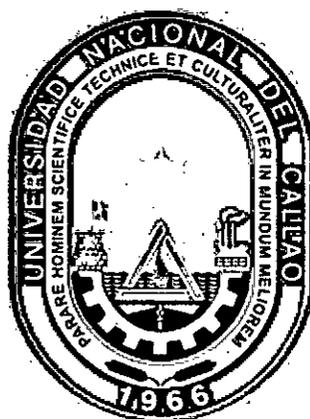


UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA QUIMICA



**“DESTILACION EXTRACTIVA CON
DIFERENTES AGENTES DE
SEPARACION PARA LA
DESHIDRATACION DE ETANOL”**

TESIS PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUIMICO

PRESENTADO POR :

RAFAEL LUIS PUNCHIN HOYOS
INES ERIKA RUIZ RAMIREZ

Callao, febrero, 2017

PERU

PRÓLOGO DEL JURADO

La presente Tesis fue Expuesto por los Bachilleres **RUIZ RAMÍREZ INES ERIKA** y **PUNCHIN HOYOS RAFAEL LUIS**, ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios:

ING° SANEZ FALCON LIDA CARMEN PRESIDENTE

ING° TOLEDO PALOMINO MARÍA ESTELA SECRETARIO

ING° CHAMPA HENRIQUEZ OSCAR MANUEL VOCAL

ING° RANGEL MORALES FABIO MANUEL ASESOR

Tal como está asentado en el Libro N° 1 Folio N° 9 y Acta N° 008 de Sustentación por la Modalidad de Tesis con Ciclo de Tesis, de fecha **28 DE FEBRERO 2017**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Tesis con Ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución N° 082-2011-CU de fecha 29 de abril de 2011 y Resolución N° 221-2012-CU de fecha 19 de setiembre de 2012.

INDICE

RESUMEN	12
ABSTRACT	14
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	15
1.1 Identificación del problema	15
1.2 Formulación del problema	16
1.2.1 Problema general	16
1.2.2 Problemas específicos	16
1.3 Objetivos de la investigación	16
1.3.1 Objetivo general	16
1.3.2 Objetivos específicos	17
1.4 Justificación	17
1.4.1 Teórica	17
1.4.2 Económica	18
1.4.3 Medio ambiental	18
1.4.4 Legal	19
1.4.5 Tecnológica	20
1.5 Importancia	21
II. MARCO TEORICO	22
2.1 Antecedentes del estudio	22
2.2 Bases Teóricas	26
2.2.1 Biocombustibles y bioetanol.....	26
2.2.2 Agentes de separación.....	33
2.2.3 Destilación extractiva con diferentes agentes de separación para la deshidratación de etanol	37
2.3 Definición de términos básicos u otros contenidos dirigidos a fundamentar la propuesta de la investigación	53
III. VARIABLES E HIPOTESIS	55
3.1 Variables de la investigación	55
3.1.1 Variables dependientes.....	55
3.1.2 Variables independientes.....	55

3.1.3 Relación de variables	55
3.2 Operacionalización de variables	57
3.3 Hipótesis general e hipótesis específicas	58
3.3.1 Hipótesis general.....	58
3.3.2 Hipótesis específicas.....	58
IV. METODOLOGIA.....	59
4.1 Tipo de investigación	59
4.2 Diseño de la investigación	60
4.2.1 Establecer los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva.....	60
4.2.2 Determinar las condiciones de operación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes agentes de separación.....	62
4.2.3 Evaluar el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol.	74
4.3 Población y muestra	75
4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos	75
4.5 Procedimientos de recolección de datos	76
4.6 Procesamiento estadístico y análisis de datos	76
V. MATERIALES Y METODOS	77
5.1 Tratamiento de materias primas	77
5.2 Obtención del producto.....	81
5.3 Operación y control de prueba	91
5.4 Procedimiento de análisis.....	92
VI. RESULTADOS	96
6.1 Optimización de la torre de destilación continua	96
6.1.1 Determinación de la eficiencia global de la columna de destilación continua UP3CC.....	98
6.2 Destilación extractiva con agente de separación líquido: Glicerina	100
6.3 Destilación extractiva con agente de separación sólido: Cloruro de Calcio.....	101

6.4 Destilación extractiva con agente de separación sólido en líquido a 0,1 g/ml.....	102
6.5 Análisis estadístico de resultados.....	104
6.5.1 Análisis estadístico de la Optimización de la torre de destilación continua.....	104
6.5.2 Análisis estadístico de la destilación extractiva con diferentes agentes de separación para la deshidratación de etanol.	115
VII. DISCUSION DE RESULTADOS	121
7.1 Contrastación de hipótesis con los resultados.....	121
7.2 Contrastación de resultados con otros estudios similares	124
VIII. CONCLUSIONES	128
IX. RECOMENDACIONES	132
X. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	134
ANEXOS.....	139
ANEXO N°1: MATRIZ DE CONSISTENCIA.....	140
ANEXO N°2: REGLAMENTO PARA LA COMERCIALIZACION DE BIOCOMBUSTIBLES.....	142
ANEXO N°3: ESPECIFICACIONES DE COLUMNA DE DESTILACION CONTINUA UOP3CC.....	144
ANEXO N°4: TABLAS DE CORRECCION DE TEMPERATURA PARA GRADOS GAY-LUSSAC ETANOL-AGUA.....	152
ANEXO N°5: CALCULO DE LAS ETAPAS TEORICAS DE LA COLUMNA DE DESTILACION CONTINUA UOP3CC.....	155

INDICE DE TABLAS

Tabla N° 2.1 VBP agropecuario de la caña de azúcar.....	30
Tabla N° 2.2 Rendimiento promedio de cosecha por hectárea de caña de azúcar (kg/ha).....	31
Tabla N° 2.3 Demanda de biocombustibles en el Perú	33
Tabla N° 2.4 Propiedades físicas y químicas del glicerol.....	34
Tabla N° 2.5 Propiedades físicas y químicas del cloruro de calcio	37
Tabla N° 2.6 Efectos del solvente, la sal y la sal/solvente en la volatilidad relativa	50
Tabla N° 3.1 Operacionalización de variables	57
Tabla N° 4.1 Coeficientes de actividad binarios etanol – agua.....	68
Tabla N° 4.2 Variables y niveles de entrada.....	71
Tabla N° 4.3 Parámetros óptimos de operación de la torre destilación.....	72
Tabla N° 4.4 Diseño de experimentos – modelo.....	73
Tabla N° 4.5 Modelo de presentación de resultados de destilación extractiva.....	75
Tabla N° 5.1 Balance de materia	77
Tabla N° 6.1 Diseño de experimentos – resultados.....	97
Tabla N° 6.2 Condiciones y parámetros óptimos de operación de columna de destilación continua UOP3CC....	98

Tabla N° 6.3 Resultados destilación extractiva con agente de separación líquido: glicerina.....	99
Tabla N° 6.4 Resultados destilación extractiva con agente de separación sólido: cloruro de calcio.....	101
Tabla N° 6.5 Resultados destilación extractiva con agente de separación sólido en líquido a 0.1 g/ml: cloruro de calcio en glicerina.....	102
Tabla N° 6.6 Resumen de resultados de destilación extractiva con diferentes agentes de separación.....	103
Tabla N° 6.7 Matriz de variables y niveles de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente concentración del destilado.....	105
Tabla N° 6.8 Análisis de varianza de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente concentración del destilado.....	106
Tabla N° 6.9 Ecuación de modelo de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente concentración de destilado.....	108
Tabla N° 6.10 Optimización de variable dependiente concentración del destilado de modelo de destilación continua en columna UOP3CC	109
Tabla N° 6.11 Análisis de varianza de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente rendimiento volumétrico de destilado.....	111
Tabla N° 6.12 Ecuación de modelo de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente rendimiento volumétrico de destilado.....	113

Tabla N° 6.13 Análisis de comparativo de método experimental y estadística.....	115
Tabla N° 6.14 Modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado.....	116
Tabla N° 6.15 Análisis de varianza de modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado.....	117
Tabla N° 6.16 Análisis comparativo de agentes de separación para la deshidratación de etanol	118
Tabla N° 6.17 Análisis comparativo de agentes de separación para la deshidratación de etanol.....	120
Tabla N° 7.1 Condiciones y parámetros óptimos de operación de columna de destilación continua UOP3CC	123
Tabla N° 7.2 Comparación de las condiciones de operación y resultados de la columna de destilación extractiva con agente de separación líquido...	124
Tabla N° 7.3 Comparación de las condiciones de operación y resultados de la columna de destilación extractiva con agente de separación sólido.....	125
Tabla N° 7.4 Comparación de las condiciones de operación y resultados de la columna de destilación extractiva con agente de separación de efecto combinado.....	127
Tabla Anexo N° 3.1 Corrección de temperatura para grados Gay-Lussac etanol - agua de 1 a 33 °GL.....	152
Tabla Anexo N° 3.2 Corrección de temperatura para grados Gay-Lussac etanol - agua de 34 a 68 °GL.....	153

Tabla Anexo N° 3.3 Corrección de temperatura para grados Gay-Lussac etanol - agua de 69 a 100 °GL.....	154
Tabla Anexo N° 5.1 Diagrama distribución etanol-agua.....	157

INDICE DE GRAFICOS

Gráfico N° 2.1 Producción y comercio mundial de etanol.....	29
Gráfico N° 2.2 Superficie cosechada de caña de azúcar en el Perú	30
Gráfico N° 2.3 Principales usos del glicerol	35
Gráfico N° 4.1 Comportamiento de la concentración del destilado vs. Flujo alimentación y relación de reflujo con potencia suministrada al reboiler de 0.5 kW.....	69
Gráfico N° 4.2 Comportamiento de la concentración del destilado vs. Flujo alimentación y relación de reflujo con potencia suministrada al reboiler de 1.0 kW.....	70
Gráfico N° 4.3 Comportamiento de la concentración del destilado vs. Flujo alimentación y relación de reflujo con potencia suministrada al reboiler de 1.5 kW.....	70
Gráfico N° 6.1 Análisis residual de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente concentración del destilado	107
Gráfico N° 6.2 Optimización de variable dependiente concentración del destilado de modelo de destilación continua en columna UOP3CC	110
Gráfico N° 6.3 Análisis residual de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente rendimiento volumétrico de destilado.....	112

Gráfico N° 6.4 Optimización de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente concentración de destilado y rendimiento volumétrico de destilado	114
Gráfico N° 6.5 Análisis residual de modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado	117
Gráfico N° 6.6 Efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado.....	119
Gráfico N° 8.1 Efecto de la glicerina frente a la concentración de etanol en el destilado.....	129
Gráfico N° 8.2 Efecto del cloruro de calcio frente a la concentración de etanol en el destilado	130
Gráfico N° 8.3 Efecto de la cloruro de calcio/glicerina frente a la concentración de etanol en el destilado.....	131
Gráfico Anexo N° 5.1 Distribución etanol-agua para el cálculo de etapas teóricas	158
Gráfico Anexo N° 5.2 Trazado de etapas teóricas en diagrama de distribución etanol-agua	159

INDICE DE FIGURAS

Figura N° 2.1 Esquema típico de una columna de destilación.....	39
Figura N° 2.2 Diagrama de proceso para la deshidratación de etanol por destilación extractiva.....	41
Figura N° 2.3 Diagrama esquemático de destilación extractiva con solvente	43
Figura N° 2.4 Diagrama ternario del equilibrio líquido-vapor para el sistema etanol-agua-etilenglicol a 1 atm de presión.	44
Figura N° 2.5 Diagrama de proceso para la deshidratación de etanol por destilación extractiva con sales	47
Figura N° 2.6 Diagrama de proceso para la destilación extractiva usando sal en solvente	52
Figura N° 3.1 Variables de la investigación	56
Figura N° 4.1 Variables del diseño experimental.....	63
Figura N° 4.2 Diagrama de flujo de la destilación fraccionada en columna de platos UOP3CC modo continuo	67
Figura N° 4.3 Diseño experimental de la destilación extractiva.....	74
Figura N° 5.1 Alcohol de 96 °.....	78
Figura N° 5.2 Agente de separación líquido: glicerina	79
Figura N° 5.3 Agente de separación sólido: cloruro de calcio dihidratado	80
Figura N° 5.4 Preparación del agente sólido en líquido a 0,1 g/ml	81

Figura N° 5.5 Columna de destilación continua UOP3CC	83
Figura N° 5.6 Carga del reboiler con líquido de alimentación	85
Figura N° 5.7 Apertura de válvula de flujo de agua de refrigeración al condensador	86
Figura N° 5.8 Encendido de consola de control de columna de destilación	87
Figura N° 5.9 Inicio de la destilación en columna de destilación.....	88
Figura N° 5.10 Apertura de válvula canalizadora de destilado a columna y recipiente de producto de tope.....	89
Figura N° 5.11 Proceso de destilación en columna de platos.....	90
Figura N° 5.12 Muestreo de destilado.....	91
Figura N° 5.13 Medición de porcentaje etanol en destilado.....	93
Figura N° 5.14 Enfriamiento de destilado muestreado.....	94
Figura N° 5.15 Medición con alcoholímetro de Gay-Lussac	95
Figura Anexo N° 3.1 Diagrama esquemático de columna de destilación continua UOP3CC	144

RESUMEN

De acuerdo a la normativa actual, en el Perú y el mundo, el uso de etanol anhidro como aditivo en la gasolina es obligatorio. El gasohol¹, como también se le conoce a esta mezcla, debe contener el etanol con una humedad menor al 0.5 %, para que pueda ser utilizado en los motores de los autos; por lo tanto, existe una búsqueda constante de nuevas alternativas para la deshidratación de etanol.

El presente trabajo aborda el problema de la deshidratación a través de la destilación extractiva, estableciendo como los solventes más convenientes: glicerol, cloruro de calcio y la mezcla de ambos; y, asimismo, en diferentes relaciones respecto al flujo de alimentación. (1:1, 2:1 y 3:1)

El proceso involucra una columna de 8 platos perforados de 50 mm de diámetro, limitando su operatividad a tres variables de entrada principales: Potencia del reboiler, Relación de reflujo y Flujo de alimentación a la torre. Las condiciones de operación fueron determinadas con el simulador Aspen Plus, soportadas con pruebas experimentales, con resultados muy similares al resultado experimental, lo que sirvió como referencia para hallar los parámetros óptimos de operación.

Se evaluó el efecto de la clase y la relación de solvente en la destilación extractiva de una mezcla etanol-agua al 0,84 mol/mol, con restricciones de operación de potencia del reboiler, relación de reflujo, la temperatura de

¹ Gasohol: mezcla de gasolina y alcohol carburante en distintas proporciones. (Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles, 2007)

entrada de solvente, y concentración y flujo de la alimentación. Los resultados muestran que el proceso de deshidratación con el cloruro de calcio en glicerol en una relación 3:1 es el de mayor grado de deshidratación (99,5 mol/mol) y rendimiento de producto de tope.

ABSTRACT

According to the normative current, in Peru and the World, the use of ethanol anhydrous as additive in the gasoline is mandatory. Gasohol, as it is also known to this mix, must contain ethanol with one humidity less than 0.5%, so it can be used in the engines of cars, so there is a constant search for new alternatives for the dehydration of ethanol.

This paper addresses the problem of dehydration through the extractive distillation, establishing as the most suitable three kinds of solvents: glycerol, chloride calcium and the mixture of both; and also in different relations with respect to the flow of power. (1:1, 2:1 and 3:1).

The process involves a column of 8 perforated plates of 50 mm diameter, limiting its operation to three main output variables: Power of the reboiler, reflux ratio and flow of power to the tower.

The operating conditions were determined with the Simulator Aspen Plus, supported by experimental tests, with very close results, that served as a reference to find the optimal parameters of operation.

The effect of the class and the relationship of solvent on extractive distillation of ethanol to 0.84 mol/mol, with restrictions of the reboiler power operation, relationship of reflux, the temperature of solvent and concentration and the power flow. The results show that the process of dehydration with chloride calcium/glycerol in ratio 3:1 is the higher degree of dehydration (99, 5 mol/mol) and more top product performance.

I. PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACION

1.1 Identificación del problema

En la actualidad, los combustibles naturales son una opción frente a los combustibles fósiles, ya que su combustión² produce menores emisiones totales de hidrocarburos³ al ambiente. Uno de los compuestos carburantes con mayor demanda en el mundo, por tener un origen biológico renovable, es el etanol. Hoy, en nuestro país, el gasohol debe contar con un 92.2 % de gasolina y 7.8 % de etanol en relación de volúmenes, pero, para que este último pueda ser usado como un reemplazo parcial de la gasolina, es necesario que su contenido de agua sea muy bajo, ya que la presencia de una pequeña cantidad de este ocasiona la separación de fases, lo que genera problemas serios en el funcionamiento del motor. En la búsqueda de diferentes alternativas para eliminar o superar el azeótropo⁴ en las mezclas de etanol y agua, la destilación extractiva es una de las técnicas más utilizadas en la obtención de etanol anhidro. En este tipo de destilación, se utiliza una tercera sustancia, cuya elección depende de la mayor pureza del etanol que pueda llegar a producir y del alto rendimiento volumétrico que de dicho proceso se obtenga. En tal sentido, se toma la iniciativa de realizar el estudio de la deshidratación de etanol por destilación extractiva con distintas clases y cantidades de agentes de separación, lo

² Combustión: Reacción química entre un combustible y el oxígeno del aire que libera calor. (Chang, 2010)

³ Hidrocarburos: Compuestos formados solo por carbono e hidrógeno. (Chang, 2010)

⁴ Término definido en el subcapítulo 2.3

que permite comparar los procesos de obtención y así dar con la elección del método más conveniente.

1.2 Formulación del problema

1.2.1 Problema general

¿Cómo determinar por destilación extractiva la clase y la cantidad de agente de separación necesaria para obtener un mayor grado de deshidratación de etanol?

1.2.2 Problemas específicos

- ¿Cuáles son los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva?
- ¿Cuáles son las condiciones de operación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes agentes de separación?
- ¿Cómo se debe evaluar el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol?

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1 Objetivo general

Determinar por destilación extractiva la clase y la cantidad de agente de separación necesaria para obtener un mayor grado de deshidratación de etanol.

1.3.2 Objetivos específicos:

- Establecer los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva
- Determinar las condiciones de operación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes agentes de separación
- Evaluar el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol

1.4 Justificación

1.4.1 Teórica

Sólo el alcohol absoluto o de 98,9 % molar⁵ se mezcla con la gasolina; y para esto, se requiere un procesamiento adicional que es costoso, porque mediante la destilación simple es imposible solucionar el problema de azeotropía que tiene la mezcla etanol-agua. (López & Lozada, 2005)

En la destilación extractiva, en contraposición a la separación simple, actúa un tercer componente para la separación azeotrópica de mezclas con puntos de ebullición cercanos y volatilidades relativamente bajas, como es el caso estudiado.

Además, como lo propone Gutiérrez sobre el tercer componente, el agente de separación de masa “tiene como fin interactuar con los componentes de diferentes estructuras químicas dentro de la mezcla. Así como también que los coeficientes de actividad se modifiquen de tal manera que la volatilidad

⁵ Porcentaje molar: Unidad que expresa la concentración de moles de una sustancia en una mezcla. (Chang, 2010)

relativa también lo haga.” (2013) De esta manera, se busca reafirmar y ampliar estas teorías. Al aplicar los conocimientos aprendidos en las aulas de clase, se buscó la deshidratación del etanol a través de los distintos agentes de separación: los solventes, las sales iónicas y la combinación de los dos antes mencionados.

1.4.2 Económica

En el Perú, el uso obligatorio de etanol, en un porcentaje de 7,8 % en la gasolina, está en vigencia desde el 2011, con lo cual se espera contar con una mayor demanda en nuestro país.

“En la actualidad existe una creciente producción local de etanol, lo cual permitiría no sólo el abastecimiento total nacional sino también la exportación del mencionado hidrocarburo, además se espera que el precio de la energía se eleve en el futuro” (como se cita en Agencia Peruana de Noticias, 2011). Sin embargo, Quintero, Montoya, Sánchez, & Cardona (2007) mencionan que: “El principal problema de la producción de etanol anhidro es el alto costo que conlleva su separación”. Es por ello que se tomó la iniciativa de proponer y dar con el camino más adecuado en la deshidratación de etanol.

1.4.3 Medio ambiental

En lo visto por Uyazán, Darío Gil, Aguilar, Rodríguez & Caicedo (2006): “En el mundo, la tendencia a reemplazar los combustibles fósiles por

aquellos de origen renovable como el etanol, genera una demanda del mismo y la necesidad de optimizar los procesos de fermentación, tratamiento de vinazas y deshidratación”.

En lo realizado en las presentes experimentaciones, con la obtención del etanol anhidro se fomentara el consumo de materias primas para la producción de etanol de carácter vegetal, que es una fuente renovable de energía.

Actualmente es necesario el uso de etanol en la gasolina, ya que los gases de combustión del gasohol son menos tóxicos que los de esta última, además porque su combustión es más completa y el etanol no contiene azufre. Además, sus gases de combustión contienen menos cantidad de CO₂, lo que contribuye con una mejora medio ambiental (Caña Brava, 2012).

Con la obtención del etanol anhidro, este se destina a ser un reemplazo parcial de la gasolina, disminuyendo en gran cantidad emisiones de sustancia toxicas al medio ambiente. De tal modo que el desarrollo del presente trabajo permite obtener un producto más ventajoso desde una perspectiva ecológica.

1.4.4 Legal

De acuerdo al artículo 7°.- “Porcentaje de la mezcla de Alcohol carburante con gasolinas” establecido en el Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles (2007):

El porcentaje en volumen de alcohol carburante en la mezcla gasolina y alcohol carburante que podrá comercializarse en el país será de 7,8% y se le denominará gasohol, según el grado de octanaje: gasohol 97 plus, gasohol 95 plus, gasohol 90 plus y gasohol 84 plus.

Por lo establecido anteriormente, en este trabajo, se obtiene un etanol anhidro que permite respetar dicho artículo, y cumple con las

características técnicas de calidad requeridas por la ASTM D 4806-06⁶ y además, que contribuye con el Protocolo de Kioto⁷.

1.4.5 Tecnológica

Los cuatro tipos de disolventes que se reportan para ser utilizados o son adecuados para la destilación extractiva son: los solventes líquidos, las sales sólidas, la combinación de sal sólida y solvente líquido, y los componentes no volátiles como líquidos iónicos⁸ y polímeros hiperramificados⁹ (Gutiérrez, 2013).

Como observación, los líquidos iónicos y los polímeros hiperramificados aplicados al proceso de destilación extractiva están fuera del alcance de este trabajo, por ser sustancias con escasa información y sobretodo altísimo costo.

Ya que, actualmente en nuestro país, la destilación extractiva no es una técnica muy comúnmente estudiada y sobretodo aplicada, se buscó promover el uso y desarrollo de esta tecnología en un estudio en el cual se manipularon variables como la clase y la cantidad de agente de separación, y se analizó a detalle su influencia en la pureza del producto, donde se trazó como objetivo dar con la elección del proceso más conveniente.

⁶ ASTM D 4806-06: Especificación estándar para el etanol desnaturalizado en la mezcla con gasolinas para uso en motores de ignición por chispa. (Duarte, 2006)

⁷ Protocolo de Kioto: Acuerdo internacional para disminuir las emisiones de gases que causan el efecto invernadero.

⁸ Líquidos iónicos: Son sales que se encuentran en estado líquido a temperatura ambiente y están compuestos únicamente por iones, que cuentan con propiedades muy singulares. (Cortéz, 2013)

⁹ Polímeros hiperramificados: Son una clase de solvente altamente ramificada, aplicada principalmente en la separación de mezclas polares, por ejemplo etanol-agua. (Gutiérrez, 2013)

1.5 Importancia

La importancia de este estudio se enfoca en la deshidratación del etanol hasta valores mayores a 98,4 mol/mol (etanol anhidro) para tener aplicación en el mercado energético peruano como reemplazo parcial de la gasolina, cumpliendo la normativa peruana de comercialización de biocombustibles.

II. MARCO TEORICO

2.1 Antecedentes de la investigación

Mendoza investigó en “Estandarización de parámetros de operación para obtener bioetanol anhidro por destilación extractiva”, en el cual indica que: “Los agentes extractores más utilizados son los glicoles para un proceso a través de la destilación extractiva con agentes de separación líquidos”. (2008)

De lo mencionado por Uyazán, Darío Gil, Aguilar, Rodríguez, & Caicedo (2004), en “Deshidratación del etanol”, se obtiene que al adicionar glicoles como solvente extractivo no solo elimina el azeótropo etanol-agua, sino que también cambia la forma de la curva de equilibrio¹⁰ líquido-vapor en la zona rica en etanol, es así que la efectividad del agente extractivo depende del incremento que produzca en la volatilidad relativa del etanol o agua. Dado que la presión de vapor del etanol es aproximadamente 2.5 veces mayor que la del agua, resulta conveniente utilizar un agente de extracción hidrofílico¹¹ que reduzca el coeficiente de actividad del agua y, si es posible, incremente el coeficiente de actividad del etanol; y que, además, tenga baja viscosidad y toxicidad.

¹⁰ Curva de equilibrio: Representación gráfica del equilibrio existente entre la concentración de los componentes de una mezcla en la fase líquida y vapor a una determinada temperatura o presión. (Levine, 2004)

¹¹ Hidrofílico: Significa la afinidad o tendencia de interactuar con el agua. (Uyazán, Darío Gil, Aguilar, Rodríguez, & Caicedo M, Deshidratación del etanol, 2004)

En el proyecto de Blanco (2011), "Automatización y control regulatorio de una columna de destilación extractiva a nivel planta piloto para la producción de etanol anhidro", se usa como agente extractor la glicerina. Resaltamos la metodología utilizada en la cual realiza sucesivos análisis de sensibilidad, gracias a los cuales se observa el efecto de la temperatura de la alimentación de la glicerina y de etanol azeotrópico entrante a la columna extractiva. Teniendo en cuenta los parámetros conseguidos, se obtiene una pureza de 99,6% de etanol, a la vez se menciona que el uso del agente extractor es no volátil, lo que ayuda a que el líquido destilado se enriquezca de etanol hasta que finalmente llegue a ser mayor de 99,5% en la cima de la columna.

En el trabajo presentado por Romero (2007), "Diseño preliminar de un proceso de deshidratación para la producción de 3.600 bpd de etanol anhidro" se resalta que la búsqueda de un agente extractor que no forme un azeótropo adicional, el cual será añadido a la mezcla de alimentación azeotrópica para modificar las volatilidades de los compuestos claves como lo son el etanol y el agua. Menciona, además, las ventajas con las que se cuenta al utilizar glicoles, como su baja toxicidad, productos no inflamables a condiciones ambientales, no es corrosivo ni cancerígeno, resaltando que es biodegradable a bajas concentraciones y puede ser disperso en agua sin causar daños ambientales.

En la tesis de pregrado de Cornejo (2011), "Deshidratación de etanol por medio de sales iónicas" se realizó el estudio del efecto de sales iónicas (Cloruro de sodio y cloruro de calcio) sobre la separación azeotrópica etanol-agua, basándose en tres alternativas de proceso y trabajando cada una de ellas a distintas concentraciones de mezcla etanol-agua-sal mediante un proceso discontinuo¹², por lo que no tomó en cuenta una variable tan importante como la relación de reflujo¹³.

