboiler.

Con la finalidad de comparar el efecto del tamaño de la garganta sobre la concentración del destilado, se realizó otro ensayo y para lo cual se utilizó la tobera con un diámetro de garganta mayor $A_2 = 30,6 \text{ mm}^2$. Los resultados de este ensayo No 4 se presenta en la Tabla 5, para una alimentación con una concentración de 93 % w/w (= 95.4 % v/v) y una concentración inicial en el rehervidor de 22 % w/w (= 28,1 % v/v).

Con la finalidad de visualizar el comportamiento del equipo experimental, en la Figura No 2 se presenta la evolución de la concentración de los cuatro ensayos como son: ensayo No 1 destilación batch con rectificación, ensayo No 2, alimentación 93 % w/w y una concentración inicial en el reboiler de 32,8 % w/w para una tobera con $A_1 = 25,7 \text{ mm}^2$, ensayo No 3 opera con 90 % w/w de alimentación y de 40 % w/w de concentración inicial de etanol en el reboiler para la misma tobera de área A_1 , y finalmente el ensayo No 5 para una alimentación con una concentración de 93 % w/w (= 95,4 % v/v) y una concentración inicial en el reboiler de 22 % w/w (= 28,1 % v/v) para una tobera con área $A_2 = 30,6 \text{ mm}^2$

Tabla 4. Condiciones de operación de destilación continua con rectificación sistema etanol agua.

Descripción.	Operación continua con rectificación: Reflujo = 2			
	Ensayo 2		Ensayo 3	
	Aliment. 93 % w/w	Reboiler 32,8 % w/w	Aliment. 90 % w/w	Reboiler 40 % w/w
Temp. fondo de columna	74,6		74,1	
Temp. tope de columna	Rango 68,2 a 68,9°C		Rango 70,7 a 70,9 °C	
Relación reflujo	2,0		2,0	
Alimentación	71,42 ml/min		34,88 ml/min	
Flujo de destilado	50 ml/min		46,9 ml/min	
Concentración de destilado	98,2 % w/w = 99 % v/v		97 % w/w = 98,1 % v/v	

Tabla 5. Tabla 4. Condiciones de operación de destilación continua con rectificación.

Descripción	Ensayo 4	
	Alimentación 93 % w/w	Rehervidor 23 % w/w
Temperatura fondo de columna	75,6 °C	
Temperatura tope de columna	Rango de 69,2 a 70,1°C	
Relación reflujo	2,0	
Alimentación.	84,0 ml/min	
Flujo de destilado	23 ml/min	
Concentración de destilado	96,5,0 % w/w (= 97. 9 % v/)	

3.2 Discusión

De los resultados experimentales de destilación batch con rectificación, Ensayo No 1 (Tabla 3), para una alimentación inicial en el reboiler de 50 % v/v y para una relación de reflujo 2, la máxima concentración que alcanza en el producto destilado es de 93 % w/w, valor que coincide con los resultados de destilación a escala industrial (7) y es cercana al punto azeotrópico de 95,5 % w/v.

Para una tobera con área de garganta de $A_1 = 25,7 \text{ mm}^2$, ensayo No 2 (Tabla 4), se observa que para una alimentación cercana a su punto azeotrópico, 93 % w/w y un contenido

inicial en el rehervidor de la mezcla hidroalcohólica de 32,8 % w/w, el producto destilado alcanza la máxima concentración de 98,2 % w/w (en peso), valor por encima del punto azeotrópico de 95,5 % w/w, lo que demuestra que el uso de la tobera ha roto el punto azeotrópico. Este resultado se verifica para otra condición de ensayo No 4 (Tabla 4). De este resultado se observa que para una alimentación de 90 % w/w y una concentración inicial en el reboiler de 40 % w/w, la máxima concentración que alcanza es de 97 % w/w, valor que también está por encima del punto azeotrópico, pero menor en concentración respecto al ensayo No 2. Estos resultados demuestran que para mejorar la concentración del destilado es necesario alimentar una mezcla con una concentración mínima de 93 % w/w, es decir cercana al punto azeotrópico.

Para una tobera con una área transversal de la garganta de $A_2 = 30,6 \text{ mm}^2$, los resultados presentados en la tabla 5 (ensayo 5), De los resultados se observa que la concentración máxima alcanzada corresponde a 96,5 % w/w. De la comparación de resultado con el ensayo No 2, se demuestra que el área de la garganta de tobera tiene influencia en la modificación del comportamiento azeotrópico de la mezcla bioetanol agua.