De igual manera, López & Lozada (2005), "Obtención de etanol anhidro a partir de un proceso de destilación con adición de electrolitos" demostraron la capacidad del CaCl_2 para desplazar el azeótropo etanol-agua respecto a otros electrolitos como el NaCl ¹⁴ y el KI ¹⁵, debido a que el primero de estos cumple con dos factores relevantes: grado de pureza que puede alcanzarse en el producto con la adición de dicha sal y la reducción de costos de operación de la columna. Así mismo, propuso disolver el CaCl_2 en etanol no anhidro¹⁶ (95 % en volumen) en la corriente de alimentación de la sal por cuestiones económicas y de manejabilidad.

¹² Proceso discontinuo: Proceso en el cual solo se da un flujo de materia en un intervalo de tiempo determinado. (Felder & Rosseau, 2004)

¹³ Relación de reflujo: Es la relación entre la cantidad de destilado que regresa a la columna de destilación y la cantidad total de destilado producido en un determinado tiempo. (Treybal, 1988)

¹⁴ NaCl : Cloruro de sodio

¹⁵ KI : Yoduro de potasio

¹⁶ Etanol no anhidro: Mezcla de etanol y agua.

Por otro lado Zhou & Duan (1999), "Extractive Distillation with Salt in Solvent" propusieron un nuevo proceso para la producción de etanol anhidro al combinar el efecto de las sales sólidas en los solventes líquidos tradicionales, el cual se denominó como destilación extractiva con sales disueltas. Sosteniendo que esta nueva técnica combina las ventajas de ambos agentes de separación, mejorando la eficiencia, reduciendo la relación del solvente en la alimentación y el número de platos necesarios, ahorrando costos de operación y de inversión en equipo.

Estudios posteriores se realizaron por Uyazán, Darío Gil, Aguilar, Rodríguez & Caicedo (2008), "Separation of ethanol and water by extractive distillation with salt and solvent as entrainer: process simulation", quienes establecieron condiciones de operación para el proceso de destilación extractiva con sal en solventes (Cloruro de calcio y etilenglicol respectivamente).

Se pudo observar que la relación de reflujo tiene el mayor efecto sobre el consumo de energía, por lo que debe ser operado a valores bajos, donde la relación agente de separación/alimentación¹⁷ es una variable útil para compensar los cambios en las condiciones de operación de la columna y para la obtención de altas concentraciones de etanol en el destilado.

¹⁷ Alimentación: Referido a la mezcla inicial de etanol y agua a separar.

De acuerdo a los estudios de Mendoza (2008), Uyazán, Darío Gil, Aguilar, Rodríguez, & Caicedo (2004), Blanco (2011) y Romero (2007), se encontró conveniente utilizar un glicol, específicamente el glicerol, por ser un solvente no volátil y por no formar un azeótropo adicional con la mezcla a separar, además de la capacidad de modificar la curva de equilibrio y obtención de etanol anhidro. En cuanto a lo expuesto por Cornejo (2011), López & Lozada (2005) es adecuado el uso de CaCl_2 (cloruro de calcio) como agente de separación, siempre y cuando esté disuelto en etanol, así mismo por los buenos resultados plasmados por los autores. Finalmente, en los hallazgos encontrados por Zhou & Duan (1999), Uyazán, Darío Gil, Aguilar, Rodríguez & Caicedo (2008), se demuestra que aplicar la combinación de efectos de las sales solidas en solventes líquidos para mejorar los resultados es viable por las condiciones de operación realizadas; estos criterios se tomaron en cuenta para el desarrollo de la presente investigación.

2.2 Bases Teóricas

2.2.1 Biocombustibles y bioetanol

El biocombustible se denomina así a aquellos combustibles de origen biológico. En tal sentido, y siendo estrictos, incluso el petróleo sería un biocombustible en tanto procede de restos fósiles de seres vivos; sin embargo, se tiende a llamar biocombustible a aquellos combustibles de origen biológico y que son renovables a partir de los restos orgánicos de donde proceden. Dentro de este marco, los biocombustibles líquidos (o biocarburantes), obtenidos a partir de materias primas de origen agrícola, son productos que están siendo utilizados a nivel comercial como sustitutos de los combustibles derivados de petróleo. (Sociedad Nacional de MINERIA PETROLEO Y ENERGIA, 2006)

Según Barrientos (2007):

Se tiende a definir como biocombustible a un combustible de origen biológico obtenido de materia renovable a partir de restos orgánicos. Esta fue la primera fuente de energía que conoció la humanidad. La etimología de la palabra sería un combustible de origen biológico. Así, tal cual, incluso el petróleo lo sería, pues procede de restos fósiles de seres que vivieron hace millones de años. Estos se derivan de cultivos de plantas, e incluyen biomasa¹⁸ que es directamente quemada, biodiesel de semillas oleaginosas y etanol (o metanol) que es el producto de la fermentación de los granos, pasto, paja o madera. Son productos que se están usando como sustitutos de la gasolina de vehículos y que son obtenidos a partir de materias primas.

El etanol es un alcohol que tiene condiciones para ser mezclado con gasolina para su uso en motores de ignición por chispa. Para su uso comercial e industrial, siempre es desnaturizado¹⁹ (es decir, se le adicionan pequeñas cantidades de sustancias nocivas) para evitar su mal uso como bebida alcohólica.

¹⁸ Biomasa: Es toda materia que se obtiene de organismos recientemente vivos o sus desechos metabólicos y que son producidos a partir de materias primas de origen principalmente vegetal. (Cortéz, 2013)

¹⁹ Sustancia desnaturizante: Se le considera a la gasolina natural, componentes de gasolina, gasolina sin plomo u otras sustancias añadidas al etanol anhidro para convertirlo en no potable y evitar que sea destinado a usos diferentes al de combustible para uso motor. (Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles, 2007)

En el informe de Cerpa (2005) dice:

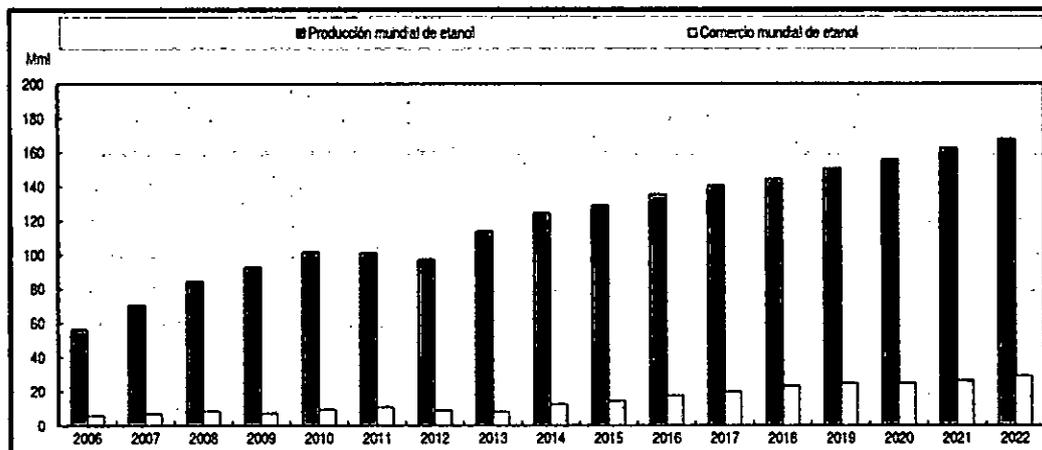
El etanol, llamado también alcohol etílico, como un compuesto orgánico de fórmula química C_2H_5OH . Se presenta como líquido a condiciones normales, incoloro, limpio, de olor agradable y fuertemente penetrante, de sabor cáustico y ardiente, además es miscible²⁰ en agua a toda proporción, inflamable y volátil. Su temperatura de ebullición normal es 78,65 °C y su calor de vaporización²¹ es 38,56 KJ/mol.

En la publicación de la ORGANIZACIÓN PARA LA COOPERACION Y EL DESARROLLO ECONOMICOS/ THE FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (OCDE/FAO) (2013) informa: La producción mundial de etanol se vio disminuida en el 2012, por primera vez desde el año 2000, debido a las disminuciones en Estados Unidos de América y Brasil. Con la reducción de los precios del maíz y el azúcar previsto en 2013-2014, se anticipa un gran aumento de la producción en ambos países. En 2022, se prevé que la producción mundial de etanol aumente en casi 70% respecto a la media de 2010-2012 y llegue a 168 Mml (miles de millones de litros) en 2022. Se espera que Estados Unidos de América, Brasil y la Unión Europea sigan siendo los tres principales productores.

²⁰ Miscibilidad: Es que aquella propiedad algunas sustancias que al ser mezcladas en cualquier proporción forman una sola fase, es decir son solubles entre sí. (Levine, 2004)

²¹ Calor de vaporización: Cambio específico de entalpía para la transición de una sustancia de una fase a otra a temperatura y presión constante. (Felder & Rosseau, 2004)

Gráfico N° 2.1
Producción y comercio mundial de etanol



Fuente: OCDE/FAO, 2013

Según la Dirección General de Competitividad Agraria del Ministerio de la Producción del Perú (2014): La industria productiva de la caña de azúcar así como la azucarera nacional ha venido experimentando diversas etapas de crecimiento y contracción, por diversos factores: climáticos, productivos y en algunos casos modificaciones de la normatividad del sector, básicamente en la tenencia de la propiedad para el caso de las empresas azucareras. La caña de azúcar considerada uno de los principales cultivos agroindustriales en el Perú, genera un aporte importante al valor bruto de la producción agropecuaria (VBP) y en especial en el subsector agrícola. La caña de azúcar aportó aproximadamente 704.3 millones de nuevos soles en el 2012, con un crecimiento del 4.9% con respecto al año 2011. (Véase la tabla N° 2.1, en la página 30).

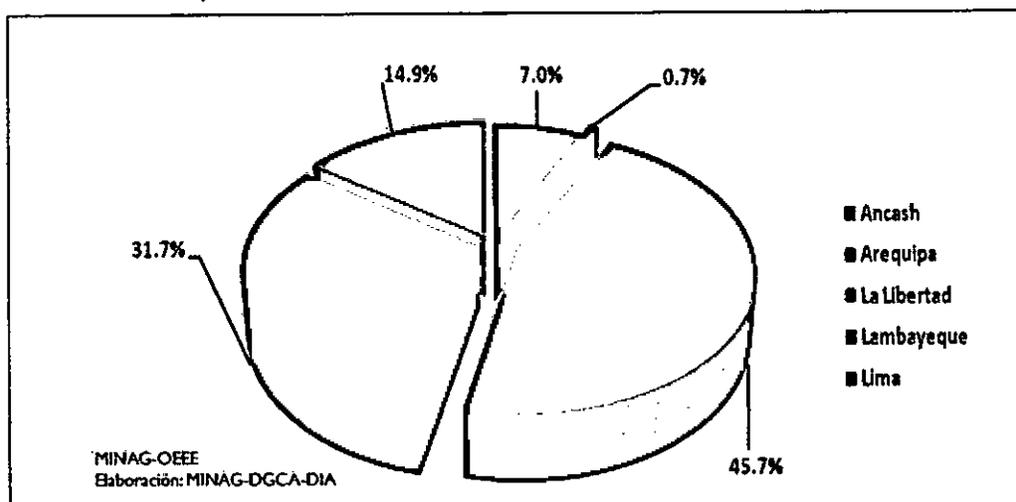
Tabla N° 2.1
VBP agropecuario de la caña de azúcar

Indicador	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Sector Agropecuario	13,678	13,969	13,914	14,616	15,819	16,282	17,416	17,889	18,719	21,158	22,226
Subsector Agrícola	8,655	8,795	8,595	8,931	9,668	9,803	10,558	10,642	11,178	12,426	13,070
Caña de Azúcar	520.3	548.6	432.4	384.6	441.3	504.0	577.5	612.7	606.8	671.5	704.3
Variación (%)		5.4%	-21.2%	-11.1%	14.8%	14.2%	14.6%	6.1%	-1.0%	10.7%	4.9%

Fuente: Dirección General de Competitividad Agraria del Ministerio de la Producción del Perú, 2014

Hasta el año 2012 la cosecha de caña de azúcar ocupó un total de 81149 hectáreas, el crecimiento de la demanda se debe ya que existe un mayor consumo de los derivados de este cultivo, azúcar rubia como blanca, así como en la producción de alcohol y etanol. Los departamentos en los cuales se concentra la mayor superficie cosechada son La Libertad y Lambayeque con un 45.7% y 31.7 % respectivamente.

Gráfico N° 2.2
Superficie cosechada de caña de azúcar en el Perú



Fuente: Dirección General de Competitividad Agraria del Ministerio de la Producción del Perú, 2014

Las empresas Casa Grande, Cartavio, Laredo, Paramonga, Tuman y Pomalca tuvieron en conjunto una participación del 80% de la superficie cosechada a nivel nacional. Cabe destacar que La Libertad tiene el mejor rendimiento promedio con 141 218 Kg/ha. (Véase la tabla N° 2.2)

Tabla N° 2.2
Rendimiento promedio de cosecha por hectárea de caña de azúcar
(kg/ha)

Departamentos	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Ancash	87,183	104,767	109,860	105,456	101,705	111,761	129,341	127,022
Arequipa	123,859	143,532	151,043	100,412	97,142	83,005	92,896	104,099
La Libertad	116,675	121,377	129,066	151,259	148,530	143,471	132,888	141,218
Lambayeque	70,562	84,274	102,811	124,461	115,049	105,511	108,549	107,625
Lima	126,875	127,423	134,998	137,650	138,584	127,234	124,344	130,939
TOTAL	102,423	110,041	121,094	135,923	131,880	125,494	123,455	127,775

Fuente: Dirección General de Competitividad Agraria del Ministerio de la Producción del Perú, 2014

La producción de etanol en nuestro país tiene la característica de ser un sector industrial naciente, la importancia de la producción de etanol ha surgido por la aparición de nuevas necesidades del consumidor (menos contaminación, menores costos de los combustibles). Las decisiones de los países de producir etanol y adicionar el mismo a la gasolina para poder sustituir otros derivados del petróleo que tienen precios variables, teniéndose como aliciente que la producción de etanol reduce la contaminación urbana, crea un mercado interesante para la comercialización de alcohol combustible. En el año 2009 en el Perú, la empresa SuCroalcoholera del Chira S.A (actualmente Caña Brava), inicia sus actividades como el único productor de Alcohol Carburante a partir de

caña de azúcar, contando con una capacidad de 350000 litros de etanol al día. Esta planta entro en producción a fines del tercer trimestre de ese mismo año. Actualmente es la principal empresa productora de alcohol carburante en nuestro país.

Según la Agencia Agraria de Noticias (2014):

En una entrevista al Gerente General el Señor Juan Llosa de la Empresa Caña Brava, cuenta que para el año 2011 se invirtió \$8 millones en nueva tecnología y se sumó 800 hectáreas. Hasta dicho año ya contaban con 6 500 hectáreas, lo cual permitió incrementar su producción de 250 m^3 a 350 m^3 al día.

El proyecto Caña Brava ha contemplado una inversión de \$180 millones, en la compra de tierras, tecnología de irrigación, sistema de riego por goteo, etc.

Debido a la poca demanda en el país, obligo a iniciar la exportación de etanol, ya que la demanda mensual del mercado interno equivale a la producción de 4 días (1000 m^3). Sus destinos de exportación son Alemania, Ecuador y Colombia.

Para ingresar al mercado europeo, Caña Brava medio su huella de Carbono, es decir la cantidad de gases del efecto invernadero, el proyecto está absorbiendo hasta 800 mil TM al año de CO_2 de la atmósfera.

De acuerdo a Rumbo Minero (2014) en el año 2013 el rendimiento promedio fue de 20 a 21 galones por cada tonelada neta de caña de azúcar

procesada. No obstante, la proyección de resultados financieros de esta compañía se encontró por debajo de sus expectativas iniciales, como consecuencia de una baja producción de etanol y los bajos precios de este combustible en ese año.

Hasta el mes de octubre del 2013 la empresa japonesa Mitsui se mantuvo como el principal cliente con la compra de 13,7 millones de galones de etanol (95%) para su entrega a consumidores finales en la Unión Europea. El resto va al mercado doméstico y regional.

Tabla N° 2.3
Demanda de biocombustibles en el Perú

Demanda Proyectada de Diesel 2 y Gasolinas										
MBPD	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016
Diesel	60.7	61.8	62.8	64.1	65.5	67.0	68.5	70.1	71.8	73.6
Gasolinas	19.4	18.7	18.0	17.4	16.8	16.2	15.6	15.1	14.6	14.1

Demanda Proyectada de Biodiesel y Etanol										
MBPD	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016		
Biodiesel	1.3	1.3	3.3	3.3	3.4	3.5	3.6	3.7		
Etanol	1.4	1.3	1.3	1.2	1.2	1.1	1.1			

Fuente: Vásquez, 2014

2.2.2 Agentes de separación

Los tipos de agentes de separación utilizados en la destilación extractiva son tres: Líquido, sólido y la mezcla de ambos. En el que el glicerol y el cloruro de calcio son los utilizados en esta investigación, por ser los más

representativos y que mejores antecedentes presentan para lograr los objetivos trazados.

a. Glicerina

El glicerol es mayormente conocido por su nombre comercial "glicerina"; es un líquido incoloro y de sabor dulce.

De Acofarma (2014): La glicerina es un agente deshidratante osmótico con propiedades higroscópicas y lubricantes. Tiene también acción desinflamante local y tópica. Es un laxante débil, también edulcorante. Es un buen disolvente de sustancias orgánicas y minerales.

Por su parte Answers (2014): El glicerol es producido a partir de grasas y aceites naturales, mediante el proceso de hidrolisis la extracción se realiza directamente, la glicerina también puede ser producido a partir de grasas y aceites a través de un proceso conocido como transesterificación. El glicerol se puede sintetizar directamente de sustancias que no son biodisponibles. Por ejemplo, la sustancia puede ser producida a partir de propileno. La epiclohidrina se produce a partir de una reacción por etapas que comienza con propileno que luego se hidroliza, dando glicerol.

Tabla N° 2.4
Propiedades físicas y químicas del glicerol

Punto de ebullición: 290 °C Punto de fusión: 18 °C Densidad relativa (agua = 1): 1,26 Solubilidad en agua: miscible Presión de vapor, Pa a 25 °C: 0,01 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 3,2	Punto de inflamación: 176 °C c.c. Temperatura de autoignición: 393 °C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 2,6 - 11,3 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: -1,76
--	---

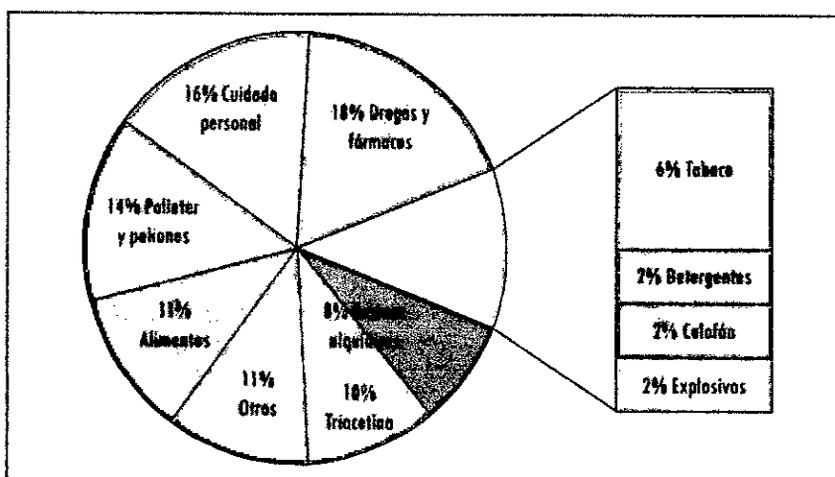
Fuente: Acofarma, 2014

De Posada y Cardona (2014): El glicerol es un trialcohol que posee dos grupos hidroxilos primarios y uno secundario, los cuales ofrecen diferentes posibilidades de reacción y son la base de la versatilidad de la glicerina como materia prima.

Es utilizado en muchos productos de consumo, debido a su baja toxicidad y a la contribución que realiza en las propiedades del producto como son la estabilidad y compatibilidad hacia otros compuestos químicos.

Las aplicaciones comerciales tradicionales del glicerol están relacionadas con su uso como aditivo o como material crudo, en productos alimenticios, tabaco, fármacos, para la síntesis de trinitroglicerina, resinas alquídicas y poliuretanos. (Véase el gráfico N° 2.3)

Gráfico N° 2.3
Principales usos del glicerol



Fuente: Posada y Cardona, 2014

b. Cloruro de calcio

Según Asesorías Químico Ambientales (2014):

El cloruro de calcio es un compuesto químico, inorgánico y mineral. Es un cristal incoloro, altamente higroscópico, reacciona fuertemente con el agua produciendo una reacción exotérmica.

Usos:

- En la industria química es utilizado como fuente de calcio para la producción de sales de calcio.
- Por sus cualidades higroscópicas, es muy utilizado como deshumidificador para aire y gases.
- En la construcción es utilizado como aditivo para el concreto, especialmente en estaciones frías, con el fin de acelerar el fraguado.
- En la industria papelera se utiliza para aumentar la fuerza de la red de los medios corrugantes, otorgando dureza acuosa artificial que permite a la red drenar mejor, a la vez que mejora la retención de la tintura.
- En refrigeración, las soluciones salinas de Cloruro de Calcio presentan bajo punto de congelamiento por lo que constituyen un elemento fundamental en múltiples aplicaciones.
- En el tratamiento de aguas residuales, es un eficaz precipitante para la eliminación de fluoruros a la vez que mejora la eliminación de silicatos por densificación del floc.
- En el tratamiento de los desechos aceitosos, debido a su capacidad para romper las emulsiones oleosas.

- También se le utiliza en la elaboración de queso, ya que tiene como función darle mayor firmeza mecánica a la cuajada. Esto es peculiarmente importante al tratar leche pasteurizada ya que durante la pasteurización, se produce descalcificación parcial de las caseínas.

Tabla N° 2.5
Propiedades físicas y químicas del cloruro de calcio

Estado físico a 20°C	:Sólido, (Sólido Cristalino)
Color	: Blanco
Olor	:Inodoro
Punto de fusión [°C]	: 772 °C
Punto de ebullición [°C]	: 1935 °C
pH (1% disoln / agua)	: 9
Solubilidad en agua	: 774.5 g/100mL (20 °C) 59.5 g/100 mL (0 °C)
Límites de explosión - Inferior [%]	: N.A.
Límites de explosión - Superior [%]	: N.A.
Peso Molecular	:110,99 g/mol

Fuente: Pontificia Universidad Javeriana, 2014

Para López y Lozada (2005) el cloruro de calcio es una sal que desplaza de mejor manera el azeótropo etanol-agua, gracias a que posee un ion divalente. Por lo que en este trabajo se buscó dar veracidad a dicha afirmación frente a otros tipos de disolventes.

2.2.3 Destilación extractiva con diferentes agentes de separación para la deshidratación de etanol

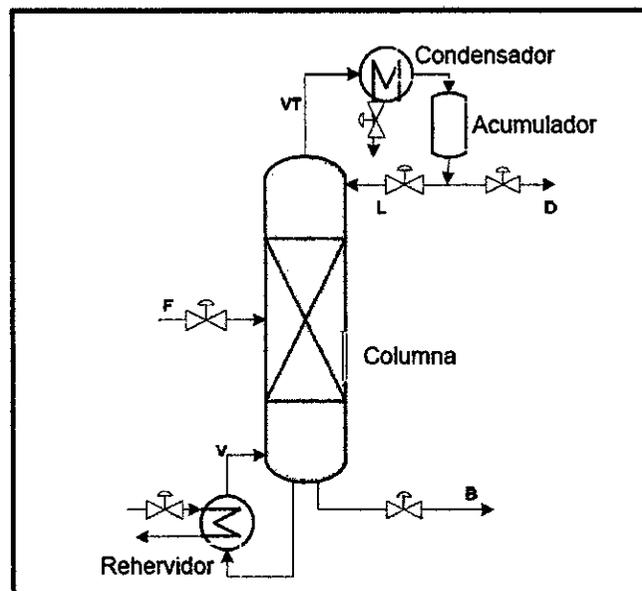
La destilación es una de las operaciones de separación más importantes, debido principalmente a que permite la separación tanto de mezclas ideales como no ideales a una gran escala. Este proceso es utilizado para separar dos o más componentes de una solución líquida, aprovechando la

distribución de sustancias entre la fase gaseosa y líquida de acuerdo a las diferencias de sus volatilidades relativas o de sus puntos de ebullición. La operación de destilación se lleva a cabo en un montaje de equipos compuesto principalmente por: una columna de platos o empacada, un tanque rehervidor en el fondo, y un condensador y acumulador en la cima de la columna. Un esquema típico de destilación se presenta en la figura 2.1 (Véase en la página 39). En las secciones por encima del punto de alimentación F, el vapor se lava con el líquido para eliminar o absorber el componente menos volátil, por esto se conoce como sección de absorción, enriquecedora o rectificadora. El vapor que sale de la columna VT se condensa y es almacenado en el acumulador, donde parte del líquido es devuelto a la parte superior de la torre como reflujo L; la otra corriente es el producto de cima²² y se conoce como destilado D. La relación entre la corriente de reflujo y destilado es una de las principales variables a definir para la operación de la columna, esta relación define el grado de separación de los compuestos así como el diseño mismo de la columna. En la sección debajo del punto de alimento, conocida como sección desorbedora o de agotamiento, el líquido se desorbe del componente volátil mediante vapor que se produce en el rehervidor. El líquido que sale del fondo, B, por tanto, llevará los componentes con menor volatilidad. Las torres de platos poseen etapas físicamente distinguibles y el contacto entre

²² Producto de cima: Es el líquido eliminado en la zona inferior de la columna de destilación, enriquecido en el componente menos volátil, llamado también como residuo. (Treybal, 1988)

líquido y gas ocurre en cada una de ellas. En las torres empacadas el contacto líquido-gas es continuo, puesto que el líquido se distribuye sobre el empaque y se escurre hacia abajo, de tal forma que expone una gran superficie al contacto con el gas de forma continua. Esta característica de las torres empacadas hace que la retención del líquido dentro de la torre sea sustancialmente menor que en las torres de platos. Esto afecta considerablemente la dinámica del proceso, puesto que a menor retención de líquido en la torre, la dinámica o la respuesta ante un cambio es considerablemente más rápida. (Blanco, 2011)

Figura N° 2.1
Esquema típico de una columna de destilación



Fuente: Blanco, 2011

Una de las principales dificultades que se presenta para mezclar etanol en la gasolina, es que este alcohol común es inmisible en gasolina por su alto

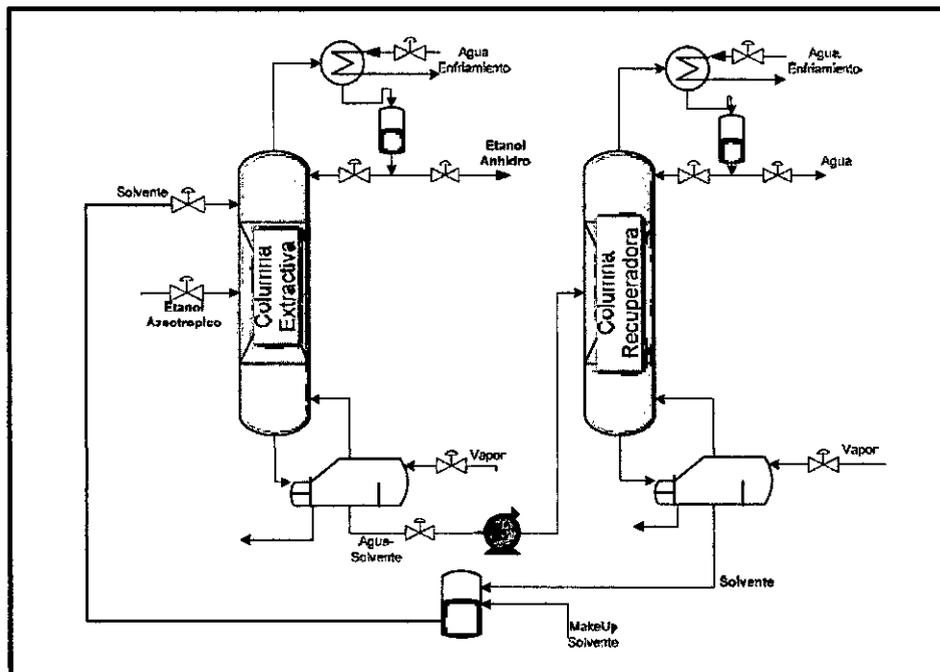
contenido de agua. Es por tal motivo que se requiere de un procesamiento adicional, la cual no se puede realizar con la destilación simple por la azeotropía que presenta la mezcla de etanol-agua, por lo que conlleva a proponer distintas alternativas para eliminar el azeótropo.

La destilación extractiva es una de las principales técnicas utilizadas para separar mezclas binarias azeotrópicas. En esta operación se adiciona un tercer componente también conocido como agente de separación o solvente, el cual se caracteriza por ser no volátil, miscible, de alto punto de ebullición y no formar azeótropos adicionales. El solvente afecta el coeficiente de actividad en fase líquida de los componentes, de tal forma que la mezcla puede ser eficientemente separada en los productos puros. Una de las principales aplicaciones de la destilación extractiva está en la separación de la mezcla azeotrópica etanol-agua. Esta separación presenta un gran interés industrial, debido a la potencial fuente de energía renovable del etanol, siendo usado como aditivo o sustituto completo de la gasolina. En la columna extractiva se adiciona el solvente en una etapa cercana a la cima de la columna y se obtiene normalmente como producto de cima el componente con mayor volatilidad con una elevada pureza, para este caso el etanol, y como producto de fondos se obtiene el componente menos volátil junto con el solvente; esta corriente se alimenta a otra columna conocida como columna recuperadora en donde el segundo

componente se obtiene en la cima y el solvente en el fondo el cual se vuelve a realimentar a la primera columna. (Véase la figura N° 2.2) (Blanco, 2011)

Con el fin de evitar la descomposición del agente de separación y al elevado punto de ebullición que presenta, el sistema necesita condiciones de vacío en la columna recuperadora. Es así que, debido a las limitaciones del trabajo, no se tomará en cuenta el proceso de recuperación. Resaltando, que en el presente trabajo se buscó exponer cuál de los diferentes agentes y en qué cantidades, nos permite obtener una mayor pureza de etanol en el destilado.

Figura N° 2.2
Diagrama de proceso para la deshidratación de etanol por destilación extractiva



Fuente: Blanco, 2011

Destilación extractiva con agente de separación líquido

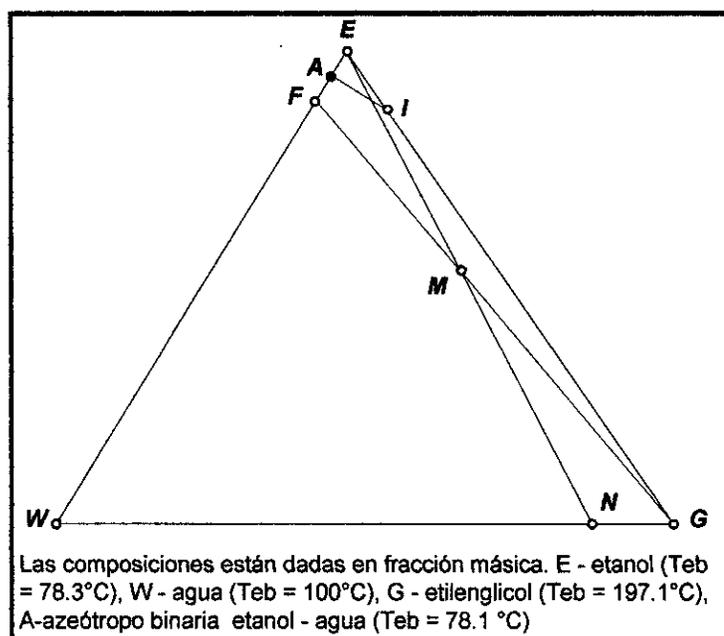
La destilación extractiva es un método de separación de azeótropos binarios de mínimo punto de ebullición, y ocurre en presencia de una sustancia de alto punto de ebullición, llamada solvente, la cual es completamente miscible con los componentes de la mezcla binaria en todas las proporciones y no forma azeótropos adicionales. Cuando el agente de separación es una sustancia líquida se denomina solvente.

El solvente se adiciona a la mezcla azeotrópica de alimentación para alterar las volatilidades relativas de los componentes de la mezcla; debido a su baja volatilidad éste tiende a permanecer en la fase líquida, razón por la cual se alimenta en una de las etapas superiores para que su efecto sea aprovechado a lo largo de toda la columna. La selección de los solventes de destilación extractiva implica un estudio para determinar su efectividad, la cual está representada por las modificaciones que produce sobre las no idealidades de la fase líquida de los componentes a separar. El proceso se hace posible cuando el solvente altera de manera selectiva los coeficientes de actividad; para que esto ocurra es necesaria una alta concentración de solvente. Las características a resaltar del uso de solvente son: Debe afectar el comportamiento de la fase líquida de los componentes claves²³, debe tener un punto de ebullición superior al de los componentes a separar y ser relativamente no volátil, para asegurar su permanencia en la fase

²³ Componentes claves: Componentes en los que se basa la separación de la alimentación. (Treybal, 1988)

de isovolatilidad). Como el punto M se encuentra en la región donde la volatilidad relativa de las mezclas ternarias son mayores a la unidad, su destilación a destilado formulado es posible, lo cual se representa por la línea de balance \overline{EM} que se prolonga hasta el punto N en la base del diagrama correspondiente a las mezclas binarias agua-etilenglicol. De esta manera se obtiene un destilado de etanol puro y unos fondos que contienen agua y etilenglicol y que corresponden a la corriente que se alimenta a la columna de recuperación. La destilación en esta columna a partir del punto de composición N implica la obtención de un destilado de agua pura (punto W) y unos fondos con etilenglicol puro (punto G) los cuales se recirculan a la columna extractiva.

Figura N° 2.4
Diagrama ternario del equilibrio liquido-vapor para el sistema etanol-agua-etilenglicol a 1 atm de presión



Fuente: Quintero et al., 2007

Es de importancia mencionar que el etilenglicol es un buen solvente líquido para la destilación extractiva, pero su alto poder de toxicidad hace que sea reemplazado por sustancias menos dañinas y más manipulables como el glicerol, que además tiene un origen natural y al igual que este da excelentes resultados. Debido a estas razones en el presente trabajo se usó a la glicerina como agente de separación líquido.

Destilación extractiva con agente de separación sólido

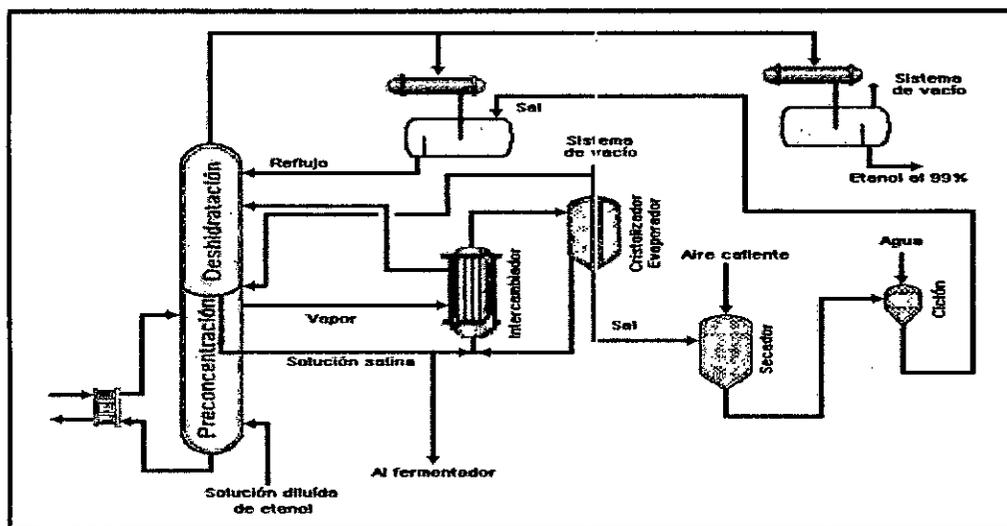
Es un proceso análogo a la destilación extractiva (usando solvente líquido), con la diferencia de que el agente extractor es una sal iónica, no volátil y soluble²⁴ en la mezcla de alimentación. En cuanto al proceso éste se da de la siguiente manera: La sal se alimenta por la parte superior de la columna mediante su disolución en la corriente de reflujo caliente ante su introducción en la columna; como destilado se obtiene etanol anhidro, el cual se condensa para llevarlo a producto final y por el fondo se obtiene una solución concentrada de la sal, la cual es enviada a una etapa de recuperación. La etapa de recuperación consta de un secador por atomización, el cual permite obtener la sal en estado sólido y recircularla a la columna destiladora salina. Otra corriente que sale del ciclón entra a un evaporador para terminar de retirar algún resto de sal contenida en el agua, mientras que el agua en forma de vapor es enviada a un depurador con el

²⁴ Soluble: Referido a solubilidad, es la máxima cantidad de una sustancia que se disolverá en una cantidad dada de disolvente a una temperatura específica. (Chang, 2010)

fin de eliminar cualquier traza de sal, para luego enviar ese vapor y mezclarlo con la corriente de aire que sale del compresor, enviando dicha corriente a un intercambiador de calor para su posterior incorporación en el secador. (Romero, 2007)

Cabe mencionar que el método de recuperación de la sal es una alternativa propuesta por el autor de las numerosas operaciones disponibles para la separación de sales disueltas en soluciones acuosas, entre las que se encuentran las operaciones de separación clásicas como lo son la cristalización y la evaporación con múltiples efectos, y las operaciones de separación modernas como lo son la electrodiálisis (combinada con nanofiltración y membranas de intercambio iónico), osmosis inversa, electrocoagulación, separación por membranas, destilación con membranas, entre otros.

Figura N° 2.5
 Diagrama de proceso para la deshidratación de etanol por destilación extractiva con sales



Fuente: Uyazán et al., 2004

De tal forma López & Lozada (2005) afirman:

El factor de aprovechamiento en esta clase de destilación, es el hecho de que cuando se disuelve la sal en la solución líquida que contiene los solventes (agua y etanol), las actividades de estos componentes cambian como consecuencia de las modificaciones estructurales experimentadas por la fase líquida.

Las sales más comúnmente utilizadas para éste fin son: cloruro de sodio (NaCl), cloruro de potasio (KCl), yoduro de potasio (KI), cloruro de calcio (CaCl₂) y acetato de potasio (C₂H₃O₂K), las cuales, presentes en pequeñas concentraciones en la solución etanol-agua, pueden desplazar el azeótropo con relativa facilidad.

Las sales con catión divalente son preferibles debido a que su esfera de hidratación es superior a la de las sales monovalentes²⁵. La literatura reporta que los cloruros, y en especial el cloruro de calcio, presentan el mejor comportamiento y balance a nivel técnico y económico. Además de satisfacer los requisitos mencionados, incrementa fuertemente la volatilidad relativa. (Uyazán et al., 2004)

Postura que confirmaron Zhou & Duan (1999) sosteniendo:

Los criterios que se tienen en cuenta para elegir la sal son: el bajo costo, estabilidad química, alta solubilidad, poca corrosión sobre los materiales, bajo envenenamiento, baja toxicidad y fácil manejo.

Entre las ventajas más resaltantes de la destilación salina sostenidas por Romero (2007) se encuentran las siguientes: La operación requiere de pequeñas cantidades de agente salino, el producto obtenido está totalmente libre del electrolito, debido a la baja volatilidad de éste y se requieren bajos costos energéticos y de equipos.

Destilación extractiva con agente de separación sólido y líquido

La destilación extractiva con una combinación de sal y solvente como agente de separación (estudio que se inició en los años sesentas) permite obtener productos de alta pureza; este proceso integra destilación extractiva tradicional con el principio del efecto salino, en donde la

²⁵ Monovalente: Referido a un átomo o molécula que ha perdido un electrón. (Chang, 2010)

disolución de la sal, la reutilización y el transporte son mejorados por el solvente. (Vásquez et al., 2007)

Esta nueva alternativa evita los defectos de los procesos tradicionales, y es un proceso ideal para la producción de etanol anhidro. Donde las características más resaltantes son: Mejora el rendimiento de disolvente en comparación con la destilación extractiva común, la cantidad de reciclado de disolvente se reduce a $1/4 - 1/5$, número de platos teóricos se reduce a $1/3$, también se reducen el consumo de energía y el coste del equipo y la producción continua es realizable. La alta eficiencia y bajo desperdicio de disolvente, hacen de esta técnica factible y su no contaminación, el producto muestra extraordinaria pureza. (Zhou & Duan, 1999)

Asimismo afirma que cuando el solvente se introduce con una pequeña cantidad de sal, la volatilidad relativa se incrementa en aproximadamente 30%. Así que la conclusión de que la sal en disolventes beneficia la separación es lo que se deseó comprobar.

Tabla N° 2.6
Efectos del solvente, la sal y la sal/solvente en la volatilidad relativa

salt or solvent	relative volatility α	solvent salt	relative volatility α
	1. 01	C ₂ H ₆ O ₂ + NaCl	2. 31
C ₂ H ₆ O ₂	1. 85	C ₂ H ₆ O ₂ + CaCl ₂	2. 56
CaCl ₂	3. 13	C ₂ H ₆ O ₂ + SrCl ₂	2. 6
KCO ₂ CH ₃	4. 05	C ₂ H ₆ O ₂ + AlCl ₃	4. 15
		C ₂ H ₆ O ₂ + KNO ₃	1. 9
		C ₂ H ₆ O ₂ + Cu(NO ₃) ₂	2. 35
		C ₂ H ₆ O ₂ + Al(NO ₃) ₃	2. 87
		C ₂ H ₆ O ₂ + KCO ₂ CH ₃	2. 4
		C ₂ H ₆ O ₂ + K ₂ CO ₃	2. 6

Fuente: Zhou & Duan, 1999

Asimismo Uyazán et al., (2004) sostienen que:

No se tienen reportes acerca de la implementación del proceso de destilación extractiva con sal y solvente a nivel piloto o industrial, pero se ha realizado estudios en laboratorio para la separación de sistemas no polares²⁶, como mezclas de hidrocarburos de cuatro carbonos y sistema polares²⁷, como la mezcla etanol-agua, que han permitido concluir acerca de la eficiencia de los agentes de separación. El análisis para el sistema etanol-agua se ha enfocado en la obtención de datos experimentales del equilibrio líquido-vapor para el sistema etanol-agua-etilenglicol-cloruro de

²⁶ Sistema no polar: Son aquellas en las que sus moléculas no presentan un momento dipolar, es decir sus dos extremos poseen la misma carga. (Chang, 2010)

²⁷ Sistema polar: Son aquellas en las que sus moléculas presentan un momento dipolar, es decir unos de sus extremos tiene carga positiva y la otra carga negativa. (Chang, 2010)

calcio, así como en la realización de corridas experimentales a nivel laboratorio que han permitido establecer algunos parámetros de operación, reportados en el estudio de Zhou & Duan.

En el trabajo realizado por Uyazán et al. (2008) se muestra el diagrama de flujo del sistema (Véase la figura N° 2.6, en la página 52) en el que se ejecutó la simulación de este nuevo proceso combinado:

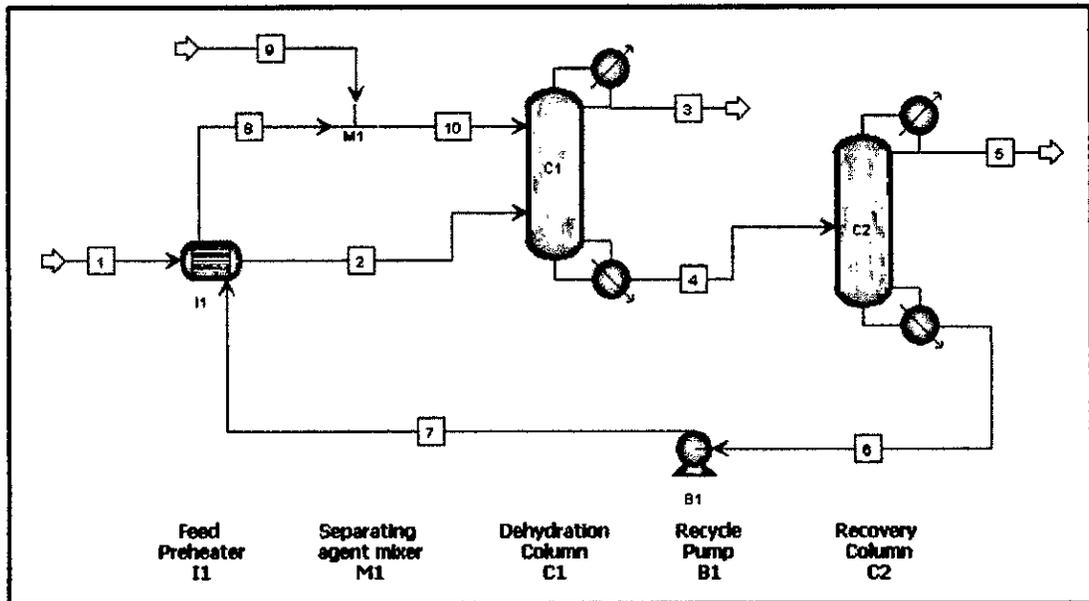
La disposición tiene una primera columna de deshidratación a la que una solución alcohólica, que está cerca de la composición azeotrópica, se alimenta en una de las etapas intermedias; y el agente de separación en una de las etapas superiores. Como producto de cabeza, en la columna de la deshidratación, se obtiene el alcohol con una concentración molar de 99,5 %, y como producto de fondo²⁸ se retira una mezcla de agua/agente de separación. Esta mezcla se lleva a una segunda columna de regeneración, en el que se aplica vacío²⁹ para separar el agua del agente de separación y reciclarlo más tarde para el proceso de deshidratación, mientras que el agua con un cierto contenido de etanol se recicla de nuevo a la etapa de rectificación que se encuentra en una zona de aguas arriba de la producción del proceso global de alcohol.

²⁸ Producto de fondo: Es el líquido eliminado en la zona inferior de la columna de destilación, enriquecido en el componente menos volátil, llamado también como residuo. (Treybal, 1988)

²⁹ Vacío: Condición en el que la presión es muy cercana o igual a cero en unidades de presión. (Levine, 2004)

Figura N° 2.6

Diagrama de proceso para la destilación extractiva usando sal en solvente



Fuente: Uyazán et al., 2008

Finalmente concluye que la destilación extractiva es un proceso energéticamente competitiva con respecto a otras tecnologías, en el que el etanol obtenido es comparable en términos de calidad con el producido por adsorción con tamices moleculares, método que implica mucho más inversión, teniendo en cuenta que el contenido de solvente en el producto final es menor que el mínimo requerido (0,1 % peso/peso como máximo) y la sal no está presente. De esta manera, el etanol anhidro producido por este método es adecuado no solo para los fines del presente proyecto sino para otras varias aplicaciones como la síntesis química de los ésteres, cadenas de compuestos orgánicos y cíclicos, detergentes, pinturas, cosméticos, aerosoles, entre otros.

2.3 Definición de términos básicos u otros contenidos dirigidos a fundamentar la propuesta de la investigación

- **Agente de separación:** o también llamado agente extractor, es una sustancia que se adiciona a una mezcla con el fin de romper el azeótropo y separarlo en sus componentes con la más alta pureza. (Henley & Seader, 1990)
- **Azeótropo:** Se refiere a una mezcla líquida en la cual las composiciones en las fases líquidas y vapor en equilibrio son idénticas a una temperatura y presión especificadas. (Cornejo, 2011)
- **Coefficiente de actividad:** Es un valor adimensional y positivo que mide el grado de divergencia del comportamiento de una sustancia con respecto al comportamiento ideal. (Levine, 2004)
- **Combustible:** Es cualquier material capaz de liberar energía, en forma de calor, cuando reacciona con el oxígeno, habitualmente contenido en el aire, transformando su estructura química. (Dominguez, 2013)
- **Etanol:** Es el alcohol etílico cuya fórmula química es $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$ y se caracteriza por ser un compuesto líquido, incoloro, volátil, inflamable y soluble en agua. (Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles, 2007)
- **Etanol Anhidro:** Es el alcohol etílico que se caracteriza por tener como máximo 0,5% de humedad. (Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles, 2007)

- **Etapas teóricas:** o también llamado plato teórico se define como aquél en que la composición promedio de todo el gas que abandona el plato está en equilibrio con la composición promedio de todo el líquido que abandona el plato. Estos se ubican en el interior de la columna, a lo largo de esta. (Treybal, 1988)
- **Fase:** Es una parte de un sistema, en el que una propiedad intensiva como la concentración o la presión a lo largo de ella es constante. (Levine, 2004)
- **Sal iónica:** o también llamado electrolito, sal sólida, es una sustancia conformada por iones en estado puro. (Levine, 2004)
- **Solvente:** o conocido también como disolvente, es llamado así cuando el agente de separación es una sustancia líquida. (Uyazán et al., 2004)
- **Volatilidad:** Es la tendencia de una molécula líquida de una sustancia o mezcla de estas a pasar a la fase vapor, medida por la presión de vapor que presenta. (Chang, 2010)
- **Volatilidad relativa:** Es la relación entre las fracciones molares de una especie en la fase vapor y líquido que se encuentran en equilibrio respectivamente. (Henley & Seader, 1990)

III. VARIABLES E HIPOTESIS

3.1 Variables de la investigación

3.1.1 Variables dependientes

Y = Grado de deshidratación de etanol

3.1.2 Variables independientes

X_1 = Clase de agente de separación

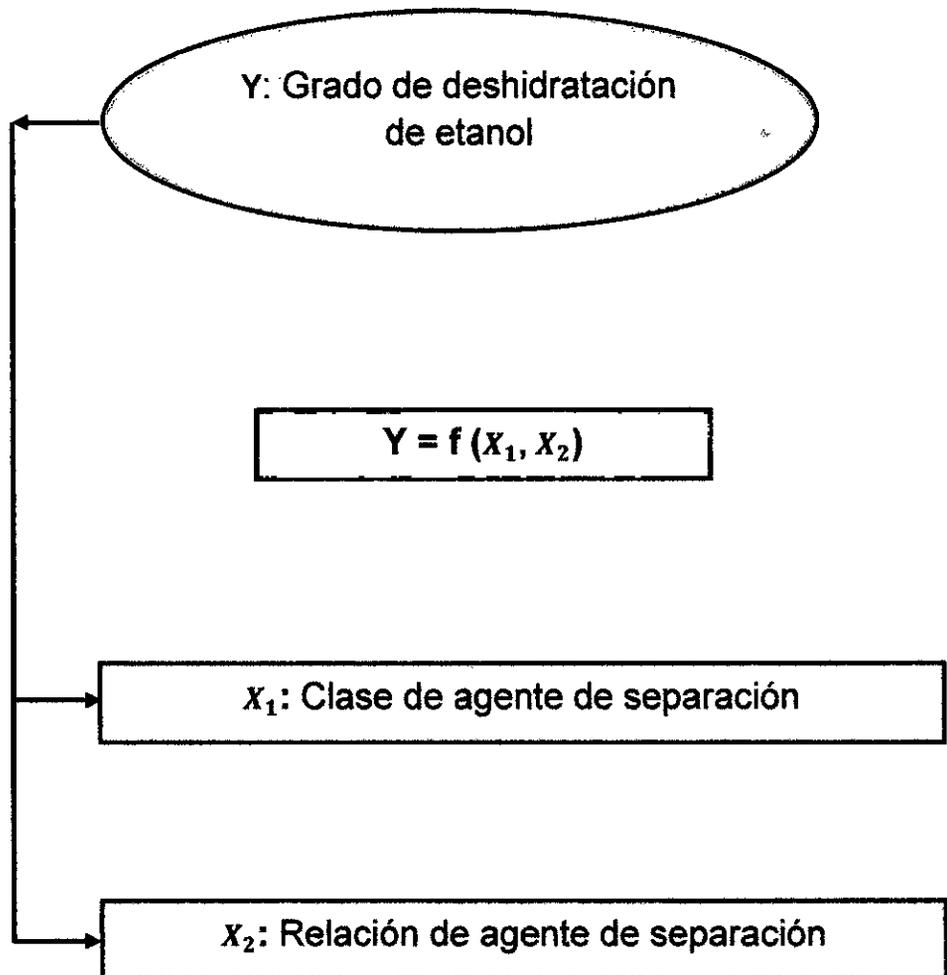
X_2 = Relación de agente de separación

3.1.3 Relación de variables

Las variables se relacionan de la siguiente manera:

$$Y = f(X_1, X_2)$$

Figura N° 3.1
Variables de la investigación



3.2 Operacionalización de variables

Tabla N° 3.1
Operacionalización de variables

VARIABLES DEPENDIENTES	DIMENSIONES DEPENDIENTES	INDICADORES DEPENDIENTES	MÉTODOS
<i>Y = Grado de deshidratación de etanol</i>	<i>Pureza de etanol en el destilado</i>	<i>Porcentaje (%)</i>	<i>Método del Alcohólimetro de Gay Lussac</i>
VARIABLES INDEPENDIENTES	DIMENSIONES INDEPENDIENTES	INDICADORES INDEPENDIENTES	MÉTODOS
<i>X₁ = Clase de agente de separación</i>	<i>Agente de separación líquido</i>		
	<i>Agente de separación sólido</i>		
	<i>Agente de separación sólido en líquido a 0.1 g/mL</i>		
	<i>X₂ = Relación de agente de separación</i>	<i>Relación en volumen 1 : 1 de agente de separación y la alimentación</i>	
	<i>Relación en volumen 2 : 1 de agente de separación y la alimentación</i>		
	<i>Relación en volumen 3 : 1 de agente de separación y la alimentación</i>		

3.3 Hipótesis general e hipótesis específicas

3.3.1 Hipótesis general

La destilación extractiva del alcohol con agente de separación líquido, sólido o la mezcla de ambos a 0.1 g/mL, nos permite obtener un mayor grado de deshidratación de etanol.

3.3.2 Hipótesis específicas

- Los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva son el glicerol, el cloruro de calcio y la combinación de ambos a 0.1 g/mL.
- Optimización del proceso de destilación extractiva con diferentes agentes de separación
- Diferentes clases y cantidades de agente de separación en la destilación extractiva tendrán distintos efectos sobre el grado de deshidratación de etanol.

IV. METODOLOGIA

4.1 Tipo de Investigación

Los tipos de investigación que se realizaron en el presente trabajo de tesis fueron:

Por la naturaleza de los datos manejados, la metodología fue cuantitativa, ya que en el estudio se cuantificaron las condiciones de las corrientes de producto de tope y de fondos (concentración, volumen, temperatura), y se usaron diferentes clases y cantidades de agente de separación, los cuales nos ayudaron a la comprobación de la hipótesis.