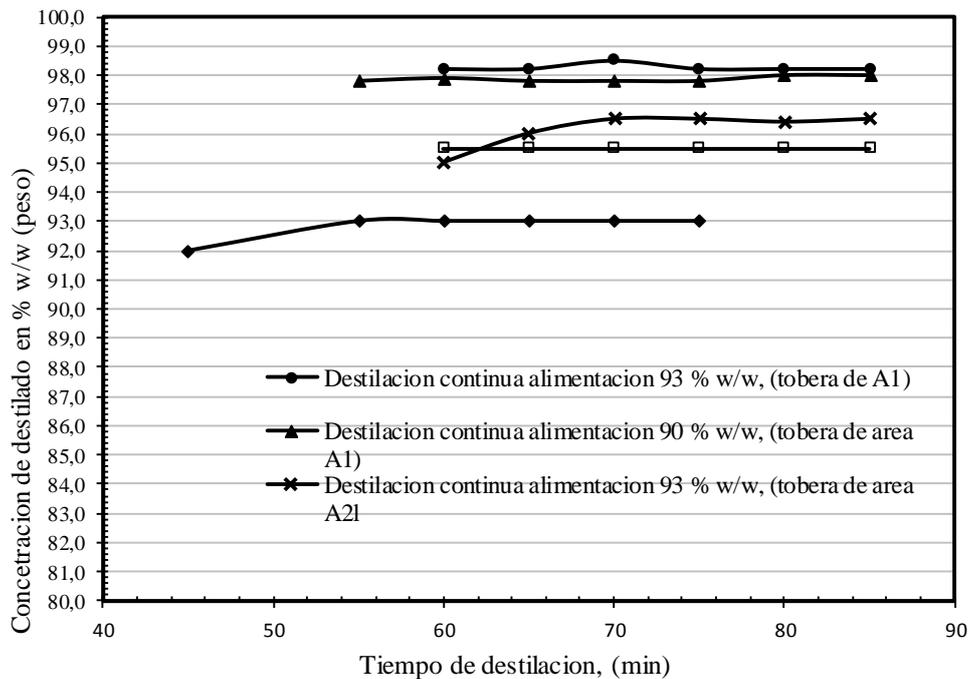


Fig. 2. Evolución de concentración de destilado.

Una menor área en la garganta de la tobera produce una mayor compresión del vapor, que al atravesarla aumenta su velocidad y al abandonar la tobera el vapor se expande, disminuyendo la presión, lo que produce mayor evaporación del etanol originado el enfriamiento del vapor. Así para el ensayo No 2 (menor área de garganta), la temperatura en el tope está en el rango de 68,2 °C a 69,9 °C, que corrobora los resultados de composición del destilado, $x_D = 98,2 \text{ % w/w}$, y esto a su vez origina mayor producción del flujo de destilado, en cambio con el ensayo No 4 (mayor área de la garganta) ocurre lo contrario, la temperatura en el tope está en rango de 69,2 °C a 70,1 °C, apreciando menor concentración de destilado y de flujo.

De Figura 2 se observa que la concentración del punto azeotrópico corresponde a 95,5 % w/w, en cambio, la concentración de los tres ensayos está por encima de la concentración azeotrópica, alcanzando para uno de los experimentos valores de 98,2 % w/w de concentración que se aproxima a los resultados de la literatura que es 99 % w/w.

4. Conclusiones

De los resultados obtenidos se observa que es factible producir etanol anhidro de 98.2 % w/w para utilizar como aditivo de la gasolina, modificando el comportamiento azeotrópico incorporando una tobera en la columna de destilación convencional, sin recurrir a otro tipo de destilación que emplee solventes, con sus respectivos sistemas de recuperación o consuma mayor energía.

Se observa que la tobera de menor área de garganta produce altas concentraciones de destilación, $x_D = 98,2 \text{ \% w/w}$ (99 % v/v), valor próximo producido por otros métodos (99,3 % v/v) como la destilación extractiva empleando etilén glicol como solvente.

La concentración de la alimentación debe estar cerca a su punto azeotrópico (95,5 % w/w) para que se rompa el azeotropo. Este hecho se corrobora con el ensayo No 3, obteniendo etanol anhidro de 97 % w/w (98,1 % v/v) de concentración.

Se verificó experimentalmente la no formación de fases al mezclar la gasolina con el bioetanol anhidro producido por encima del punto azeotrópico en diferentes proporciones, lo que demuestra el rompimiento del azeotropo.

El resultado muestra una nueva alternativa tecnológica de producción de etanol anhidro como resultado del espíritu innovador que todo investigador debe poseer y al estudio permanente de otros trabajos encaminados a la búsqueda de nuevos recursos energéticos.

Agradecimiento

Agradecemos al personal del Taller Electromecánico “Holger K. Hansen”, de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga por el apoyo recibido para la construcción del equipo experimental, de igual manera nuestro especial reconocimiento a Tania Alcázar de Añños Gerente General de Industrias San Miguel del Sur ISM - Perú, por su colaboración desinteresada para la difusión del presente trabajo en diferentes eventos académicos.

Referencias

1. Mcaloon, A., Taylor, F., Yee, W., Ibsen, K., Wooley, R. (2000). Determining the cost of producing ethanol from corn starch and lignocellulose feedstock. Report No: NREL/TP-580-28893. Eastern Regional Research Center Wyndmoor, PA and National Renewable Energy Laboratory, Golden, Co, [Http://www.AFDC.DOE.GOV/PDFS/4898.PDF](http://www.AFDC.DOE.GOV/PDFS/4898.PDF)
2. Santosh K, Neetu. S., Ram, P. (2010), Anhydrous ethanol: A renewable source of energy, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 14. p. 1830-1844.
3. Quintero, J. A., Montoya, M. I., Sanches, O. J., Ariel, C. C. (2007) Evaluación de la deshidratación de alcohol carburante mediante simulación de procesos. Facultad de Ciencias Agropecuarias. Vol No 2. Colombia. p. 72- 83.
4. Ravaganani, M.A.S.S., Reis, M.H.M., Maciel Filho, R., Wolf- Maciel M.R. (2010), Anhydrous ethanol production by extractive distillation: A solvent case study, *Process Safety and Environmental Protection*, IChemE, 88, 67 – 73.
5. Mendoza, R. C. (2009), Diseño y construcción de un destilador batch extractiva para obtener etanol anhidro. Informe *final Oficina de Investigaciones Universidad Nacional de San Cristobal de Huamanga*. Ayacucho-Perú
6. Balzhiser, R. E. (1979), *Termodinámica química para ingenieros*, Edit. Prentice Hall –Hispanoamericana, Mexico D. F.

7. Marina O.S., Tassia L., J., Rubens, M. F., Maria R.W., vaz Rossell, C.E., Anhydrous bioethanol production using bioglycerol-simulation of extractive distillation processes, (2009), 19th European Symposium on Computer Aided Engineering – ESCAPE19.