Por su diseño interpretativo, la investigación fue experimental, ya que se manipularon los valores de la clase y relación de agente de separaciones utilizadas en la destilación extractiva para analizar los efectos sobre el grado de deshidratación de etanol en el destilado.

Por el alcance del estudio, en primera estancia, se consideró de origen exploratorio, ya que se buscó examinar sobre la destilación extractiva y sus agentes de separación, tema poco estudiado en el Perú.

En la etapa siguiente, se contempló un estudio correlacional, ya que se buscó conocer el grado de asociación de las clases y cantidades de agente de separación utilizadas en la destilación extractiva sobre el grado de deshidratación de etanol.

Finalmente, por su finalidad, se encontró como aplicada, ya que los resultados que se obtuvieron sirven para emplearlos en la industria de los

combustibles principalmente, pero también puede presentar usos en alimentos, perfumería, etc.

4.2 Diseño de la Investigación

El desarrollo experimental de la investigación se realizó en la torre de destilación del laboratorio de operaciones unitarias (LOPU) de la facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de Callao, y la forma como se desarrollaron las corridas experimentales fue siguiendo lo propuesto en “Manual de instrucción – Columna de destilación continua UOPCC3 ARMEFIELD”, solo que en este caso se añadió una nueva corriente, que alimentaba el solvente de separación (glicerina, cloruro de calcio y la mezcla de ambos) lo que provocó el rompimiento del azeótropo y en consecuencia un mayor grado de etanol en el producto de tope.

4.2.1 Establecer los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva.

El proceso de elección de los agentes de separación más convenientes desde la perspectiva de operación y logística fueron los siguientes:

-Agente de separación líquido: Glicerina

La presión de vapor del etanol es 2.5 veces mayor que la del agua, por lo que es conveniente utilizar un agente de extracción hidrofílico que reduzca el coeficiente de actividad del agua, que además incremente el coeficiente de actividad del etanol. Asimismo, tiene baja viscosidad y toxicidad.

Además, su fácil disponibilidad y costo asequible en el mercado, hizo que se haya elegido como representante de los agentes de separación líquidos.

-Agente de separación sólido: Cloruro de calcio dihidratado

Basado en los resultados obtenidos por Cornejo (2011) y López & Lozada (2005), quienes obtuvieron etanol anhidro con buenos resultados, usando como agente de separación el cloruro de calcio frente a las demás alternativas como el Cloruro de sodio y Yoduro de potasio, se optó por utilizar el cloruro de calcio, pero en forma de dihidratado como agente de separación sólido, debido a los elevados costos en el mercado peruano en estado puro. Asimismo, se recomienda disolver el cloruro de calcio en etanol no anhidro 95-96 % Volumen por cuestiones de operación y de costos, por lo que usamos el cloruro de calcio dihidratado en etanol de 96 ° en una relación en peso de 1 a 9.

-Agente de separación sólido en líquido: Cloruro de calcio dihidratado – etanol en glicerina 0,1 g / ml.

Se combinan los efectos de los agentes de separación líquido y sólido, en una proporción de 0,1 g de agente sólido en 1 ml. de agente líquido, relación determinada por el punto de saturación del cloruro de calcio en la glicerina.

4.2.2 Determinar las condiciones de operación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes agentes de separación.

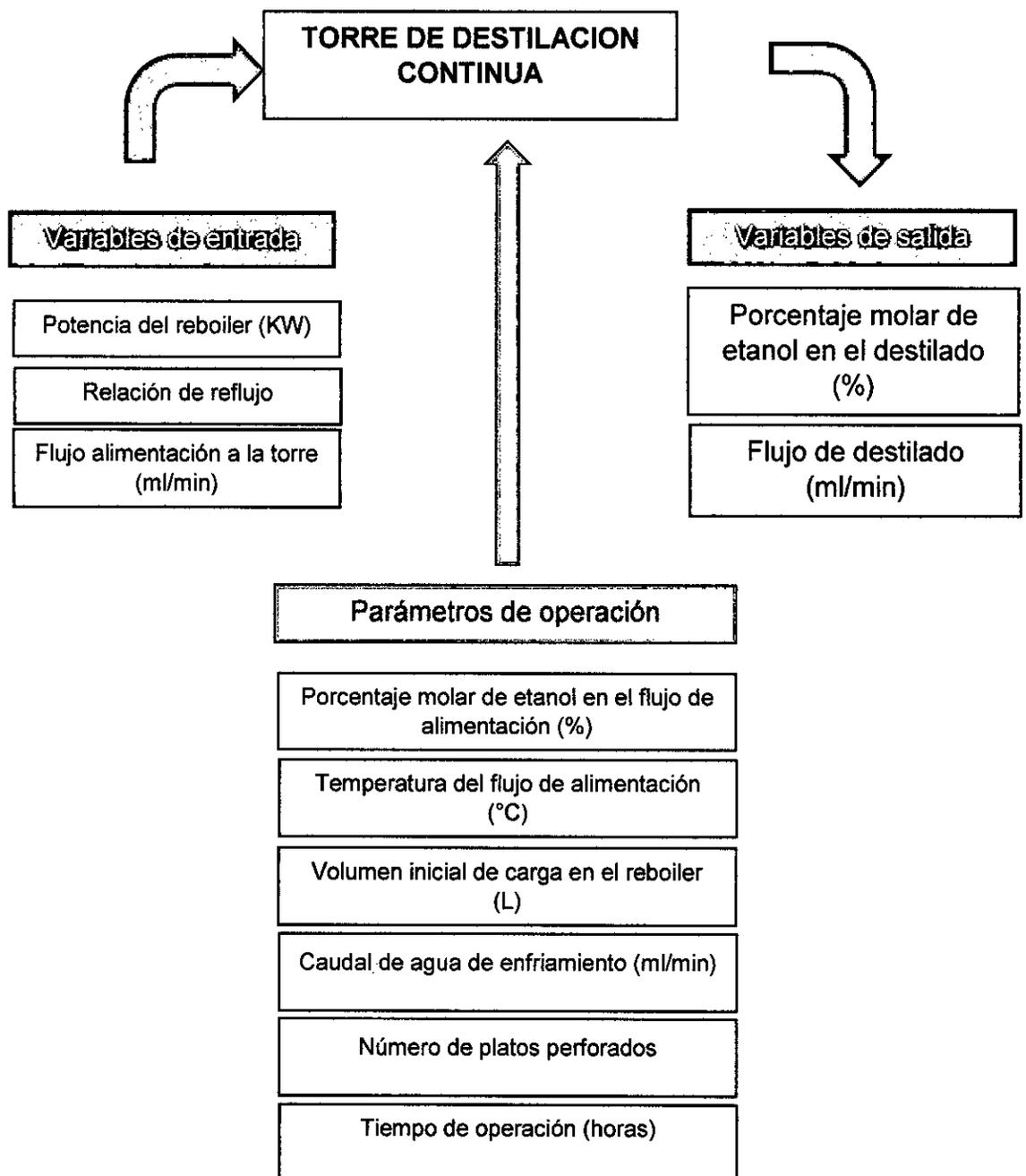
Ya demostrada la capacidad de los agentes de separación a utilizar para desplazar el azeótropo etanol-agua, se procedió a establecer las condiciones óptimas de operación para la torre de destilación en modo continuo y en ausencia del agente de separación. Es prudente hacer un repaso de las condiciones de trabajo de la torre, donde se muestra las variables de entrada, parámetros específicos de operación y las variables de salida.

Antes de entrar en detalle, es importante aclarar que se partió siempre como base de los resultados obtenidos en el simulador Aspen Plus® (Versión 8.2), los cuales fueron llevados a la experimentación y obtuvieron valores con muy poco margen de diferencia, lo que nos permitió trabajar validar dichas simulaciones.

Variables del proceso

Se definen las variables del diseño experimental.

Figura N° 4.1
Variables del diseño experimental



Cálculo de los valores constantes de los parámetros de operación:

Porcentaje molar de etanol en el flujo de alimentación (%)

La fracción molar se define teniendo en cuenta un rango de 10 % menos al punto azeotrópico etanol-agua (90.37 % molar), convenientemente para visualizar el rompimiento del azeótropo, eligiéndose como 84 % el valor a utilizar.

Temperatura del flujo de alimentación (°C)

La temperatura de la mezcla etanol-agua alimentada de forma continua a la torre de destilación es la temperatura del ambiente 20°C, considerando que el etanol es un compuesto relativamente volátil.

Volumen inicial de carga en el reboiler (L)

Se debe considerar que la capacidad del reboiler es de 10-12 litros y que además cuenta con un sensor de nivel en el interior que protege el elemento calefactor a que se sobrecaliente debido al bajo nivel de funcionamiento que pueda darse durante el proceso de destilación, lo cual provoca que este se apague por seguridad. Por ello, se determinó como nivel de operación 5 litros de carga inicial, ya que en dicho nivel durante el arranque de la destilación y en el proceso de modo continuo el nivel se mantiene en valores constantes y además no activa el bajo nivel de funcionamiento.

Caudal de agua de enfriamiento (ml/min)

De acuerdo al *Manual de instrucción – Columna de destilación continua UOPCC3 ARMEFIELD* se recomienda un flujo mínimo de operación en el condensador de agua de enfriamiento de 1500 ml/min; sin embargo ,de

acuerdo a las experimentaciones predecesoras en la torre de destilación continua, se propone un flujo a usar de 3500 ml/min.

Número de platos perforados

Este parámetro es incontrolable y fijo para el proceso de destilación. (8 platos)

Tiempo de operación (horas)

El tiempo de operación en modo continuo dependió del volumen de muestra necesario para la medición del porcentaje molar en el destilado. La técnica de determinación de etanol fue por el alcoholímetro de Gay-Lussac, por lo que el volumen requerido fue de 250 ml como mínimo. Por ello, se tomó el tiempo de operación necesario para alcanzar este volumen, lo que dio como resultado mínimo trabajar por 30 minutos para obtener dicha cantidad. Considerando que se requiere tomar lectura por triplicado, se define como tiempo de operación tres veces 30 minutos, es decir, 1.5 horas.

Simulación del proceso de destilación continúa para la determinación de los niveles en las variables de entrada

Para la optimización del proceso de destilación se requirió primero definir bajo qué niveles trabajarán las variables de operación a manipular, con el fin de estudiar la reacción de las variables de salida del proceso en función de estas.

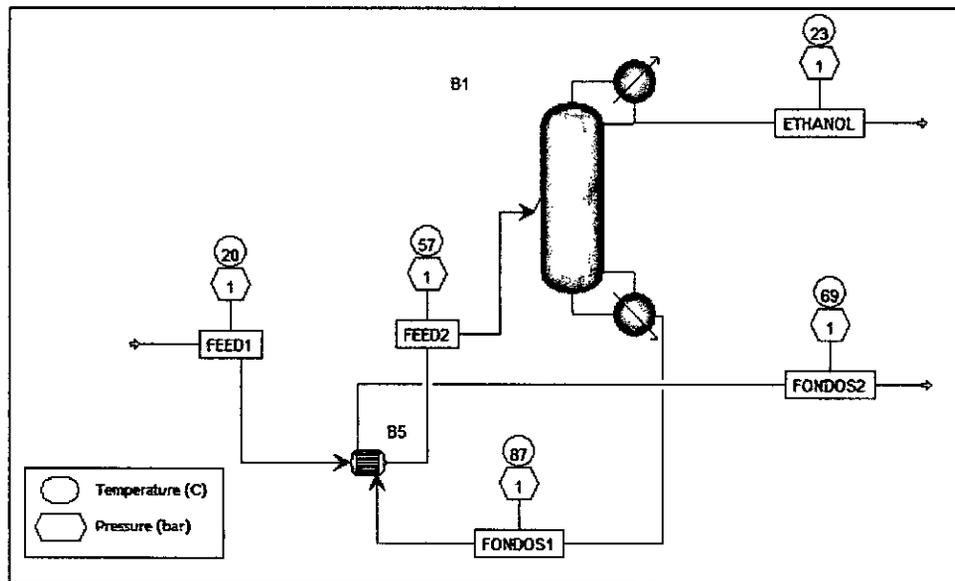
En el caso de la presente experimentación para determinar los valores de los niveles de las variables de entrada de la torre de destilación continua UOP3CC para la separación de las mezclas etanol-agua, se tomó como vector de respuesta la composición de etanol en la corriente de destilado y como variables manipulables del equipo los siguientes parámetros:

1. Flujo de la corriente de alimentación
2. Potencia suministrada en el reboiler
3. Relación de reflujo

Se realizó un análisis de sensibilidad con el simulador Aspen Plus®, el cual calcula los vectores de salida a partir de sus vectores de entrada, considerando los parámetros propios del equipo.

El diagrama de flujo del proceso representa el esquema de la operación de destilación en la columna de platos perforados UOP3CC en modo continuo (Véase la figura N° 4.2, en la página 67) donde el objetivo principal fue dar con el mayor contenido de etanol en la corriente ETHANOL.

Figura N° 4.2
 Diagrama de flujo de la destilación fraccionada en columna de platos UOP3CC modo continuo



La corriente ETHANOL corresponde al destilado rico en etanol y FONDOS 2 a la corriente de fondos luego del intercambio calórico con la corriente de alimentación FEED 1. Las variables manipuladas ya mencionadas anteriormente serán conjugadas de tal forma de que el vector de respuesta (la fracción molar de etanol en la corriente del destilado) sea optimizado. El modelo de actividad usado por el simulador Aspen Plus® es NRTL-E, donde los parámetros de interacción fueron los siguientes: (Véase la tabla N° 4.1, en la página 68)

Tabla N° 4.1
Coefficientes de actividad binarios etanol – agua

Component I	ETHANOL
Component J	WATER
Temperature units	C
Source	APV82 VLE-IG
Property units	-
AIJ	-0.8009
AJI	3.4578
BIJ	246.18
BJI	-586.0809
CIJ	0.3
DIJ	0
EIJ	0
EJI	0
FIJ	0
FJI	0
TLOWER	24.99
TUPPER	100

Durante de la simulación, se dejan fijos los parámetros de operación definidos en capítulos anteriores: Porcentaje molar de etanol en el flujo de alimentación, temperatura del flujo de alimentación, volumen inicial de carga en el reboiler, caudal de agua de enfriamiento del condensador, número de platos perforados y el tiempo de operación. Para determinar los niveles de las variables de entrada se evaluará el efecto de estas frente a la concentración de etanol en el destilado.

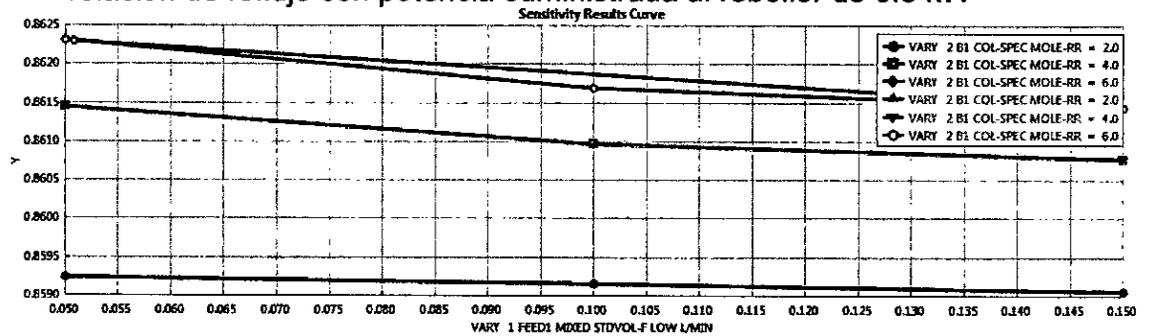
En las figuras siguientes podemos observar el efecto de las variables flujo de alimentación a la columna (l/min) y relación de reflujo frente a la concentración de etanol en el destilado con tres niveles de potencia suministrada en el reboiler (0.5, 1.0 y 1.5), los cuales se eligieron

considerando el rango de manipulación de la consola de control y capacidad del equipo.

En los gráficos se observa una tendencia marcada que para valores mayores de relación de reflujo la concentración en el destilado aumenta.

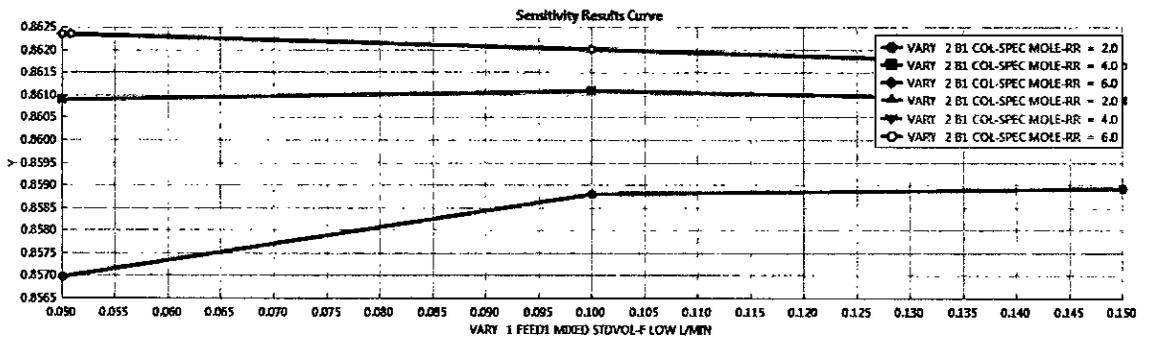
Para el primer gráfico la influencia de la cantidad de flujo alimentado a la torre no es muy significativa sobre el vector de respuesta cuando la potencia del reboiler es bajo.

Gráfico N° 4.1
Comportamiento de la concentración del destilado vs. Flujo alimentación y relación de reflujo con potencia suministrada al reboiler de 0.5 kW



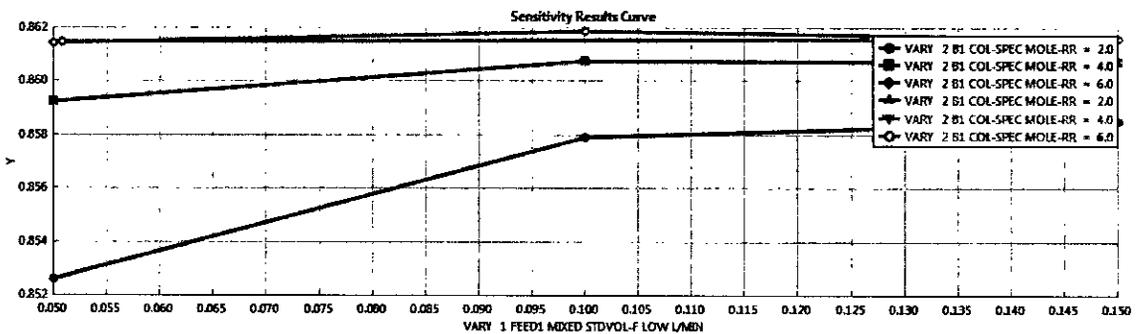
Para el caso de un aumento de la potencia suministrada sí se observa una variación en la cantidad de etanol en el destilado cuando aumenta el flujo de alimentación, pero solo cuando la relación de reflujo es baja, considerando que se tiene como objetivo el mayor grado de etanol.

Gráfico N° 4.2
Comportamiento de la concentración del destilado vs. Flujo alimentación y relación de reflujo con potencia suministrada al reboiler de 1.0 kW



Finalmente la tendencia para la potencia máxima es la misma que para los casos anteriores, donde deja de ser importante el flujo de alimentación a medida que la relación de reflujo es mayor. Sin embargo, el máximo grado deshidratación se da para cuando la potencia suministrada es 1.0 Kw.

Gráfico N° 4.3
Comportamiento de la concentración del destilado vs. Flujo alimentación y relación de reflujo con potencia suministrada al reboiler de 1.5 kW



Por lo tanto, siendo el objetivo determinar las condiciones óptimas de operación de la torre de destilación continua en ausencia de las variables de la investigación (agentes de separación) se calculó el número de experimentos a realizar, considerando que ya se tienen definidas las variables de entrada y que tomando en cuenta las simulaciones realizadas se eligen como los niveles de operación:

Tabla N° 4.2
Variables y niveles de entrada

Variable	Nivel I	Nivel II	Nivel III
Potencia Reboiler (KW)	0.5	1.0	1.5
Relación de reflujo	2	4	6
Flujo de alimentación (ml/min)	50	100	150

Cálculo del número de experimentos a realizar:

$$\text{Número de niveles}^{\text{Número de variables}} = 3^3 = 27 \text{ experimentos}$$

Asimismo, se presenta el plan de experimentaciones en la torre de destilación continua con los parámetros de operación definidos y experimentando con las variables en todos sus niveles:

Tabla N° 4.3
Parámetros óptimos de operación de la torre destilación

Parametros de operación	
Porcentaje molar de etanol en el flujo de	0.84
Temperatura del flujo de alimentación	20 °C
Volumen inicial de carga en el reboiler	5 L
Caudal de agua de enfriamiento	3500 ml/min
Numero de platos perforados	8
Tiempo de operación	1.5 horas

A continuación los experimentos a realizar: (Véase la tabla N° 4.4)

Tabla N° 4.4
Diseño de experimentos – modelo

N° Experimentos	Variables			Niveles			Vector de respuesta	
	Potencia Reboiler (KW)	Relación de reflujo	Flujo de alimentación (ml/min)	a	b	c	% Molar de etanol (PROM)	Volumen de destilado PROM (ml/min)
1	0.5	2	50	I	I	I		
2	0.5	2	100	I	I	II		
3	0.5	2	150	I	I	III		
4	0.5	4	50	I	II	I		
5	0.5	4	100	I	II	II		
6	0.5	4	150	I	II	III		
7	0.5	6	50	I	III	I		
8	0.5	6	100	I	III	II		
9	0.5	6	150	I	III	III		
10	1.0	2	50	II	I	I		
11	1.0	2	100	II	I	II		
12	1.0	2	150	II	I	III		
13	1.0	4	50	II	II	I		
14	1.0	4	100	II	II	II		
15	1.0	4	150	II	II	III		
16	1.0	6	50	II	III	I		
17	1.0	6	100	II	III	II		
18	1.0	6	150	II	III	III		
19	1.5	2	50	III	I	I		
20	1.5	2	100	III	I	II		
21	1.5	2	150	III	I	III		
22	1.5	4	50	III	II	I		
23	1.5	4	100	III	II	II		
24	1.5	4	150	III	II	III		
25	1.5	6	50	III	III	I		
26	1.5	6	100	III	III	II		
27	1.5	6	150	III	III	III		

4.2.3 Evaluar el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol.

Una vez que se hayan obtenido las condiciones óptimas de operación con los parámetros de operación de la torre de destilación continua definidas, se evaluará el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol en el destilado, de acuerdo a lo siguiente: (Véase la figura N° 4.3)

Figura N° 4.3
Diseño experimental de la destilación extractiva

	B1: Relación en volumen 1 : 1 de agente de separación y la alimentación: 50 ml/min	B1: Relación en volumen 2 : 1 de agente de separación y la alimentación: 100 ml/min	B3: Relación en volumen 3 : 1 de agente de separación y la alimentación: 150 ml/min
A1: Agente de separación líquido: Glicerina	A1B1	A1B2	A1B3
A2: Agente de separación sólido: Cloruro de calcio	A2B1	A2B2	A2B3
A3: Agente de separación sólido en líquido: Cloruro de calcio-Glicerina 0,1 g/ml.	A3B1	A3B2	A3B3
			Punto de control

Finalmente, los resultados serán presentados, por cada agente de separación y sus distintos niveles de relación de agente de separación, con los siguientes vectores de respuesta:

Tabla N° 4.5
Modelo de presentación de resultados de destilación extractiva

	Descripción	Unidades
Vector de Salida	Temperatura plato 1	°C
	Temperatura plato 2	°C
	Temperatura plato 3	°C
	Temperatura plato 4	°C
	Temperatura plato 5	°C
	Temperatura plato 6	°C
	Temperatura plato 7	°C
	Temperatura plato 8	°C
	Temperatura del líquido en el reboiler	°C
	Temperatura del vapor que sale de la columna por encima de la primera bandeja	°C
	Temperatura del agua de refrigeración que entra al condensador	°C
	Temperatura del agua de refrigeración que sale al condensador	°C
	Temperatura del condensado como reflujo / producto tope	°C
	Temperatura del líquido de alimentación ingresante a la columna antes del intercambiador	°C
	Temperatura del líquido de alimentación ingresante a la columna luego del intercambiador	°C
	Tasa de evaporización	l/hr
	Porcentaje molar del líquido de producto de tope	mol/mol
	Flujo del producto de tope	l/min
	Temperatura del líquido de producto de tope	°C
	Porcentaje molar del líquido de producto de fondo	mol/mol
Flujo del producto de fondo	l/min	
Temperatura del líquido de producto de fondo	°C	

4.3 Población y muestra

Por la naturaleza del presente trabajo, la población y la muestra fueron de la misma magnitud; es decir, ya que se trató de una muestra no probabilística, la elección de mezcla de etanol-agua en la destilación extractiva no dependió de la probabilidad ni la representatividad, sino de que tuviera ciertas características específicas acorde a las necesidades de la investigación.

4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos

Para la recolección de datos se realizaron las mediciones de cada prueba experimental por dos métodos: Método de densidades y el método del alcoholímetro de Gay-Lussac con el fin de obtener una mayor confiabilidad en los resultados.

Para ello, fue necesario del uso de los siguientes instrumentos: balanza analítica, termómetro y alcoholímetro Gay-Lussac.

4.5 Plan de análisis estadísticos de datos

Para el análisis de los datos se utilizó el software Microsoft Excel 2013, y para la simulación y análisis de sensibilidad del proceso de destilación extractiva se hizo uso del Aspen Plus®.

4.6 Procesamiento estadístico y análisis de datos

El procesamiento de la data resultante se realizó con el software Minitab 17, el cual se usó para el análisis de la data resultante. Asimismo, se compararon los resultados experimentales con los estadísticos, dando mayor validez a la información obtenida.

V. MATERIALES Y METODOS

5.1 Tratamiento de materias primas

✓ Materias primas, insumos y reactivos

El requerimiento de materias primas se calculó a partir de la necesidad de cada una de ellas para las veintisiete corridas de la etapa de optimización de la torre de destilación continua y nueve corridas de la etapa de evaluación de la influencia de los agentes de separación en el grado de deshidratación de etanol en el destilado. (Véase la tabla N° 5.1)

Tabla N° 5.1
Balance de materia

MATERIAL	CANTIDAD (Kilogramos)	CANTIDAD (Litros)
Etanol 96 °	-	460
Glicerina	70	56
Cloruro de calcio dihidratado	4	-

✓ Preparación de las mezclas etanol - agua

La preparación de las mezclas de partida (0,84 molar de etanol) se realizaron a partir del etanol de 96°, el cual se solicitó el permiso correspondiente al Ministerio de la Producción – Dirección General de Políticas y Regulación Dirección de Insumos Químicos y Productos Fiscalizados DIQPF para su compra en el mercado nacional como persona natural con fines de investigación, el cual fue otorgado satisfactoriamente.

Figura N° 5.1
Alcohol de 96 °



✓ Preparación de los solventes

Los agentes de separación tuvieron un acondicionamiento térmico, antes de ser colocados en los recipientes de alimentación a la torre.

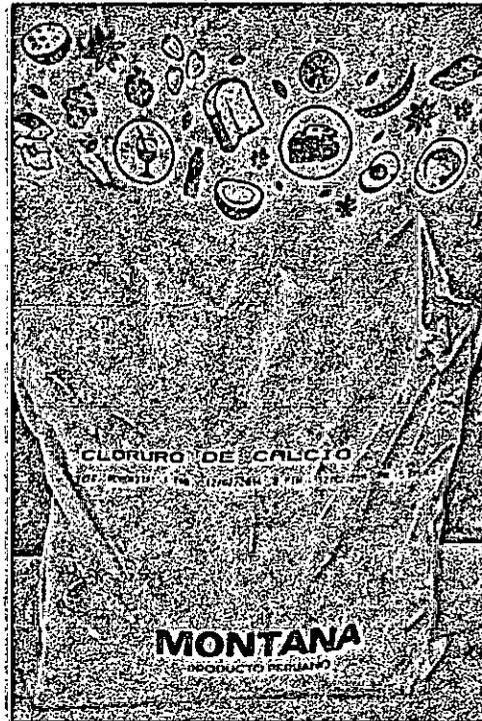
Para el caso de la glicerina, se llevó a una temperatura de 65°C, ya que a ese punto la viscosidad es adecuada para que fluya desde el recipiente de dosificador a la columna, valor soportado por un análisis de sensibilidad en el simulador Aspen Plus con respecto a la concentración de etanol en el destilado.

Figura N° 5.2
Agente de separación líquido: glicerina



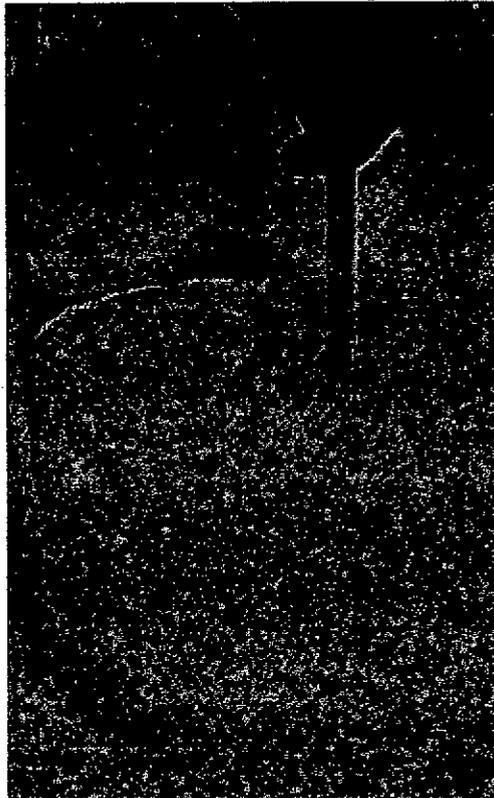
Un caso en particular fue el del cloruro de calcio dihidratado, el cual de acuerdo a lo expuesto párrafos atrás, se disolvió en etanol no anhidro 96 % v/v por cuestiones de operación y de costos, entóy se cal la solución a 65 °C (Temperatura de ingreso a la columna). Por ello, usamos el cloruro de calcio dihidratado en etanol de 96 ° en una relación en peso de 1 a 9.

Figura N° 5.3
Agente de separación sólido: cloruro de calcio dihidratado



Finalmente, para el efecto de combinado de la glicerina y el cloruro de calcio fue necesario realizar sus acondicionamiento por separado, para luego ser mezclados en una proporción de 0,1-g de agente sólido en 1 ml. de agente líquido, relación determinada por el punto de saturación del cloruro de calcio en la glicerina.

Figura N° 5.4
Preparación del agente solido en líquido a 0,1 g/ml



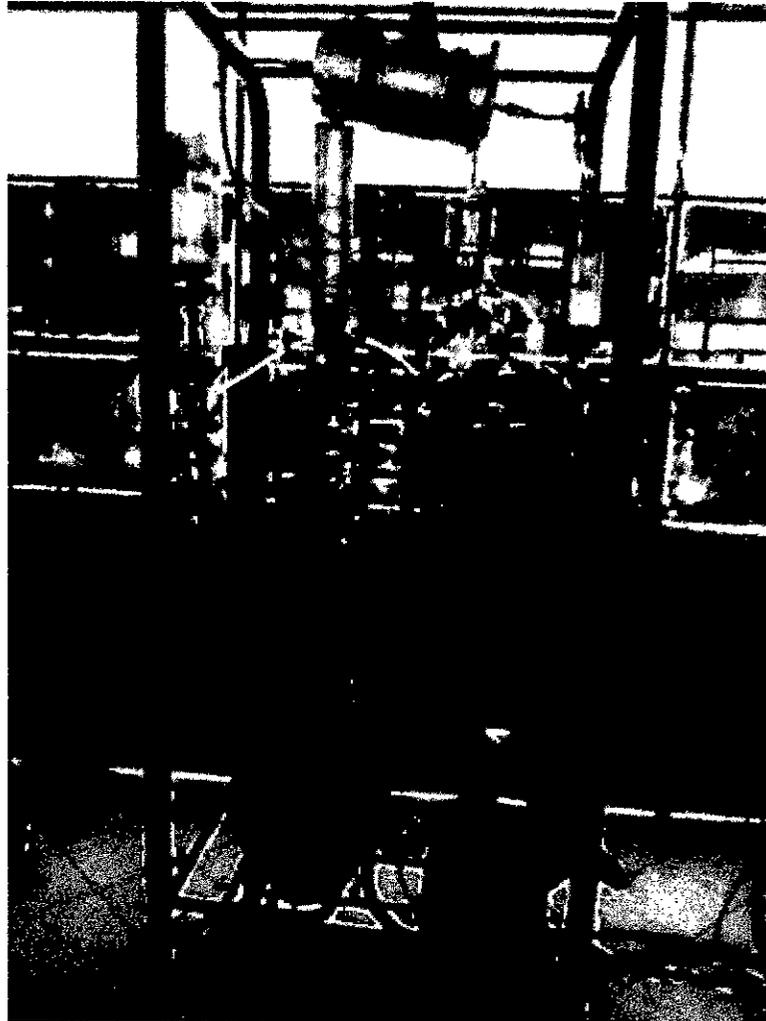
5.2 Obtención del producto

El proceso de obtención del producto radica principalmente en lo obtenido producto de la destilación; asimismo, los experimentos se realizaron en la columna de destilación continua UOP3CC que incorpora un total de ocho placas de tamiz de 50 mm de diámetro, distribuidas en dos secciones de vidrio, conteniendo cada una cuatro de estas. Cada una de los platos perforados se encuentra atravesados por un vástago de soporte central e incluye un rebosadero y tubo de descenso para crear un sello líquido entre

etapas sucesivas. El sello líquido en la placa final de cada sección se compone por un tubo en U.

Las mezclas de alimentación de cualquiera de los tanques alimentadores fueron bombeadas por una bomba peristáltica con capacidad de entrega de 0 a 300 ml/min. Además, se contó con el reboiler de acero inoxidable 316, con una capacidad de 10 a 12 litros, y un condensador en la parte superior equipado con una camisa aislada que permitió el balance de calor.

Figura N° 5.5
Columna de destilación continúa UOP3CC



Asimismo se utilizaron los siguientes equipos y materiales:

- Calentador eléctrico
- Probeta 250 ml.
- Fiola 1000 ml.
- Pipeta
- Piceta
- Vaso de precipitado 5000 ml.
- Alcoholímetro Gay-Lussac
- Termómetro
- Erlenmeyer 250 ml.
- Embudo
- Cronómetro
- Balanza digital

Procedimiento experimental de la destilación continua en la torre de platos perforados

1. Inicialmente se cargó el reboiler con la mezcla etanol – agua con una concentración molar de 0,84, a una altura de 7 centímetros del total del volumen, equivalente a 8 litros de líquido.

Figura N° 5.6
Carga del reboiler con líquido de alimentación



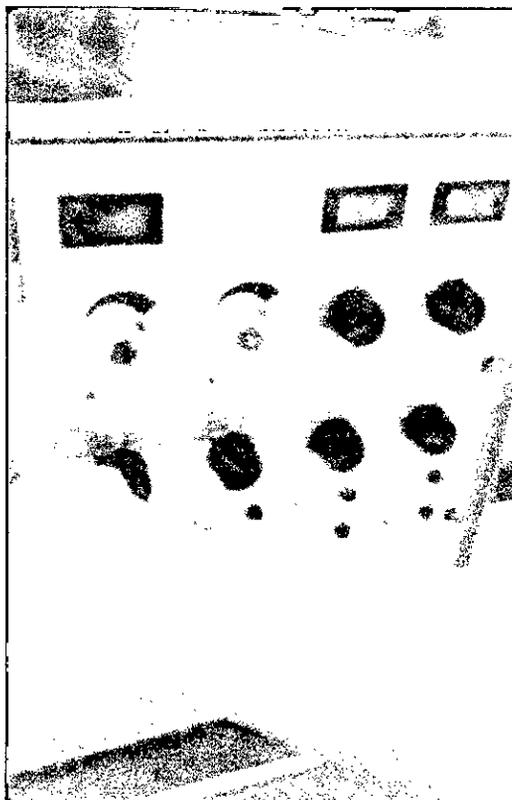
2. Antes de suministrar energía al recalentador, fue primordial encender la bomba de agua de refrigeración (se verificó el nivel de agua en el tanque de suministro) y se fijó el flujo de agua de refrigeración en 3500 ml/min.

Figura N° 5.7
Apertura de válvula de flujo de agua de refrigeración al condensador



3. Luego de tomar las consideraciones con el suministro de agua de refrigeración, se procedió a encender el equipo de destilación conjuntamente con la consola de control. Se fijó la Potencia del reboiler de acuerdo a las experiencias planificadas en los capítulos predecesores.

Figura N° 5.8
Encendido de consola de control de columna de destilación

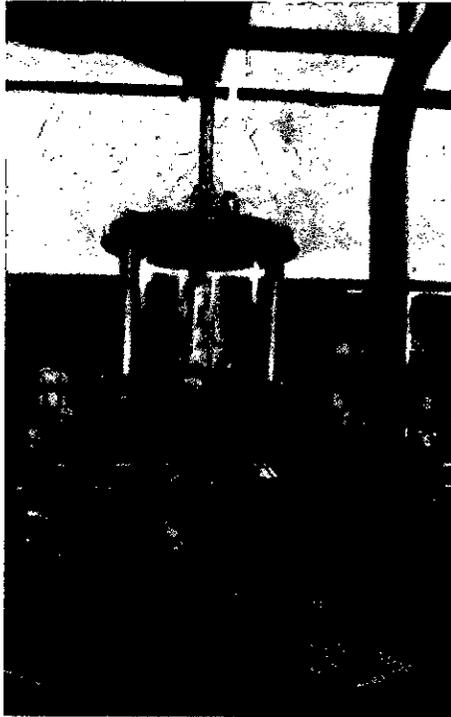


4. La destilación en la columna inicia con la aparición de las primeras gotas en ebullición en los platos 1 y 5, por lo que inmediatamente se abrieron las siguientes válvulas: válvula del destilado al receptor del producto de tope, válvula de reflujo a la columna, válvula de alimentación continua y válvula de salida de producto de fondo de reflujo a la columna. De esta manera, se inició la destilación con el encendido del temporizador de reflujo y la bomba de suministro de alimentación continua de mezcla a la columna en los valores planificados.

Figura N° 5.9
Inicio de la destilación en columna de destilación



Figura N° 5.10
Apertura de válvula canalizadora de destilado a columna y recipiente de producto de tope



5. Se tuvo un tiempo de espera de 10 minutos para que el proceso llegue al estado estacionario. Desde ese momento inicia la destilación en estado continuo y se empieza con el seguimiento a las variables de salida.

Figura N° 5.11
Proceso de destilación en columna de platos



5.3 Operación y control de prueba

La operatividad de la columna de destilación en el estado continuo fue monitoreada periódicamente con un registro de las variables de salida cada 5 minutos. (Temperaturas, Tasa de vaporización, Flujos de salida)

Asimismo, la concentración del destilado fue muestreada cada 30 minutos hasta obtener tres valores. (Total de 90 minutos de operación en estado continuo)

Figura N° 5.12
Muestreo de destilado



Dispositivos para el sistema de control de prueba y operación

La columna de destilación es una unidad de proceso autónomo que cuenta con una consola de control, del cual podemos manipular tres variables: Potencia suministrada al reboiler, la relación de reflujo del producto de tope y el flujo de alimentación. Asimismo, se contó con 14 puntos de toma temperaturas en diferentes puntos de la torre. (Ocho platos perforados, vapor saliente de la torre, líquido en el reboiler, líquido de ingreso y salida del condensador, mezcla alimentada a la torre y líquido de reflujo del producto de tope).

Pruebas previas y Puesta a punto de la columna

La prueba del equipo se realizó con agua destilada con el fin de adquirir la maniobrabilidad del equipo, asimismo para limpiar de las sustancias ajenas al proceso que hayan podido quedar por anteriores experiencias.

El tiempo de pre-arranque fue de entre 25 – 30 minutos, tiempo requerido para iniciar la destilación con la ebullición del líquido en los platos 1 y 5, y la aparición de la primera gota de destilado. Asimismo, se necesitó de 10 minutos adicionales para que, con la apertura de las válvulas de entrada y salida de flujo en toda la torre, se alcance el estado continuo.

5.4 Procedimiento de análisis

Para la medición del porcentaje de etanol en el destilado, se usó el densímetro y alcoholímetro de Gay-Lussac, el cual nos dio opciones de

contrastar los datos obtenidos por dos instrumentos de medición, y darle mayor confiabilidad a los resultados.

Figura N° 5.13
Medición de porcentaje etanol en destilado



De acuerdo a lo planificado en las experimentaciones, el muestreo del destilado se realizó cada 30 minutos por un lapso total de 90 minutos de operación de la torre, tomando un volumen de 250 mililitros en un Erlenmeyer, que enseguida fue puesto en un recipiente con hielo, hasta enfriar el líquido obtenido a 20 °C para su lectura en tablas, obteniéndose tres datos de la concentración del destilado en densidad (Densímetro) y en porcentaje en volumen (Alcoholímetro Gay Lussac).

Figura N° 5.14
Enfriamiento de destilado muestreado



La concentración del etanol anhidro obtenido en las experimentaciones, mayor o igual a 98,9 mol/mol, cumple con lo establecido en el artículo 7°: “Porcentaje de la mezcla de Alcohol carburante con gasolinas” establecido en el Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles (2007), que aplica a su uso como reemplazo parcial de la gasolina de hasta 7,8 % en volumen.

Figura N° 5.15
Medición con alcoholímetro de Gay-Lussac



VI. RESULTADOS

6.1 Optimización de la torre de destilación continua

Como se ya se había mencionado con anterioridad en el estudio experimental, se llevaron a cabo las experimentaciones con las variables de entrada de la investigación en todos los niveles propuestos, en búsqueda del mejor escenario para la destilación continua. (Véase la tabla N° 6.1, en la página 97)

Tabla N° 6.1
Diseño de experimentos – resultados

N° Experimentos	Variables			Niveles			Vector de respuesta	
	Potencia Reboiler (KW)	Relación de reflujo	Flujo de alimentación (ml/min)	A	B	C	% Molar de etanol (PROM)	Volumen de destilado PROM (ml/min)
1	0.5	2	50	I	I	I	0.8592	10.5
2	0.5	2	100	I	I	II	0.8591	9.5
3	0.5	2	150	I	I	III	0.8590	8.4
4	0.5	4	50	I	II	I	0.8615	8.4
5	0.5	4	100	I	II	II	0.8610	7.2
6	0.5	4	150	I	II	III	0.8608	5.0
7	0.5	6	50	I	III	I	0.8624	4.4
8	0.5	6	100	I	III	II	0.8617	4.0
9	0.5	6	150	I	III	III	0.8615	3.5
10	1.0	2	50	II	I	I	0.8576	14.5
11	1.0	2	100	II	I	II	0.8589	12.0
12	1.0	2	150	II	I	III	0.8590	19.5
13	1.0	4	50	II	II	I	0.8611	13.0
14	1.0	4	100	II	II	II	0.8611	12.8
15	1.0	4	150	II	II	III	0.8609	11.7
16	1.0	6	50	II	III	I	0.8625	9.5
17	1.0	6	100	II	III	II	0.8620	8.7
18	1.0	6	150	II	III	III	0.8616	8.6
19	1.5	2	50	III	I	I	0.8539	25.0
20	1.5	2	100	III	I	II	0.8582	32.5
21	1.5	2	150	III	I	III	0.8586	32.7
22	1.5	4	50	III	II	I	0.8597	19.8
23	1.5	4	100	III	II	II	0.8609	15.4
24	1.5	4	150	III	II	III	0.8608	13.5
25	1.5	6	50	III	III	I	0.8617	14.1
26	1.5	6	100	III	III	II	0.8619	13.6
27	1.5	6	150	III	III	III	0.8616	13.6

Se halló las condiciones óptimas de operación para la torre de destilación continua, con la se obtiene el mayor grado de etanol en el destilado.

Asimismo, cabe señalar que para los experimentos #5, #6, #7 y #8, el destilado solo fue suficiente para realizar medidas por duplicado.

Condiciones de operación optimizadas y parámetros de operación determinadas.

Tabla N° 6.2
Condiciones y parámetros óptimos de operación de columna de destilación continua UOP3CC

Condiciones de operación optimizadas	
Potencia del reboiler	1.0 Kw
Relación de reflujo	6
Flujo de alimentación a la torre	50 ml/min

Parametros de operación	
Porcentaje molar de etanol en el flujo de	0.84
Temperatura del flujo de alimentación	20 °C
Volumen inicial de carga en el reboiler	5 L
Caudal de agua de enfriamiento	3500 ml/min
Numero de platos perforados	8
Tiempo de operación	1.5 horas

6.1.1 Determinación de la eficiencia global de la columna de destilación continua UP3CC

Es importante conocer la eficiencia global a la que opera la columna de platos, y la formula que se emplea con mayor frecuencia para definir una separación específica entre un numero de etapas de equilibrio calculado y las etapas reales utilizadas para la separación es la siguiente:

$$Eficiencia = \frac{N_{teoricos}}{N_{reales}} \times 100\%$$

Donde N representa el número de etapas en equilibrio de la columna.

Para el proceso llevado en las experiencias realizadas el reboiler tiene un comportamiento de ebullición parcial, ya que en este entra un líquido y sale un corriente en equilibrio de líquido y vapor. Asimismo, el producto de tope se condensa parcialmente, por lo que el condensador es parcial.

Por lo tanto el reboiler y el condensador operan cada una como etapas de la columna en las que existe contacto teórico.

$$Eficiencia = \frac{3.5}{8 + 1 + 1} \times 100\% = 35 \%$$

El valor de la eficiencia de la torre a las condiciones operadas no es muy alta, esto debido a que se parte de una concentración molar de 0.84, número muy cercano al punto azeotrópico de la mezcla etanol-agua 0.8943, valor máximo a obtenerse en una destilación fraccionada. Así como a la influencia de factores y variables de cálculo tomadas por los presentes autores, se puede revisar el cálculo de las etapas teóricas con más detalle en el anexo N° 5. (Véase en la página 155)

6.2 Destilación extractiva con agente de separación líquido:

Glicerina

Tabla N° 6.3
Resultados destilación extractiva con agente de separación líquido:
glicerina

Descripción		Unidades	Glicerina		
			1 a 1	2 a 1	3 a 1
Entrada	Porcentaje molar del líquido de alimentación	mol/mol	0.84	0.84	0.84
	Flujo de alimentación	ml/min	50	50	50
	Temperatura del líquido de alimentación	°C	21	20.5	21.4
	Flujo del solvente	ml/min	50	100	150
	Temperatura del solvente	°C	64.2	66.5	65.8
	Volumen inicial en el reboiler	L	5	5	5
	Porcentaje molar inicial en el reboiler	mol/mol	0.84	0.84	0.84
	Caudal del agua de enfriamiento	ml/min	3500	3500	3500
	Potencia del calentador del reboiler	KW	1.0	1.0	1.0
	Relacion de reflujo	-	6	6	6
Salida	Temperatura plato 1	°C	84.2	87.3	89.6
	Temperatura plato 2	°C	84.8	88.5	91.9
	Temperatura plato 3	°C	84.8	88.6	92.1
	Temperatura plato 4	°C	84.9	88.6	92.1
	Temperatura plato 5	°C	82.6	85.2	87.5
	Temperatura plato 6	°C	82.7	85.3	87.6
	Temperatura plato 7	°C	82.7	85.3	87.7
	Temperatura plato 8	°C	82.7	85.4	87.7
	Temperatura del líquido en el reboiler	°C	87.6	93.6	98.6
	Temperatura del vapor que sale de la columna por encima de la primera bandeja	°C	78.3	78.3	78.3
	Temperatura del agua de refrigeración que entra al condensador	°C	22.9	22.5	23.2
	Temperatura del agua de refrigeración que sale al condensador	°C	36.5	34	33.5
	Temperatura del condensado como reflujo / producto tope	°C	24.5	24.6	23.9
	Temperatura del líquido de alimentación ingresante a la columna antes del intercambiador	°C	21	20.5	21.4
	Temperatura del líquido de alimentación ingresante a la columna luego del intercambiador	°C	55.6	54.5	56
	Tasa de evaporización	l/hr	8	9	7.5
	Porcentaje molar del líquido de producto de tope	mol/mol	0.8452	0.8452	0.8457
	Flujo del producto de tope	l/min	0.009223	0.008162	0.00689
Temperatura del líquido de producto de tope	°C	24.2	24.4	23.5	
Porcentaje molar del líquido de producto de fondo	mol/mol	0.4451	0.3123	0.2445	
Flujo del producto de fondo	l/min	0.0907	0.1427	0.1955	
Temperatura del líquido de producto de fondo	°C	70.44	82.88	90.82	

Observaciones:

-Se logra alcanzar el etanol anhidro (mayor a 98,9 mol/mol) en los tres niveles propuestos para la glicerina.

-Obtención de mayor volumen de destilado para flujos menores de agente de separación.

6.3 Destilación extractiva con agente de separación sólido: Cloruro de Calcio

Debido a que el cloruro de calcio es una sal en estado sólido, se diluye dicho electrolito en etanol de 96° en una proporción de 1:9. (Punto de saturación de la sal en esta solución).

Tabla N° 6.4
Resultados destilación extractiva con agente de separación solido: cloruro de calcio

Descripción		Unidades	Cloruro de calcio		
			1 a 1	2 a 1	3 a 1
Entrada	Porcentaje molar del liquido de alimentación	mol/mol	0.84	0.84	0.84
	Flujo de alimentación	ml/min	50	50	50
	Temperatura del liquido de alimentación	°C	20.5	19.8	21.1
	Flujo del solvente	ml/min	50	100	150
	Temperatura del solvente	°C	63.8	63.9	66.1
	Volumen inicial en el reboiler	L	5	5	5
	Porcentaje molar inicial en el reboiler	mol/mol	0.84	0.84	0.84
	Caudal del agua de enfriamiento	ml/min	3500	3500	3500
	Potencia del calentador del reboiler	KW	1.0	1.0	1.0
	Relacion de reflujo	-	6	6	6
Salida	Temperatura plato 1	°C	78.3	78.4	78.4
	Temperatura plato 2	°C	78.6	78.8	78.9
	Temperatura plato 3	°C	78.6	78.8	78.9
	Temperatura plato 4	°C	78.6	78.8	78.9
	Temperatura plato 5	°C	78.2	78.3	78.4
	Temperatura plato 6	°C	78.4	78.5	78.6
	Temperatura plato 7	°C	78.4	78.5	78.6
	Temperatura plato 8	°C	78.4	78.5	78.6
	Temperatura del liquido en el reboiler	°C	78.6	78.7	78.8
	Temperatura del vapor que sale de la columna por encima de la primera bandeja	°C	78.2	78.2	78.3
	Temperatura del agua de refrigeracion que entra al condensador	°C	21.9	22.4	22.6
	Temperatura del agua de refrigeracion que sale al condensador	°C	35.5	34.2	34.6
	Temperatura del condensado como reflujo / producto tope	°C	23.5	24	24.2
	Temperatura del liquido de alimentación ingresante a la columna antes del intercambiador	°C	20.5	19.8	21.1
	Temperatura del liquido de alimentación ingresante a la columna luego del intercambiador	°C	53.4	52.9	54
	Tasa de evaporización	l/hr	9	8	8
	Porcentaje molar del liquido de producto de tope	mol/mol	0.9443	0.9739	0.9846
	Flujo del producto de tope	l/min	0.0175	0.017214	0.01667
	Temperatura del liquido de produto de tope	°C	23.1	23.2	23.4
	Porcentaje molar del liquido de producto de fondo	mol/mol	0.8426	0.8815	0.9023
Flujo del producto de fondo	l/min	0.0848	0.136274	0.185	
Temperatura del liquido de produto de fondo	°C	65.08	70.1	72.5	

Observaciones

-No se logra alcanzar el etanol anhidro (mayor a 98,9 mol/mol) en ninguno de los tres niveles propuestos para el cloruro de calcio.

6.4 Destilación extractiva con agente de separación sólido en líquido a 0,1 g/ml

Siguiendo el mismo principio para el agente sólido, el cloruro de calcio en etanol en relación 1:9 se mezcla con la glicerina en nueva proporción de 5%/5%/90%, para trabajar en una relación de 0,1 g de agente sólido por ml de agente líquido.

Tabla N° 6.5
Resultados destilación extractiva con agente de separación sólido en líquido a 0.1 g/ml: cloruro de calcio en glicerina

	Descripción	Unidades	Cloruro de calcio / Glicerina		
			1 a 1	2 a 1	3 a 1
Entrada	Porcentaje molar del líquido de alimentación	mol/mol	0.84	0.84	0.84
	Flujo de alimentación	ml/min	50	50	50
	Temperatura del líquido de alimentación	°C	20.5	20.6	20.1
	Flujo del solvente	ml/min	50	100	150
	Temperatura del solvente	°C	66.5	65.1	64.5
	Volumen inicial en el reboiler	L	5	5	5
	Porcentaje molar inicial en el reboiler	mol/mol	0.84	0.84	0.84
	Caudal del agua de enfriamiento	ml/min	3500	3500	3500
	Potencia del calentador del reboiler	KW	1.0	1.0	1.0
	Relacion de reflujo	-	6	6	6
Salida	Temperatura plato 1	°C	85.9	89.1	91.0
	Temperatura plato 2	°C	86.4	90.4	93.3
	Temperatura plato 3	°C	86.5	90.5	93.5
	Temperatura plato 4	°C	86.6	90.6	93.6
	Temperatura plato 5	°C	82.7	85.4	87.5
	Temperatura plato 6	°C	83.0	85.6	87.8
	Temperatura plato 7	°C	83.0	85.7	87.8
	Temperatura plato 8	°C	83.0	85.7	87.8
	Temperatura del líquido en el reboiler	°C	87.9	92.8	96.1
	Temperatura del vapor que sale de la columna por encima de la primera bandeja	°C	78.3	78.3	78.3
	Temperatura del agua de refrigeración que entra al condensador	°C	23.1	23	22.5
	Temperatura del agua de refrigeración que sale al condensador	°C	37.5	37	36.5
	Temperatura del condensado como reflujo / producto tope	°C	24.1	24.5	23.9
	Temperatura del líquido de alimentación ingresante a la columna antes del intercambiador	°C	20.5	20.6	20.1
	Temperatura del líquido de alimentación ingresante a la columna luego del intercambiador	°C	55.5	55	52.9
	Tasa de evaporización	l/hr	8	8	9
	Porcentaje molar del líquido de producto de tope	mol/mol	0.9848	0.983	0.984
	Flujo del producto de tope	l/min	0.01635	0.01406	0.01154
	Temperatura del líquido de producto de tope	°C	24.2	24.6	24.6
	Porcentaje molar del líquido de producto de fondo	mol/mol	0.4081	0.3171	0.2733
Flujo del producto de fondo	l/min	0.0842	0.1375	0.1913	
Temperatura del líquido de producto de fondo	°C	76.348	85.75	91.02	

Observaciones

-Se logra alcanzar el etanol anhidro (mayor a 98,9 mol/mol) en los tres niveles propuestos para la mezcla de cloruro de calcio con glicerina.

-Obtención de mayor volumen de destilado para flujos mayores de agente de separación.

Resumen

Tabla N° 6.6
Resumen de resultados de destilación extractiva con diferentes agentes de separación

Vector de Salida	Agente liquido			Agente solido			Agente solido en liquido 0,1 g/ml		
	Glicerina			Cloruro de calcio			Cloruro de calcio / Glicerina		
	1 a 1	2 a 1	3 a 1	1 a 1	2 a 1	3 a 1	1 a 1	2 a 1	3 a 1
Porcentaje molar del liquido de producto de tope (mol/mol)	0.9899	0.9952	0.9967	0.9443	0.9739	0.9846	0.9848	0.9933	0.9954
Flujo del producto de tope (l/min)	0.0092	0.0082	0.0069	0.0175	0.0172	0.0167	0.0164	0.0141	0.0115

Observaciones:

-Se obtiene mayor pureza en el destilado y con mayor volumen con la mezcla del cloruro de calcio en la glicerina.

-Resultados negativos en la deshidratación del etanol con el cloruro de calcio, esto debido a posibles obstrucciones físicas en el sistema de destilación durante las operaciones.

-Se puede concluir como agente de separación más adecuado el agente de separación sólido en líquido a 0.1 g/ ml, específicamente en la relación 3:1.

6.5 Análisis estadístico de resultados

El análisis de los datos obtenidos se realizó con el software Minitab y es dividido en dos etapas de la investigación: la primera es la optimización de la columna de destilación continua, donde se buscó el punto de operación más favorable para el grado de deshidratación de etanol; y, finalmente, en el efecto de las variables independientes expuestas en la tesis frente a nuestro vector de respuesta: la concentración del etanol en el producto de tope.

6.5.1. Análisis estadístico de la Optimización de la torre de destilación continúa

La data resultante de las corridas experimentales es ingresada al software para la generación de las variables y gráficas de análisis, considerando las 27 combinaciones posibles de las variables a optimizar.

En la siguiente matriz se exponen las variables, donde: X1 es potencia del reboiler, RR la relación de reflujo de la columna, X3 el flujo de alimentación

a la torre, Y la concentración de etanol en el destilado y REND el flujo obtenido de destilado.

Tabla N° 6.7
Matriz de variables y niveles de destilación continúa en columna UOP3CC con variable dependiente concentración del destilado

→	C1-T POT	C2-T RR	C3-T FALIM	C4 X1	C5 X2	C6 X3	C7 Y	C8 REND
1	I	I	I	0.5	2	50	0.8392	316.005
2	I	I	II	0.5	2	100	0.8391	284.182
3	I	I	III	0.5	2	150	0.8390	252.327
4	I	II	I	0.5	4	50	0.8615	252.000
5	I	II	II	0.5	4	100	0.8610	216.000
6	I	II	III	0.5	4	150	0.8608	148.507
7	I	III	I	0.5	6	50	0.8624	131.820
8	I	III	II	0.5	6	100	0.8617	121.499
9	I	III	III	0.5	6	150	0.8615	105.206
10	II	I	I	1.0	2	50	0.8576	435.000
11	II	I	II	1.0	2	100	0.8589	360.000
12	II	I	III	1.0	2	150	0.8590	585.000
13	II	II	I	1.0	4	50	0.8611	388.724
14	II	II	II	1.0	4	100	0.8611	385.199
15	II	II	III	1.0	4	150	0.8609	351.398
16	II	III	I	1.0	6	50	0.8625	283.956
17	II	III	II	1.0	6	100	0.8620	262.225
18	II	III	III	1.0	6	150	0.8616	259.117
19	III	I	I	1.5	2	50	0.8539	750.000
20	III	I	II	1.5	2	100	0.8582	974.063
21	III	I	III	1.5	2	150	0.8586	981.278
22	III	II	I	1.5	4	50	0.8597	593.843
23	III	II	II	1.5	4	100	0.8609	462.000
24	III	II	III	1.5	4	150	0.8608	405.000
25	III	III	I	1.5	6	50	0.8617	421.782
26	III	III	II	1.5	6	100	0.8619	408.585
27	III	III	III	1.5	6	150	0.8616	409.269

De la tabla ANOVA generada (Véase la tabla N° 6.7), podemos observar que la única variable que tiene una influencia significativa sobre la concentración de etanol en el destilado es la relación de reflujo.

$$p_{X2} \leq 0,05 \text{ (Influencia significativa sobre vector de respuesta)}$$

Tabla N° 6.8
Análisis de varianza de destilación continua en columna UOP3CC con
variable dependiente concentración del destilado

Analysis of Variance					
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	9	0.000085	0.000009	28.58	0.000
X1	1	0.000001	0.000001	1.84	0.193
X2	1	0.000009	0.000009	26.26	0.000
X3	1	0.000001	0.000001	2.45	0.136
X1*X1	1	0.000001	0.000001	2.01	0.175
X2*X2	1	0.000004	0.000004	12.58	0.002
X3*X3	1	0.000001	0.000001	2.18	0.158
X1*X2	1	0.000003	0.000003	9.77	0.006
X1*X3	1	0.000005	0.000005	13.95	0.002
X2*X3	1	0.000005	0.000005	14.92	0.001
Error	17	0.000006	0.000000		
Total	26	0.000091			

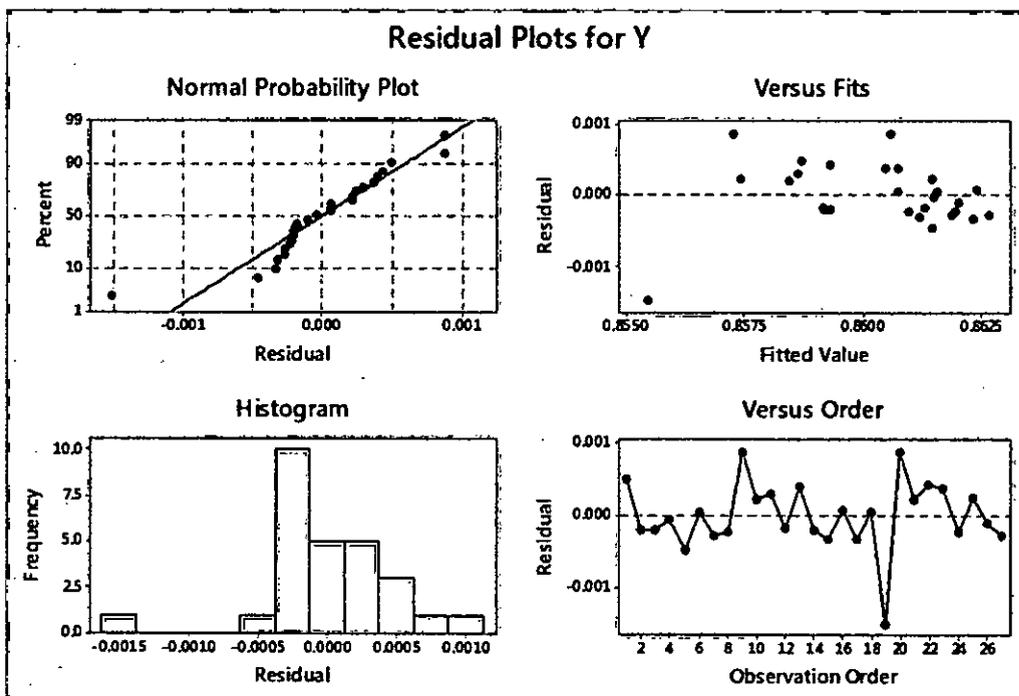
De igual manera sus interacciones con las demás variables.

$$p_{X1-X2} \leq 0,05 \text{ (Influencia significativa sobre vector de respuesta)}$$

$$p_{X2-X3} \leq 0,05 \text{ (Influencia significativa sobre vector de respuesta)}$$

Asimismo, en las gráficas correlacionales estadísticas, la data se comporta de manera normal, sin observación de anomalías en ninguno de sus análisis.

Gráfico N° 6.1
Análisis residual de destilación continua en columna UOP3CC con
variable dependiente concentración del destilado



De la ecuación del modelo experimentado como variable dependiente la
concentración de etanol en el destilado. ($r^2 = 0.9380$)

Tabla N° 6.9
Ecuación de modelo de destilación continúa en columna UOP3CC con
variable dependiente concentración de destilado

Model Summary					
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)		
0.0005752	93.80%	90.52%	78.86%		
Coefficients					
Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	0.85408	0.00184	463.55	0.000	
X1	-0.00287	0.00212	-1.36	0.193	61.00
X2	0.002713	0.000529	5.12	0.000	61.00
X3	0.000033	0.000021	1.56	0.136	61.00
X1*X1	-0.001330	0.000939	-1.42	0.175	49.00
X2*X2	-0.000208	0.000059	-3.55	0.002	49.00
X3*X3	-0.000000	0.000000	-1.48	0.158	49.00
X1*X2	0.000519	0.000166	3.13	0.006	13.00
X1*X3	0.000025	0.000007	3.73	0.002	13.00
X2*X3	-0.000006	0.000002	-3.86	0.001	13.00
Regression Equation					
$Y = 0.85408 - 0.00287 X1 + 0.002713 X2 + 0.000033 X3 - 0.001330 X1*X1 - 0.000208 X2*X2 - 0.000000 X3*X3 + 0.000519 X1*X2 + 0.000025 X1*X3 - 0.000006 X2*X3$					

Se procedió a la optimización de las variables expuestas para el mayor valor en el vector de respuesta.

Tabla N° 6.10
Optimización de variable dependiente concentración del destilado de
modelo de destilación continua en columna UOP3CC

Parameters						
Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
Y	Maximum	0.853942	0.862458		1	1
Solution						
Solution	X1	X2	X3	Y	Composite	
1	0.560606	6	50	0.862654	1	
Multiple Response Prediction						
Variable	Setting					
X1	0.560606					
X2	6					
X3	50					
Response	Fit	SE Fit	95% CI		95% PI	
Y	0.862654	0.000382	(0.861847, 0.863461)		(0.861197, 0.864111)	

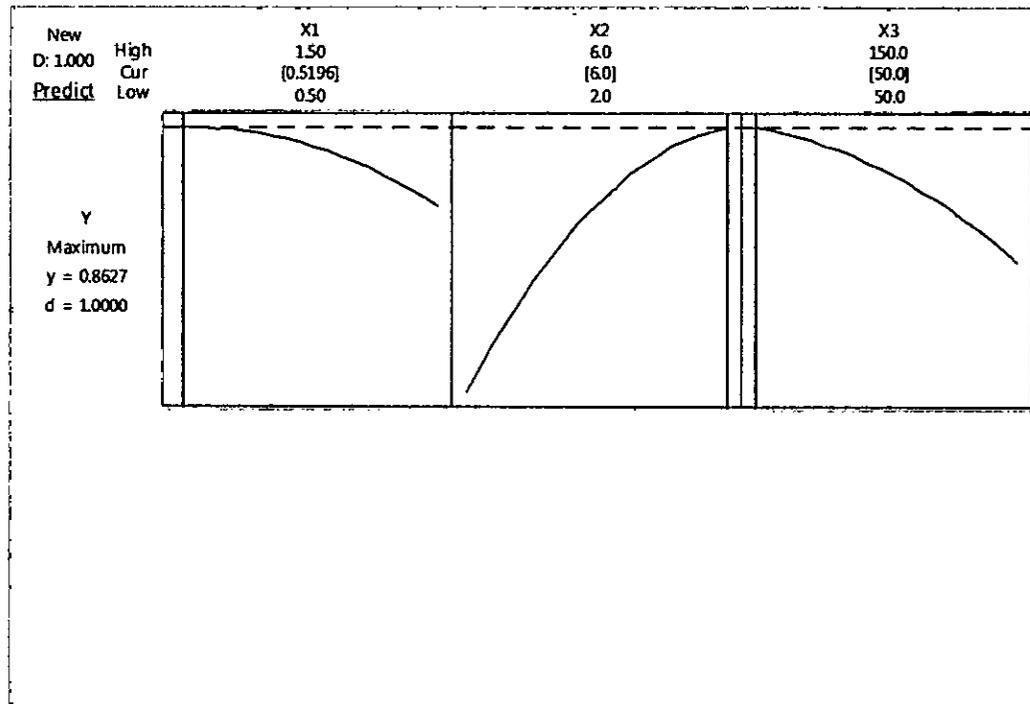
De las iteraciones correspondientes, el punto donde la concentración de etanol en el destilado es máximo es con los siguientes niveles de las variables en análisis:

-X1: Potencia del reboiler, 0,5196 KW

-X2: Relación de reflujo, 6

-X3: Flujo de alimentación a la torre, 50 ml

Gráfico N° 6.2
Optimización de variable dependiente concentración del destilado de
modelo de destilación continua en columna UOP3CC



Se puede observar que para las variables X2 y X3 el mayor valor de respuesta se da para el máximo y mínimo nivel respectivamente. Sin embargo, para la potencia del reboiler (X1) el punto máximo estadísticamente es en un valor no experimentado. Por lo tanto, se evalúa una segunda variable de respuesta para definir el valor de este último: rendimiento en volumen alcanzado en el destilado, considerando que se requiere una muestra de 250 ml por corrida para su medición.

De similar forma, se realiza la optimización del rendimiento en volumen de la torre destilación como variable de respuesta.

Tabla N° 6.11
Análisis de varianza de destilación continúa en columna UOP3CC con variable dependiente rendimiento volumétrico de destilado

Analysis of Variance					
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	9	1186929	131881	16.94	0.000
X1	1	10367	10367	1.33	0.265
X2	1	4482	4482	0.58	0.458
X3	1	8	8	0.00	0.975
X1*X1	1	6939	6939	0.89	0.358
X2*X2	1	16223	16223	2.08	0.167
X3*X3	1	279	279	0.04	0.852
X1*X2	1	78686	78686	10.10	0.005
X1*X3	1	4170	4170	0.54	0.474
X2*X3	1	12133	12133	1.56	0.229
Error	17	132380	7787		
Total	26	1319309			

De la tabla ANOVA (Véase la tabla N° 6.11) se puede observar que la variable más significativa que influye directamente en la cantidad de volumen obtenido de destilado es la potencia del reboiler, seguido en menor grado de la relación de reflujo. Caso contrario, con el flujo de alimentación a la columna (X3), la cual nos indica que no tiene significancia frente al vector de respuesta.

Al igual que para la concentración de etanol en el destilado, el comportamiento de la data resultante para el rendimiento volumétrico de la destilación su comportamiento es lineal para el residual y su distribución y frecuencia son de acuerdo a lo esperado.

Gráfico N° 6.3
Análisis residual de destilación continúa en columna UOP3CC con
variable dependiente rendimiento volumétrico de destilado

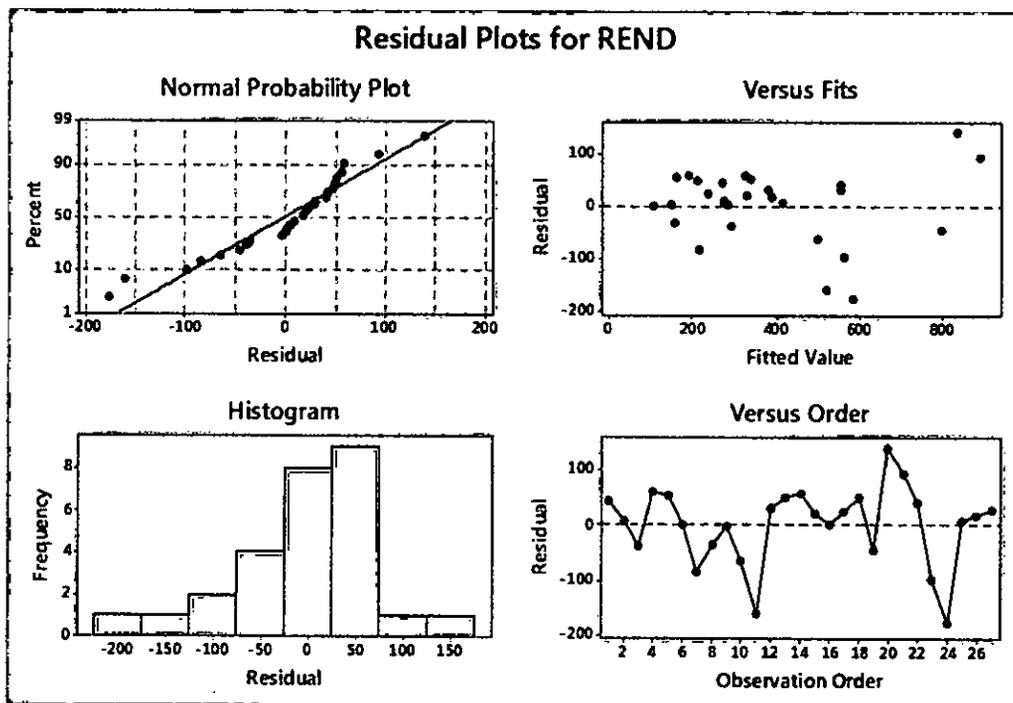


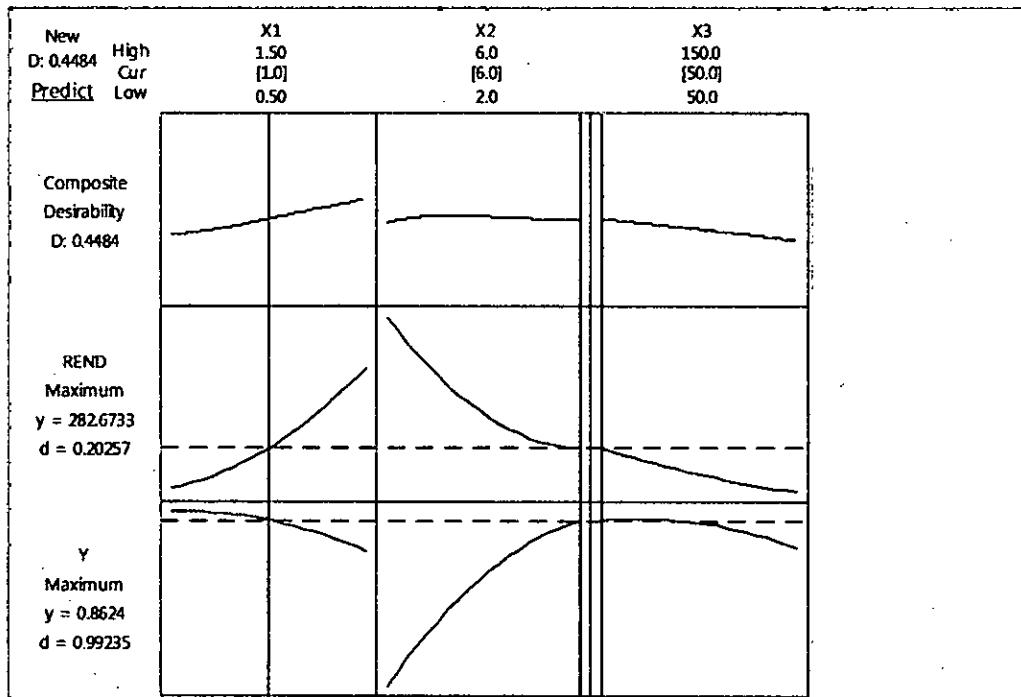
Tabla N° 6.12
Ecuación de modelo de destilación continua en columna UOP3CC con
variable dependiente rendimiento volumétrico de destilado

Model Summary					
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)		
88.2443	89.97%	84.65%	75.36%		
Coefficients					
Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	216	283	0.76	0.455	
X1	375	325	1.15	0.265	61.00
X2	-61.6	81.2	-0.76	0.458	61.00
X3	-0.10	3.25	-0.03	0.975	61.00
X1*X1	136	144	0.94	0.358	49.00
X2*X2	13.00	9.01	1.44	0.167	49.00
X3*X3	0.0027	0.0144	0.19	0.852	49.00
X1*X2	-81.0	25.5	-3.18	0.005	13.00
X1*X3	0.75	1.02	0.73	0.474	13.00
X2*X3	-0.318	0.255	-1.25	0.229	13.00
Regression Equation					
$REND = 216 + 375 X1 - 61.6 X2 - 0.10 X3 + 136 X1*X1 + 13.00 X2*X2 + 0.0027 X3*X3 - 81.0 X1*X2 + 0.75 X1*X3 - 0.318 X2*X3$					

Se calculó el modelo de la ecuación, para pasar a la optimización del rendimiento ($r^2 = 0.8997$), observando a detalle el efecto de la potencia del reboiler, variable que falta definir su valor para el máximo de concentración de etanol en el destilado, pero que su rendimiento volumétrico pueda superar los 250 ml.(+20%)

Por lo que se realiza la optimización de estas dos variables dependientes con los parámetros deseados.

Gráfico N° 6.4
Optimización de destilación continua en columna UOP3CC con variable dependiente concentración de destilado y rendimiento volumétrico de destilado



Se encontró el punto donde las variables dependientes cumplen con lo solicitado para optimizar la columna de destilación continua. (Máxima concentración de etanol en el destilado y volumen de destilado mayor a 250ml.)

-X1: Potencia del reboiler, 1.0 KW

-X2: Relación de reflujo, 6

-X3: Flujo de alimentación a la torre, 50 ml

Finalmente, podemos afirmar que lo experimentado es correcto y que las variables en análisis se definen tal cual para los objetivos de la experimentación, por lo que la columna de destilación se encuentra optimizada.

Tabla N° 6.13
Análisis de comparativo de método experimental y estadística

Condición	Unidades	Experimental	Estadística
Potencia del reboiler	KW	1.0	1.0
Relación de reflujo	-	6.0	6.0
Flujo de alimentación a la columna	MI	50	50

6.5.2. Análisis estadístico de la destilación extractiva con diferentes agentes de separación para la deshidratación de etanol

La experimentación es analizada estadísticamente para evaluar el efecto de los diferentes agentes de separación y en sus distintas relaciones frente al flujo de alimentación en la deshidratación de etanol. El experimento se llevó a cabo con glicerina, cloruro de calcio y la mezcla de ambos a 0,1 g/ml.

Para fines de simplificar el manejo de datos, se utilizan las siguientes nomenclaturas para nuestras variables:

-a: Glicerina

-b: Cloruro de calcio

-c: Cloruro de calcio en Glicerina a 0.1 g/ml.

-R1: Relación Solvente/Alimentación 1/1

-R2: Relación Solvente/Alimentación 2/1

-R3: Relación Solvente/Alimentación 3/1

Tabla N° 6.14
Modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado

Solv	R1	R2	R3	SOLVENTE	RAZON	CONC
a	0.9899	0.9952	0.9967	a	R1	0.9899
b	0.9443	0.9739	0.9846	b	R1	0.9443
c	0.9848	0.9933	0.9954	c	R1	0.9848
				a	R2	0.9952
				b	R2	0.9739
				c	R2	0.9933
				a	R3	0.9967
				b	R3	0.9846
				c	R3	0.9954

De la tabla ANOVA (Véase la tabla N° 6.14) podemos observar que el efecto del solvente sobre la concentración de etanol es significativo, caso contrario de la relación solvente/alimentación, la cual su influencia sobre el vector respuesta no es tan considerable.

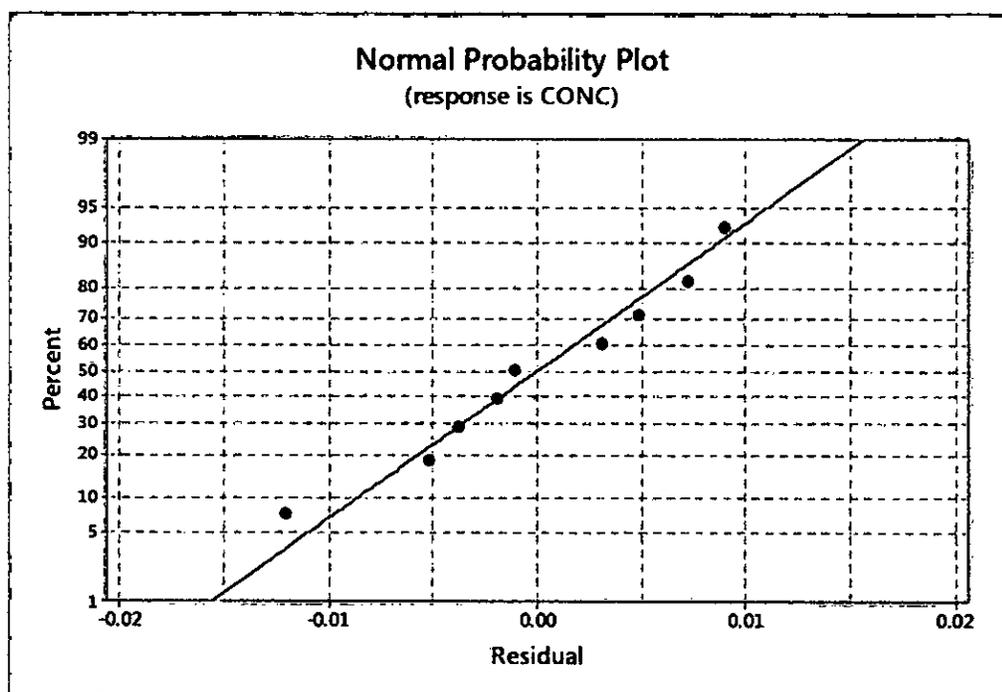
$$p_{\text{SOLVENTE}} \leq 0,05 \text{ (Influencia significativa sobre vector de respuesta)}$$

Tabla N° 6.15
 Análisis de varianza de modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado

Analysis of Variance					
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
SOLVENTE	2	0.001256	0.000628	7.02	0.049
RAZON	2	0.000602	0.000301	3.36	0.139
Error	4	0.000358	0.000090		
Total	8	0.002217			

Asimismo, podemos observar un comportamiento lineal para el residual.

Gráfico N° 6.5
 Análisis residual de modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado



La ecuación del modelo experimental presenta una correlación aceptable.

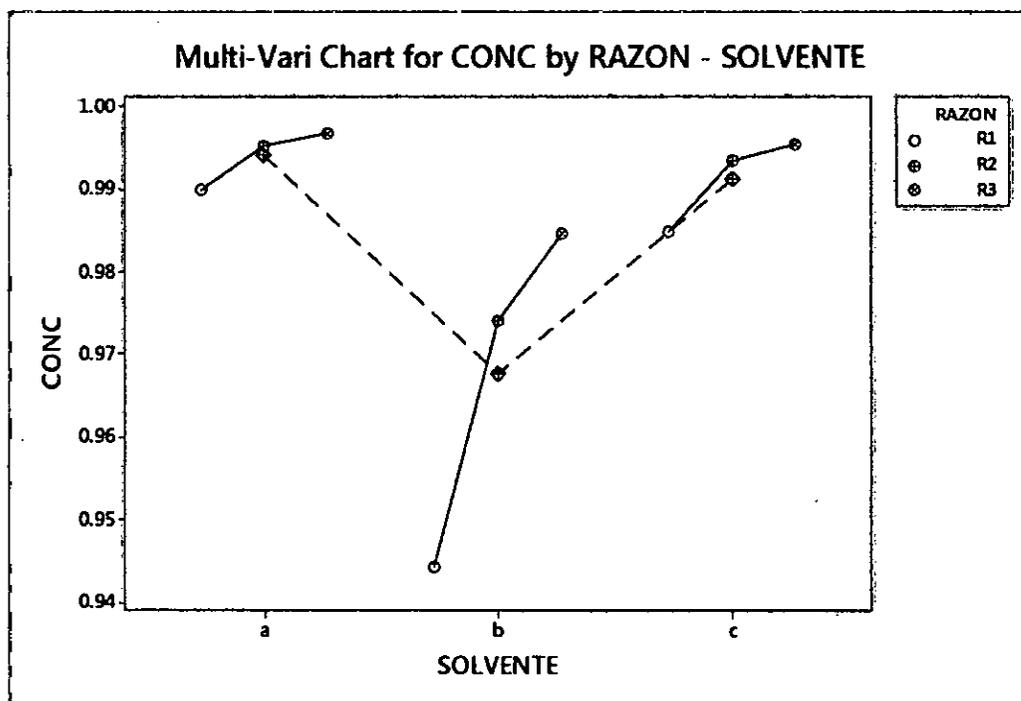
$(r^2 = 0.8384)$

Tabla N° 6.16
Ecuación de modelo de evaluación de efectos combinados de variables independientes frente a la concentración en el destilado

Model Summary						
	S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)		
	0.0094629	83.84%	67.68%	18.19%		
Coefficients						
Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF	
Constant	0.98423	0.00315	312.03	0.000		
SOLVENTE						
a	0.00970	0.00446	2.17	0.095	1.33	
b	-0.01663	0.00446	-3.73	0.020	1.33	
RAZON						
R1	-0.01123	0.00446	-2.52	0.065	1.33	
R2	0.00323	0.00446	0.72	0.509	1.33	
Regression Equation						
$\text{CONC} = 0.98423 + 0.00970 \text{ SOLVENTE}_a - 0.01663 \text{ SOLVENTE}_b + 0.00693 \text{ SOLVENTE}_c - 0.01123 \text{ RAZON}_R1 + 0.00323 \text{ RAZON}_R2 + 0.00800 \text{ RAZON}_R3$						

Se evalúa el efecto de las diferentes agentes de separación y en sus distintas relaciones frente al flujo de alimentación en la deshidratación de etanol.

Gráfico N° 6.6
Efectos combinados de variables independientes frente a la
concentración en el destilado



Las mayores concentraciones se obtienen con la glicerina (0.9967) y el efecto combinado de glicerina con el cloruro de calcio a 0,1 g/ml (0.9954); sin embargo, podemos apreciar una diferencia muy mínima, por lo que se considera un segundo criterio para la elección del agente de separación más conveniente: rendimiento volumétrico obtenido en el destilado.

El objetivo de las experimentaciones es determinar el agente de separación y la relación de este frente al flujo de alimentación, el cual logre la mayor concentración de etanol en el destilado, y ser considerado etanol anhidro de alta pureza, por lo que el rendimiento pasa a ser un factor importante,

pero no determinante para la elección del agente, no por lo menos en esta investigación. Sin embargo, ante el escenario presentado, al tener dos resultados tan similares, haremos uso del rendimiento volumétrico obtenido en el destilado para la elección del mejor agente.

Tabla N° 6.17
Análisis comparativo de agentes de separación para la deshidratación de etanol

	Agente liquido	Agente solido en liquido 0,1 g/ml
Concentración en el destilado	0.9967	0.9954
Rendimiento volumétrico del destilado(l/min)	0.00689	0.01154

Se observa una mayor concentración de etanol con la glicerina (0.1 % mayor); sin embargo, un menor rendimiento para el agente solido en líquido a 0.1 g/ml (-40 % más). Al ser casi despreciable la diferencia positiva del agente líquido frente al agente de efecto combinado, y este último dar un mayor volumen de destilado, se elige como el agente de separación más conveniente para el proceso el efecto combinado del cloruro de calcio en la glicerina a 0.1 g/ml.

VII. DISCUSION DE RESULTADOS

7.1. Contrastación de hipótesis con los resultados

De lo aquí desarrollado a lo largo de la presente investigación y con la información obtenida en los capítulos anteriores y experimentaciones, podemos demostrar las hipótesis planteadas como respuesta tentativa a esta investigación.

Contrastación de la hipótesis general

“La destilación extractiva del alcohol con agente de separación líquido, sólido o la mezcla de ambos a 0.1 g/mL, nos permite obtener un mayor grado de deshidratación de etanol.”

De las experimentaciones realizadas podemos observar que la presencia del agente de separación tanto líquido, sólido o la mezcla de ambos a 0.1 g/ml y en cualquiera de sus relaciones frente al flujo de alimentación nos permite obtener un mayor grado de deshidratación en el destilado ($>0,943$ mol/mol) en comparación a la destilación fraccionada solo con etanol y agua (0,8625 mol/mol).

Con todos los tipos de agentes y en cualquiera de sus relaciones planteadas, la concentración de etanol en el destilado fue mucho mayor que en la destilación en ausencia de ellos, bajo las mismas características y condiciones de operación.

Contrastación de hipótesis específicas

- Los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva son el glicerol, el cloruro de calcio y la combinación de ambos a 0.1 g/mL.

Efectivamente, los agentes de separación elegidos dieron resultados positivos frente al grado de deshidratación de etanol. Obteniéndose valores de etanol anhidro para el glicerol y la combinación del cloruro de calcio en glicerol a 0.1 g/ml. Si bien para el cloruro de calcio no se pudo llegar a la concentración deseada (etanol anhidro), se observa su efectividad para el rompimiento del azeótropo etanol-agua, inclusive hasta valores muy cercanos al grado anhidro. (0,9443 / 0,9739 / 0,9846)

- Proceso de destilación extractiva con diferentes agentes de separación optimizada.

Se lograron determinar las condiciones óptimas de operación de la torre de destilación continua, con la que se obtuvo el mayor el grado de etanol en el destilado. Asimismo, se definieron los parámetros de operación, soportador por los antecedentes bibliográficos y experimentaciones en el laboratorio.

Tabla N° 7.1
Condiciones y parámetros óptimos de operación de columna de destilación continua UOP3CC

Condiciones de operación optimizadas	
Potencia del reboiler	1.0 Kw
Relación de reflujo	6
Flujo de alimentación a la torre	50 ml/min
Porcentaje molar de etanol en el flujo de	0.84
Temperatura del flujo de alimentación	20 °C
Volumen inicial de carga en el reboiler	5 L
Caudal de agua de enfriamiento	3500 ml/min
Numero de platos perforados	8
Tiempo de operación	1.5 horas

Estas condiciones y parámetros de operación optimizados son el punto de partida para contrastar y evaluar el efecto de la presencia del agente de separación en la torre como destilación extractiva.

Se halló las condiciones óptimas de operación para la torre de destilación continua, con la se obtiene el mayor grado de etanol en el destilado.

- Diferentes clases y cantidades de agente de separación en la destilación extractiva tendrán distintos efectos sobre el grado de deshidratación de etanol.

Sobre este último punto, podemos afirmar que la presencia del agente de separación en la destilación continua influye directamente sobre la concentración del destilado. Sin embargo, solo para la glicerina y el efecto combinado de este último con el cloruro de calcio, nos permitieron obtener etanol anhidro.

Asimismo, mayores cantidades de agente de separación alimentadas a la torre nos dio como resultados mayores concentraciones de etanol en el producto de tope. Por ello, cada tipo de agente de separación y en cantidades diferentes mostraron distintas concentraciones de etanol en el destilado, lo que evidencia claramente sus efectos en el vector de salida de las presentes experimentaciones.

7.2. Contratación de resultados con otros estudios similares

La tabla, presentada a continuación, muestra las características y las condiciones de operación de la columna de destilación extractiva con solventes líquidos de estudios realizados por autores en trabajos predecesores:

Tabla N° 7.2
Comparación de las condiciones de operación y resultados de la columna de destilación extractiva con agente de separación líquido

Autor	Agente de separación	Flujo del agente de separación (ml/min)	Tipo de tecnología	Número de etapas	Presión de operación (atm)	Potencia del reboller (Kw)	Relación de reflujo	Modo de operación	Etanol alimentado (% molar)	Flujo de ingreso a la torre (ml/min)	Destilado (% molar)	Flujo de destilado (ml/min)
Punchin & Ruiz (2017)	Glicerina	150	Platos perforados	10	1.0	1.0	6	Continuo	0.8400	50	0.9967	0.0069
Mendoza (2014)	Glicerina	68	Anillos Raschig	-	0.7	3.0	0	Discontinuo	0.7982	-	0.9433	0.1120
Zhou & Duan (1999)	Etilenglicol	S/F: 4 a 1	Platos perforados	17	1.0	-	-	Continuo	0.6942	-	> 0.984	-

En lo realizado por Mendoza (2014) la carga energética es mayor que la utilizada en nuestros experimentos, para la obtención de un alcohol de menor concentración en el producto de tope; además, empleo una destilación batch en columna de relleno con anillos raschig. Sin embargo,

obtuvo mucho más volumen de flujo de destilado con una concentración 0,9433 % mol (Hasta 16 veces más).

En cuanto al trabajo de Zhou & Duan (1999) el agente de separación utilizado fue el etilenglicol, en una mayor relación Solvente/Alimentación (S/F) que la utilizada por nosotros (4:1 vs 3:1). Asimismo, este hace uso de más etapas en la destilación continua para llegar al etanol anhidro.

En nuestros experimentos realizados, sí se logra obtener el etanol anhidro deseado inicialmente, en comparación con los dos trabajos presentados como referencias, en la cual utilizamos una columna de platos (En contraste a la columna empacada utilizada por Mendoza) y con un relación de Solvente/Alimentación de 3 a 1. (Menor en cantidad a los realizado Zhou & Duan)

La destilación extractiva con agente de separación sólido de los experimentos realizados es presentada en el siguiente cuadro resumen, conjuntamente con sus antecedentes.

Tabla N° 7.3
Comparación de las condiciones de operación y resultados de la columna de destilación extractiva con agente de separación sólido

Autor	Agente de separación	Flujo del agente de separación (ml/min)	Tipo de tecnología	Número de etapas	Presión de operación (atm)	Potencia del reboiler (Kw)	Relación de reflujo	Modo de operación	Etanol alimentado (% molar)	Flujo de ingreso a la torre (ml/min)	Destilado (% molar)	Flujo de destilado (ml/min)
Punchin & Ruiz (2017)	Cloruro de calcio	150	Platos perforados	10	1.0	1.0	6	Continuo	0.8400	50	0.9846	0.0167
Comejo (2011)	Cloruro de calcio	S/F: 0.07 a 1	Laboratorio	6	1.0	-	-	Discontinuo	0.0417	-	0.9798	-
López & Lozada (2005)	Cloruro de calcio	60	Platos perforados	8	0.8	7.5	3.24	Continuo	0.5700	168	0.9820	163.5

El grado de deshidratación obtenido en el destilado a la condiciones presentadas fue de 0,9846 % molar, mientras que Cornejo (2011) haciendo uso de un equipo de laboratorio (un solo matraz hace la función de una etapa hasta 6 veces para llegar a la máxima concentración de etanol en el tope) en una destilación discontinua y partiendo de una menor concentración de etanol en la alimentación, logra obtener etanol de alta concentración pero no anhidro, utilizando cloruro de calcio disuelto en un 15 % de la mezcla a separar. (S/F: 0.07 a 1)

Asimismo, las condiciones utilizadas por López & Lozada (2005) son las que más se asemejan al escenario nuestro, con menor uso de agente de separación y etapas de destilación, pero con mayor consumo energético, adicionalmente la relación de reflujo que este utiliza es 50 % menor a la nuestra, por lo que se observa un mayor flujo de destilado; sin embargo, ni en este ni en nuestro trabajo se logra obtener el etanol anhidro con el cloruro de calcio como agente de separación.

A pesar de que ningún autor, incluyéndonos, logra obtener el etanol de concentración anhidra, se observa que el cloruro de calcio es una buena opción para romper el azeótropo etanol-agua. (89,4 % molar)

Finalmente, en el cuadro se presentan las experimentaciones realizadas en comparación con otros autores para la destilación extractiva con agente de separación sólido en líquido.

Tabla N° 7.4
Comparación de las condiciones de operación y resultados de la columna de destilación extractiva con agente de separación de efecto combinado

Autor	Agente de separación	Flujo del agente de separación (ml/min)	Tipo de tecnología	Número de etapas	Presión de operación (atm)	Potencia del reboiler (Kw)	Relación de reflujo	Modo de operación	Etanol alimentado (% molar)	Flujo de ingreso a la torre (ml/min)	Destilado (% molar)	Flujo de destilado (ml/min)
Punchin & Ruiz (2017)	Cloruro de calcio / Glicerina	150	Platos perforados	10	1.0	1.0	6	Continuo	0.8400	50	0.9954	0.0115
Zhou & Duan (1999)	Cloruro de calcio / Etilenglicol	S/F: 1 a 1	Platos perforados	17	1.0	-	-	Continuo	0.6942	-	> 0.984	-
Vásquez et al. (2007)	Cloruro de calcio / Polialcohol PAW	S/F: 1 a 1	Laboratorio	1	0.9	-	1	Discontinuo	0.5000	-	> 0.989	-

Para una columna de platos, como la utilizada por Zhou & Duan (1999) en una destilación continua, con un mayor número de etapas, fue posible la obtención de etanol de grado anhidro, al igual que lo obtenido en este trabajo en las experimentaciones realizadas, pero con una menor relación de Solvente/Alimentación S/F (1:1 vs 3:1), además de combinar las propiedades del cloruro de calcio en etilenglicol.

Asimismo, Vásquez et al. (2007) realizó la destilación extractiva combinada en un equipo de laboratorio destilador OTHMER modificado y utilizando como agente de separación líquido el Polialcohol PAW para disolver el cloruro de calcio, en contraste con la glicerina usada en este trabajo, llegando a romper el azeótropo y logrando obtener etanol de concentración mayor a 0,989 (etanol anhidro). El grado de deshidratación obtenida por nosotros fue más alta, con un valor de 0,9954 mol/mol; sin embargo, las condiciones fueron distintas, ya que la relación de S/F fue de 3 a 1 y la relación de reflujo de 6.

VIII. CONCLUSIONES

- Se han establecido los agente de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva:

Agente de separación líquido: Glicerina

Agente de separación solido: Cloruro de calcio dihidratado

Agente de separación solido en líquido: Cloruro de calcio dihidratado en Glicerina a 0,1 g/ml.

- Se han establecido las condiciones de operación óptimas para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes agentes de separación.

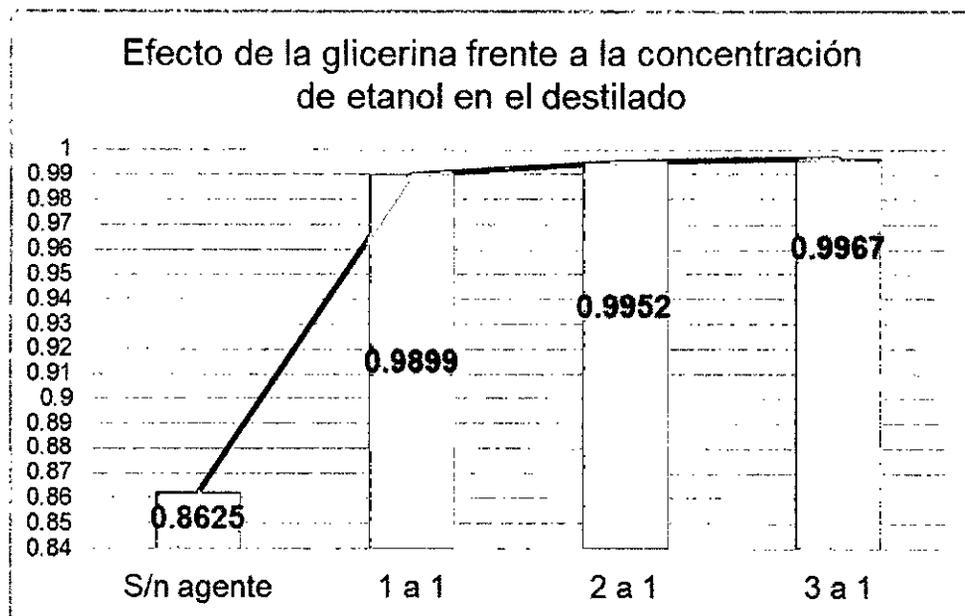
Potencia del reboiler	1.0 Kw
Relación de reflujo	6
Flujo de alimentación a la torre	50 ml/min
Porcentaje molar de etanol en el flujo de alimentación	0.84
Temperatura del flujo de alimentación	20 °C
Volumen inicial de carga en el reboiler	5 L
Caudal de agua de enfriamiento	3500 ml/min
Numero de platos perforados	8
Tiempo de operación	1.5 horas

- Hemos evaluado el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol, donde la presencia del agente de separación en la destilación continua influye directamente sobre la concentración del destilado y solo para la glicerina y el efecto combinado de este último con el cloruro de calcio, nos permitieron obtener etanol

anhidro ($> 0,989$ mol/mol). A mayores cantidades de agente de separación alimentadas a la torre, mayores concentraciones de etanol en el producto de tope.

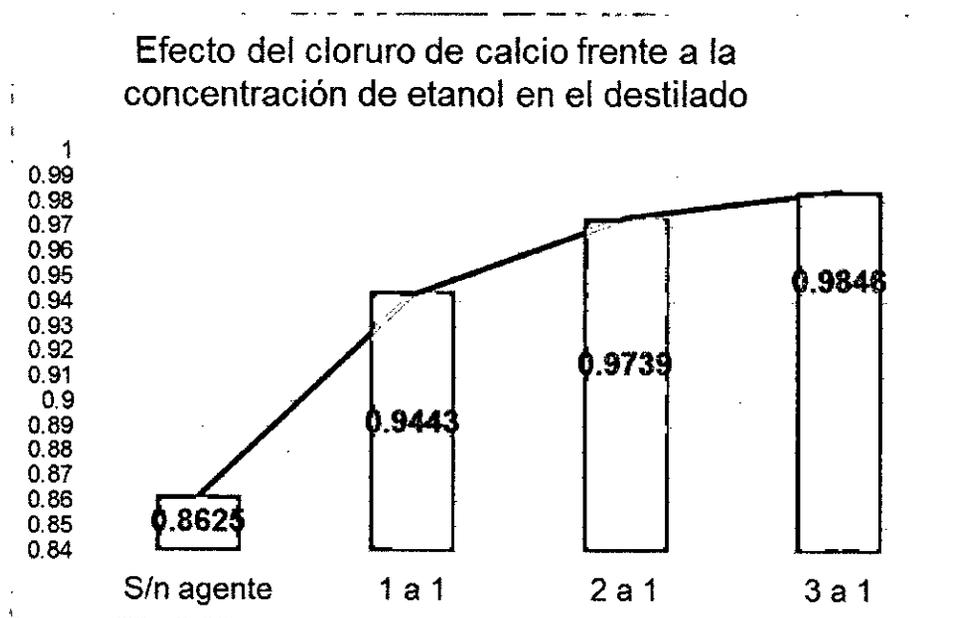
Para el caso de la glicerina, su influencia frente a la concentración de etanol en el destilado fue positiva en todos sus niveles. Se obtuvo etanol anhidro con una porcentaje molar mayor a 98,9, el cual a mayor a cantidad de solvente alimentado, mayor la concentración obtenida.

Gráfico N° 8.1
Efecto de la glicerina frente a la concentración de etanol en el destilado



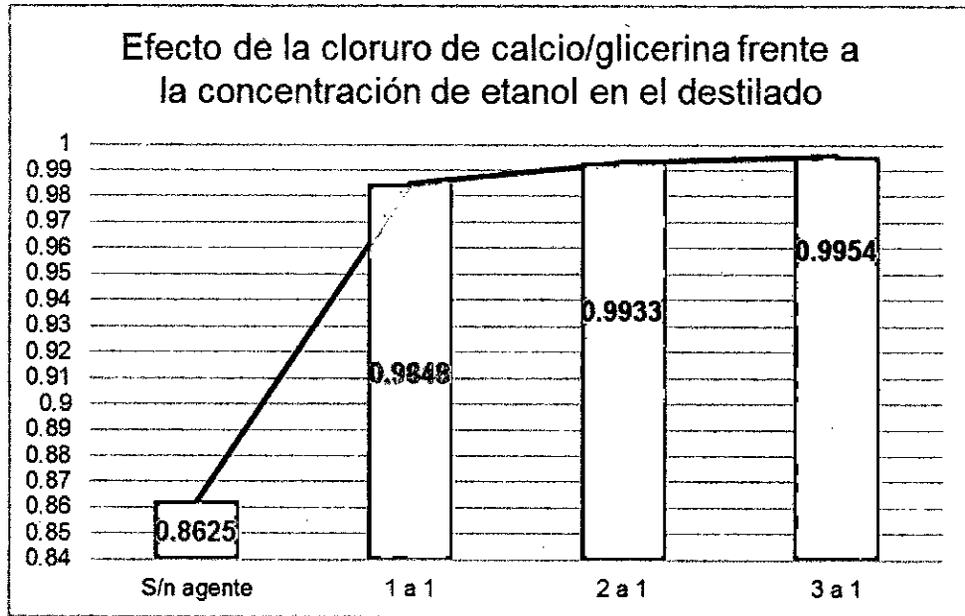
Caso contrario, el cloruro de calcio dihidratado como agente de separación en la destilación extractiva no logra influenciar lo suficiente en el grado de deshidratación de etanol, no pudiéndose obtener etanol anhidro con este solvente.

Gráfico N° 8.2
Efecto del cloruro de calcio frente a la concentración de etanol en el destilado



Finalmente, para el efecto combinado del cloruro de calcio en la glicerina a 0,1 g/ml, si bien no se logró superar el punto anhidro para el primer nivel, para las dos relaciones siguientes, la concentración alcanzada sí es la que cumple las características de grado anhidro, además de tener más pureza en comparación con la glicerina de manera independiente.

Gráfico N° 8.3
Efecto de la cloruro de calcio/glicerina frente a la concentración de etanol
en el destilado



La concentración de etanol en el destilado muestra un mayor valor a medida que aumenta la cantidad de agente de separación alimentada al proceso, por lo que podemos concluir que, en todos los casos, el efecto del solvente tiene una influencia directa sobre el grado de deshidratación en el destilado.

IX. RECOMENDACIONES

Antes de culminar, deseamos sugerir algunas recomendaciones en base a los resultados y las conclusiones a que se llegó luego de las presentes experimentaciones:

- Por medio del trabajo experimental se observó que la torre de destilación continua del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería química de la Universidad Nacional del Callao puede ser utilizada para separar distintas mezclas con puntos de ebullición cercanos y mezclas azeotrópicas; y, asimismo, aplicar distintos procesos como la destilación azeotrópica y extractiva, ya que la columna permite la implementación de una línea más de alimentación.
- De acuerdo al *Manual de instrucción – Columna de destilación continua UOPCC3 ARMEFIELD* se tienen seleccionadas como mezclas de ensayo sugeridas como las convenientes para su uso en la columna de destilación:

Metilciclohexano/Tolueno

Tolueno/Clorobenceno

Metanol/Agua

Clorobenceno/Etilbenceno

Metanol/Etanol

Etanol/Agua

Las cuales pueden ser buenos objetos de estudio para posteriores trabajos de investigación, si se quiere hacer uso de la columna de destilación utilizada en este trabajo.

- La elección del agente de separación fue basada en los antecedentes bibliográficos y experimentos predecesores, pero también en su disponibilidad y alcance económico, por lo que se invita a revisar muy a detalle otras variedades de agente de separación, que puedan tener mayor efecto en la concentración de etanol en el destilado y demanden menor consumo de este en el proceso.
- Con la finalidad de darle una consecución al proceso de destilación extractiva, es indispensable el estudio detallado del proceso de recuperación del agente de separación, por lo que se recomienda partir de los procesos estudiados y/o procesos alternativos existentes para futuros trabajos de grado.
- Mediante el trabajo experimental se lograron determinar las condiciones óptimas de operación para la columna de destilación continua, definiendo los valores constantes de los parámetros de operación, que sirvieron de punto de partida para hallar el escenario más adecuado para la deshidratación de etanol. Por ello, se sugiere experimentar con diferentes parámetros de operación como punto de inicio, en búsqueda de las condiciones más favorables de operación de la torre.

X. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

ACOFARMA. **Ficha de datos de seguridad ACOFARMA: Glicerina.**

Disponible en:

<http://www.acofarma.com/admin/uploads/descarga/4056-ad0f6747fbffc2ee07d82de08097bdd043f5e5ba/main/files/Glicerina.pdf>. Artículo web. Consultada el 12 de agosto del 2014.

Agencia Peruana de Noticias. **Produccion peruana de etanol para gasohol crecería a mas del doble en el ultimo trimestre.**

Disponible en: <http://www.americaeconomia.com/negocios-industrias/produccion-peruana-de-etanol-para-gasohol-creceria-800000-litros-diarios-en-el-u>. Artículo web. Consultada el 18 de Mayo del 2014.

Agencia Agraria de Noticias. **Caña Brava apuesta por mas bioetanol.**

Disponible en: <http://www.agraria.pe/noticias/cana-brava-apuesta-por-mas-bioetanol>. Artículo web. Consultada el 1 de septiembre del 2014.

Answers. **The Formula, Properties and Applications of Glycerin.**

Disponible en: <http://chem.answers.com/equations/the-formula-properties-and-applications-of-glycerin>. Artículo web. Consultada el 9 de septiembre del 2014.

Armfield. **Manual de instrucción – Columna de destilación continua UOPCC3 ARMEFIELD.** Disponible en:

<http://discoverarmfield.com/en/products/view/uop3/distillation-columns>. Artículo web. Consultada el 11 de julio del 2014.

Asesorías Químico Ambientales. **Cloruro de calcio.** Disponible en:

<http://www.aqaltda.com/cloruro-de-calcio>. Artículo web. Consultada el 16 de agosto del 2014.

Barrientos Felipa, Pedro. **Los biocombustibles y la producción de etanol**, en *Pensamiento Crítico*. Vol. 1(9): 115-136. S.f.

Blanco Oliveros, Johan. **Automatización y control regulatorio de una columna de destilación extractiva a nivel planta piloto para la producción de etanol anhidro.** Tesis magistral. Bogotá. Universidad Nacional de Colombia. 2011.

Caña Brava. **Beneficios del gasohol.** Disponible en: <http://www.xn--caabrava->

e3a.com.pe/index.php?option=com_content&view=article&id=50&Itemid=70. Artículo web. Consultada el 22 de Mayo del 2014.

Cerpa, Manuel. **Producción del etanol anhidro como aditivo para la gasolina a partir de la caña de azúcar de la región del río Huallaga.** Disponible en:

http://www.ciiq.org/varios/peru_2005/Trabajos/IV/2/4.2.01.pdf .
Artículo web. Consultada el 8 de Mayo del 2014.

Chang, Raymond. **Química.** México. Editorial Mc Graw-Hill. Décima edición. 2010.

Cornejo Jacob, Jorge. **Deshidratación de etanol por medio de sales iónicas.** Tesis para optar al título de Ingeniero Químico. Morelia. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. 2011.

Cortés Sordo, Trinidad. **Evaluación de pretratamiento con líquidos iónicos próticos para la producción de bioetanol de segunda generación.** Para optar el Título de Ingeniero Civil Químico. Santiago de Chile. Universidad de Chile. 2013.

Decreto Supremo N° 021-2007 EM Reglamento para la comercialización de Biombustibles. Abril 2007.

Dirección General de Competitividad Agraria del Ministerio de la Producción del Perú. **Caña de Azúcar: Principales Aspectos de la Cadenas Agropecuaria.** Disponible en:
http://agroaldia.minag.gob.pe/biblioteca/download/pdf/agroeconomia/agroeconomia_canaazucar.pdf. Artículo web. Consultada el 28 de agosto del 2014.

Domínguez Cerdeira, José. **Jornada sobre Calderas eficientes en procesos industriales.** Disponible en:
http://www.fenercom.com/pages/pdf/formacion/13-01-23_Jornada%20calderas%20industriales/01-Conceptos-de-combustion-y-combustibles-GAS-NATURAL-SDG-fenercom-2013.
Artículo web. Consultada el 28 de mayo del 2014.

Duarte Pasa, Vânia. **Especificaciones de la calidad del etanol carburante y del gasohol (mezclas de gasolina y etanol) y normas técnicas para la infraestructura.** Disponible en:
<http://www.cepal.org/publicaciones/xml/6/26436/L741-1.pdf>. Artículo web. Consultada el 15 de mayo del 2014.

Felder, Richard & Rosseau, Ronald. **Principios elementales de los procesos químicos.** México. Editorial Limusa Wiley. Tercera edición. 2004.

- Gutiérrez, Juan. **Extractive distillation with ionic liquids as solvents: selection and conceptual process design.** *Tesis doctoral.* Eindhoven. Universidad Tecnica de Eindhoven. 2013.
- Henley, Ernest J. & Seader, J. D.. **Operaciones de separación por etapas de equilibrio en ingeniería química.** España. Editorial Reverté, S.A. 1990.
- Levine, Ira. **Fisicoquímica (Vol. I).** España. Editorial Mc Graw Hill. Quinta edición. 2004.
- López, Jimmy & Lozada, Herlenny. **Obtención de etanol anhidro a partir de un proceso de destilación con adición de electrolitos.** Para optar el Título de Ingeniero Químico. Manizales. Universidad Nacional de Colombia. 2005.pag 5
- Mendoza, Cipriano & Enciso, Bernardo. **Estandarización de parámetros de operación para obtener bioetanol anhidro por destilación extractiva.** Disponible en:
<http://www.aiquruguay.org/congreso/download/TL56.pdf>. Artículo web. Consultada el 1 de mayo del 2014.
- Ministerio de Agricultura y Riego. **Generalidades del producto.** Disponible en: <http://www.minag.gob.pe/portal/sector-agrario/agricola/cultivos-de-importancia-nacional/az%C3%BAcar/generalidades-del-producto24?limitstart=0>. Consultada el 15 de Mayo de 2014.
- OCDE/FAO. **OCDE-FAO Perspectivas Agrícolas 2013-2022.** Disponible en: http://dx.doi.org/10.1787/agr_outlook-2013-es. Artículo web. Consultada el 5 de mayo del 2014.
- Pontificia Universidad Javeriana. **Ficha de datos de seguridad: Cloruro de calcio.** Disponible en: <http://portales.puj.edu.co/doc-quimica/fds-labqca-dianahermith/CaCl2.pdf>. Artículo web. Consultada el 12 de agosto del 2014.
- Posada, John & Cardona, Carlos. **Análisis de la refinación de glicerina obtenida como coproducto en la producción de biodiésel.** Disponible en:
<http://www.scielo.org.co/pdf/inun/v14n1/v14n1a01.pdf>. Artículo web. Consultada el 17 de Septiembre del 2014.
- Quintero Julián, Montoya María, Sánchez Oscar & Cardona Carlos. **Evaluación de la deshidratación de alcohol carburante mediante simulación de procesos.** en *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*. Vol.5(2): 72-83. 2007.

Romero Guerra, Francisco. **Diseño preliminar de un proceso de deshidratación para la producción de 3.600 bpd de etanol anhidro.** Tesis para optar al título de Ingeniero Químico. Puerto La Cruz. Universidad de Oriente. 2007.

Rumbo Minero. **Maple Energy Incorporará 400 Ha Más Para Producir Etanol.** Disponible en: <http://www.rumbominero.com/maple-energy-incorporara-400-ha-mas-para-producir-etanol/>. Artículo web. Consultada el 5 de septiembre del 2014.

Sociedad Nacional de MINERIA PETROLEO Y ENERGIA. **Los Biocombustibles.** Disponible en: www.abcnetsac.info: <http://www.abcnetsac.info/proposal/snmpe/portal/pro/informes-y-publicaciones/la-tributacion-minera-en-el-peru/revista-desde-adentro/desde-adentro-2006.html>. Consultada el 24 de Mayo de 2014.

Treybal, Robert. **Operaciones de transferencia de masa.** México. Editorial Mc Graw Hill. Segunda edición. 1988.

Uyazán A. M., Darío Gil I. D., Aguilar J., Rodríguez G. & Caicedo L. A.. **Deshidratación del etanol,** en *Ingeniería e investigación*. Vol.24(3), 49-59. Diciembre 2004.

Uyazán A. M., Darío Gil I. D., Aguilar J., Rodríguez G. & Caicedo L. A.. **Producción de alcohol carburante por destilación extractiva: Simulación del proceso con glicerol,** en *Ingeniería e investigación*. Vol.26(1), 45-50. Abril 2006.

Uyazán A. M., Darío Gil I. D., Aguilar J., Rodríguez G. & Caicedo L. A.. **Separation of ethanol and water by extractive distillation with salt and solvent as entrainer: process simulation,** en *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. Vol.25(1), 207-215. Enero - Marzo 2008.

Vásquez C., Ruiz C., Arango D., Caicedo R., Sánchez M., Ríos L. & Restrepo G.. **Producción de etanol absoluto por destilación extractiva combinada con efecto salino,** en *Dyna*. Vol.74(151), 53-59. Marzo 2007.

Vásquez, José. **Perspectivas en biocombustibles, Proyectos de inversion: Etanol Combustible.** Disponible en: <http://www.bcrp.gob.pe/docs/Proyeccion-Institucional/Encuentros-Regionales/2008/Lambayeque/EER-Lambayeque-JAVasquez.pdf>. Artículo web. Consultada el 24 de Mayo del 2014.

Zhou, R. & Duan, Z.. **Extractive Distillation with Salt in Solvent**, en
Tsinghua Science and Technology. Vol.4(2), 477-479. Junio 1999.

ANEXOS

ANEXO N°1: MATRIZ DE CONSISTENCIA

DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON DIFERENTES AGENTES DE SEPARACION PARA LA DESHIDRATACION DE ETANOL

<u>PROBLEMA GENERAL</u>	<u>OBJETIVO GENERAL</u>	<u>HIPOTESIS GENERAL</u>	<u>VARIABLES DEPENDIENTES</u>	<u>DIMENSIONES DEPENDIENTES</u>	<u>INDICADORES DEPENDIENTES</u>	<u>METODOS</u>
¿Cómo determinar por destilación extractiva la clase y la relación de agente de separación necesarias para obtener un mayor grado de deshidratación de etanol?	Determinar por destilación extractiva la clase y la relación de agente de separación necesarias para obtener un mayor grado de deshidratación de etanol.	La destilación extractiva del alcohol con agente de separación líquido, sólido o la mezcla de ambos a 0.1 g/mL, nos permite obtener un mayor grado de deshidratación de etanol.	Y = Grado de deshidratación de etanol	Pureza de etanol en el destilado	Porcentaje (%)	Método del Alcoholímetro de Gay Lussac
<u>PROBLEMAS ESPECIFICOS</u>	<u>OBJETIVOS ESPECIFICOS</u>	<u>HIPOTESIS ESPECIFICAS</u>	<u>VARIABLES INDEPENDIENTES</u>	<u>DIMENSIONES INDEPENDIENTES</u>	<u>INDICADORES INDEPENDIENTES</u>	<u>METODOS</u>
a) ¿Cuáles son los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva? b) ¿Cuáles son las condiciones de operación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes	a) Establecer los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva. b) Determinar las condiciones de operación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva con diferentes agentes de separación.	a) Los agentes de separación para la deshidratación de etanol empleando destilación extractiva son el glicerol, el cloruro de calcio y la combinación de ambos a 0.1 g/mL. b) Optimización del proceso de destilación extractiva con diferentes agentes de separación.	X_1 = Clase de agente de separación	Agente de separación líquido Agente de separación sólido Agente de separación sólido		

agentes de separación?				en líquido a 0.1 g/mL		
c) ¿Cómo se debe evaluar el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol?	c) Evaluar el efecto de la clase y la cantidad de agente de separación en el grado de deshidratación de etanol.	c) Diferentes clases y cantidades de agente de separación en la destilación extractiva tendrán distintos efectos sobre el grado de deshidratación de etanol.	$X_2 =$ Relación de agente de separación	Relación en volumen 1 : 1 de agente de separación y la alimentación Relación en volumen 2 : 1 de agente de separación y la alimentación Relación en volumen 3 : 1 de agente de separación y la alimentación		

RELACIÓN DE VARIABLES: $Y = f(X_1, X_2)$

Y = Grado de deshidratación de etanol

X_1 = Clase de agente de separación

X_2 = Relación de agente de separación

ANEXO N°2: REGLAMENTO PARA LA COMERCIALIZACION DE BIOCOMBUSTIBLES



REGLAMENTO PARA LA COMERCIALIZACIÓN DE BÍOCOMBUSTIBLES

DECRETO SUPREMO N° 021-2007-EM

Publicado el 20 de Abril de 2007

Modificaciones:

1. **Decreto Supremo N° 064-2008-EM**, publicado el 27 de diciembre de 2008.
2. **Decreto Supremo N° 091-2009-EM**, publicado el 29 de diciembre de 2009.
3. **Decreto Supremo N° 061-2010-EM**, publicado el 28 de septiembre de 2010.
4. **Decreto Supremo N° 024-2011-EM**, publicado el 13 de mayo de 2011.

Concordancias:

1. **Resolución Ministerial N° 165-2008-MEM-DM**, publicada el 10 de abril de 2008, Establecen disposiciones relativas a la calidad y métodos de ensayo para medir las propiedades de los combustibles Diesel B2, Diesel B5 y Diesel B20.
2. **Resolución Ministerial N° 515-2009-MEM-DM**, publicada 08 de diciembre de 2009, Establecen las especificaciones de calidad para el Gasohol.
3. **Resolución OSINERGMIN N° 206-2009-OS-CD**, publicada el 19 de noviembre de 2009, Procedimiento de Control de Calidad de los Biocombustibles y sus Mezclas^o y modifican Tipificación y Escala de Multas y Sanciones de Hidrocarburos.

EL PRESIDENTE DE LA REPÚBLICA

CONSIDERANDO:

Que, la Ley N° 28054, Ley de Promoción del Mercado de Biocombustibles, establece el marco general para promover el mercado de los Biocombustibles sobre la base de la libre competencia y el libre acceso a la actividad económica, con el objetivo de diversificar el mercado de combustibles, fomentar el desarrollo agropecuario y agroindustrial, generar empleo y disminuir la contaminación ambiental;

Que, mediante Decreto Supremo N° 013-2005-EM, se aprobó el Reglamento de la Ley de Promoción del Mercado de Biocombustibles, que contiene normas para la comercialización y promoción de los Biocombustibles;

Que, a efectos de cumplir con el objeto de la Ley N° 28054, se ha visto por conveniente aprobar un reglamento específico para la comercialización de Biocombustibles, con la finalidad de establecer los requisitos para su comercialización y distribución, así como hacer referencia a las normas técnicas de calidad de los mencionados productos;

De conformidad con la Ley N° 28054, Ley de Promoción del Mercado de Biocombustibles, y en uso de las atribuciones previstas en los numerales 8 y 24 del artículo 118 de la Constitución Política del Perú;

DECRETA:

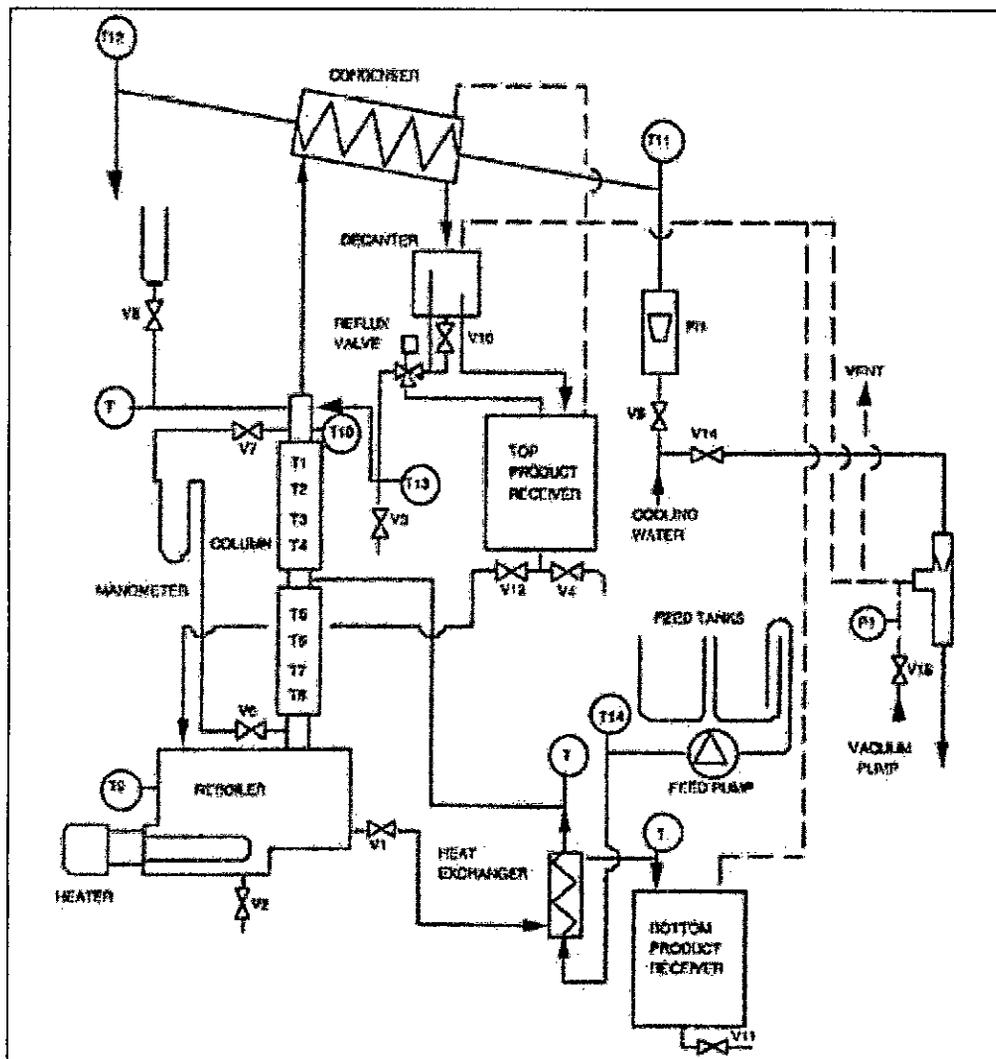
Artículo 1.- Aprobación del Reglamento para la Comercialización de Biocombustibles

Asesoría Legal - GART

1

ANEXO N°3: ESPECIFICACIONES DE COLUMNA DE DESTILACION CONTINUA UOP3CC ARMFIELD

Figura Anexo N° 3.1
Diagrama esquemático de columna de destilación continua UOP3CC



En caso necesario, consulte la figura anexo N° 3.1. (Véase en la página 144)

Información general

La columna de destilación continua UOP3CC es una unidad de proceso autónomo y con un banco instalado en la consola de control.

Marco de pie

La columna de destilación se monta en una posición baja, marco de acero tubular soldado equipado con los pies ajustables. El marco está diseñado para permitir el uso de un ascensor tenedor o transpaleta para maniobrar la unidad en su posición inicial.

Columna de destilación

La columna de placas tamiz de 50 mm de diámetro se compone de dos secciones de vidrio conteniendo cada una cuatro placas de tamiz. Las columnas están separadas por una sección de alimentación central y dispuestos verticalmente para el flujo de vapor / líquido a contracorriente. La columna está aislada para minimizar la pérdida de calor.

La columna de vidrio incorpora un total de ocho placas de tamiz en dos secciones conteniendo cada una cuatro placas. Cada una de las placas se encuentra atravesado por un vástago de soporte central e incluye un rebosadero y tubo de descenso para crear un sello líquido entre etapas

sucesivas. El sello líquido en la placa final de cada sección se compone por un tubo en U.

Las mezclas de alimentación de cualquiera de los tanques alimentadores son bombeados por la bomba a la base, el centro o la parte superior de la columna de destilación en las conexiones superior, media e inferior respectivamente. La bomba de alimentación incorpora una longitud de tubo de goma Viton. Este tubo es adecuado para todas las mezclas de ensayo recomendados. Donde para utilizar otras mezclas de ensayo, su compatibilidad con este material se debe comprobar.

Una columna de relleno se suministra suelta. Esta columna se puede montar en lugar de la columna de platos perforados, para demostrar las características de una columna de relleno.

Nota: La columna de relleno no incorpora sensores de temperatura de empleo, los experimentos de control utilizando un controlador PID externo o PLC y el software de registro de control / datos no se pueden llevar a cabo cuando se instala esta columna.

Reboiler

El intercambiador de calor situado en la base de la columna está fabricado a partir de acero inoxidable 316 e incorpora un elemento de calentamiento del tipo de inmersión a prueba de fuego. La destilación continua o por lotes, cualquiera de los dos, pueden llevarse a cabo utilizando este rehervidor.

En la operación continua, la válvula (V1) está abierta y el producto fluye desde la parte inferior del calderín a través del enfriador del producto de fondo (15) al depósito del producto de fondo (9). Es posible para precalentar la alimentación a la columna, por la dirección de la alimentación, a través de una bobina en espiral en el enfriador de producto de fondo, donde el calor se transfiere del producto que sale del reboiler en el punto de ebullición. Cuando la alimentación se ingresa fría directamente a la columna, el producto del reboiler se enfría en el enfriador de producto de fondo mediante la circulación de agua fría a través de la espiral de la bobina.

Para un funcionamiento por lotes, la válvula (V1) se mantiene cerrada de modo que el reboiler pueda llenarse con carga inicial (de 10 a 12 litros) de mezcla binaria.

La columna y el reboiler son ambos aislados para reducir al mínimo la pérdida de calor. Un sensor de nivel (17) en el interior del reboiler protege el elemento calefactor a que se sobrecaliente debido al bajo nivel de funcionamiento y una mirilla de vidrio (18) que permite que el nivel en el calderín pueda ser observado.

Condensador

El vapor procedente de la parte superior de la columna pasa por agua de enfriamiento, por la espiral en caparazón, que puede estar equipada con una camisa aislada, para permitir que balances de calor puedan ser llevados a

cabo. (La camisa aislada no debe ser equipada en el condensador para el funcionamiento normal.) La cáscara del condensador incorpora una válvula de alivio de presión (PRV 1) para proteger el sistema en el caso de un orificio de ventilación bloqueado y la insuficiencia de agua de refrigeración. El agua de refrigeración entra en el condensador a una velocidad regulada a través de un medidor de flujo de área variable (F11) y la tasa de flujo es controlado por la válvula de diafragma (V5). Un suministro de agua de refrigeración está conectado a la boquilla de entrada (19) y sirve también para operar la bomba de vacío (20) cuando se requiere un funcionamiento a presión reducida. El suministro de agua a la bomba de vacío se controla mediante la válvula (V14), que sólo se debe utilizar cuando la válvula (V5) está abierta.

Decantador

El condensado se recoge en un decantador de cristal (11) (separador de fases), que es un paso obligatorio para los experimentos normales de destilación mediante la apertura de la válvula (V10). Cuando la botella está en uso (la separación de dos líquidos inmiscibles como condensado), la válvula (V10) se cierra para que el rebose (25) y el flujo inferior (26) tubos dentro del tanque, puedan tener efecto.

Con la válvula (V10) abierta, el condensado de la salida del condensador pasa directamente a través del decantador a la entrada de la válvula de control de relación de reflujo (12) que es una válvula accionada por solenoide de 3 vías. Dependiendo de la configuración de los temporizadores de reflujo, el condensado es dirigido por la válvula de retención, ya sea de regreso a la parte superior de la columna o de nuevo al recipiente colector del producto de cabeza (V10). Cuando se dirige a la columna, el reflujo pasa a través de un sello en U donde una válvula (V3) se puede utilizar para medir la tasa de ebullición hacia arriba o el drenaje del sello en U. El contenido del tanque de producto superior (10) se puede drenar en el reboiler (12) para su reutilización a través de la válvula (V12).

Termocuplas

Las temperaturas dentro del sistema son supervisadas por catorce sensores de termocupla (T1 a T14) situados en posiciones estratégicas del sistema. Las T1 a T8 están situados en la columna y así medir la temperatura del líquido en cada placa de tamiz. Hay diecisiete ubicaciones de los sensores de temperatura, tres de las cuales no cuentan con sensores instalados, pero que pueden ser equipados con sensores trasladados desde otras localidades menos relevantes cuando sea necesario.

Manómetro

La pérdida de carga total a través de la columna se indica en un manómetro de tubo en U ($\Delta P1$) a través de tomas correspondientes en la columna equipada con válvulas de aislamiento (V6) y (V7).

Receptor del producto

Todos los vasos del sistema están conectados a un respiradero común en el receptor del producto superior. Este respiradero está conectado normalmente a través de una longitud de 4 m de tubo a una campana extractora de humos o salida segura de ventilación atmosférica.

Bomba de vacío

El funcionamiento del sistema a presiones reducidas se consigue utilizando la bomba de vacío de accionamiento hidráulico (20). Cuando está en uso, el tubo de ventilación flexible de la conexión común en el receptor del producto superior está unida a la entrada de esta bomba de vacío a (23), y el agua motriz admite a través de la válvula (V14), que sólo se debe utilizar cuando la válvula (V5) está abierta. El nivel de vacío se ajusta mediante la válvula de aguja (V15), que se indica en el manómetro de presión (P1).

Consola de control

La consola está fijada a la unidad de proceso por un cable umbilical que es de longitud adecuada para permitir que la consola se coloque por lo menos 2 m de distancia (fuera del área "zona 2"). Consulte la sección de seguridad en la parte delantera de este manual, y la sección de las especificaciones.

En las páginas siguientes se ofrece una descripción de los controles de la consola y las conexiones.

ANEXO N°4: TABLAS DE CORRECCION DE TEMPERATURA PARA GRADOS GAY-LUSSAC ETANOL - AGUA

Tabla Anexo N° 3.1
 Tabla de corrección de temperatura para grados Gay-Lussac etanol - agua de 1 a 33 °GL

°GL	Temperatura (°C)																																												
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30																								
1	1.4	1.3	1.2	1.2	1.1	1.0	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.4	0.3	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1							
2	2.4	2.4	2.3	2.2	2.1	2.0	1.9	1.8	1.7	1.6	1.5	1.4	1.3	1.1	1.0	0.8	0.7	0.5	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0					
3	3.4	3.4	3.3	3.2	3.1	3.0	2.9	2.8	2.7	2.6	2.4	2.3	2.2	2.1	1.9	1.7	1.6	1.5	1.3	1.1	0.9	0.7	0.5	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0				
4	4.5	4.4	4.3	4.2	4.1	4.0	3.9	3.8	3.7	3.6	3.4	3.3	3.2	3.1	2.9	2.7	2.6	2.5	2.3	2.1	1.9	1.7	1.6	1.5	1.3	1.1	0.9	0.7	0.5	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0				
5	5.5	5.4	5.3	5.2	5.1	5.0	4.9	4.8	4.7	4.5	4.4	4.3	4.1	4.0	3.8	3.6	3.5	3.3	3.1	2.9	2.7	2.6	2.5	2.3	2.1	1.9	1.7	1.5	1.3	1.1	0.9	0.7	0.5	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0				
6	6.5	6.4	6.3	6.2	6.1	6.0	5.9	5.8	5.7	5.5	5.4	5.2	5.1	4.9	4.8	4.6	4.4	4.3	4.1	3.9	3.7	3.6	3.5	3.3	3.1	2.9	2.7	2.5	2.3	2.1	1.9	1.7	1.5	1.3	1.1	0.9	0.7	0.5	0.3	0.1	0.0				
7	7.5	7.4	7.3	7.2	7.1	7.0	6.9	6.8	6.7	6.5	6.4	6.2	6.1	5.9	5.8	5.6	5.4	5.2	5.0	4.8	4.6	4.5	4.4	4.2	4.0	3.8	3.6	3.4	3.2	3.0	2.8	2.6	2.4	2.2	2.0	1.8	1.6	1.4	1.2	1.0	0.8				
8	8.5	8.4	8.3	8.2	8.1	8.0	7.9	7.8	7.7	7.5	7.3	7.1	7.0	6.8	6.7	6.5	6.3	6.1	5.9	5.7	5.5	5.4	5.2	5.0	4.8	4.6	4.4	4.2	4.0	3.8	3.6	3.4	3.2	3.0	2.8	2.6	2.4	2.2	2.0	1.8	1.6				
9	9.5	9.4	9.3	9.2	9.1	9.0	8.9	8.8	8.7	8.5	8.3	8.1	7.9	7.8	7.6	7.4	7.2	7.0	6.8	6.6	6.4	6.3	6.1	5.9	5.7	5.5	5.3	5.1	4.9	4.7	4.5	4.3	4.1	3.9	3.7	3.5	3.3	3.1	2.9	2.7	2.5	2.3			
10	10.6	10.5	10.4	10.3	10.2	10.0	9.9	9.8	9.7	9.5	9.3	9.1	8.9	8.7	8.5	8.3	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	6.9	6.7	6.5	6.3	6.1	5.9	5.7	5.5	5.3	5.1	4.9	4.7	4.5	4.3	4.1	3.9	3.7	3.5	3.3	3.1	2.9		
11	11.7	11.6	11.5	11.4	11.2	11.0	10.9	10.8	10.7	10.5	10.3	10.1	9.9	9.7	9.5	9.3	9.0	8.8	8.6	8.4	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	6.9	6.7	6.5	6.3	6.1	5.9	5.7	5.5	5.3	5.1	4.9	4.7	4.5	4.3	4.1	3.9	3.7		
12	12.7	12.6	12.5	12.4	12.2	12.0	11.9	11.7	11.6	11.4	11.2	11.0	10.8	10.6	10.4	10.2	9.9	9.7	9.5	9.2	9.0	8.8	8.6	8.4	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	6.9	6.7	6.5	6.3	6.1	5.9	5.7	5.5	5.3	5.1	4.9	4.7	4.5	4.3	4.1
13	13.8	13.6	13.5	13.4	13.2	13.0	12.9	12.7	12.5	12.4	12.2	11.9	11.7	11.5	11.3	11.1	10.8	10.6	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.1	8.9	8.7	8.5	8.3	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	6.9	6.7	6.5	6.3	6.1	5.9	5.7	5.5	5.3	5.1	
14	14.9	14.7	14.6	14.4	14.2	14.0	13.9	13.7	13.5	13.3	13.1	12.8	12.6	12.4	12.2	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.2	9.0	8.8	8.6	8.4	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	6.9	6.7	6.5	6.3	6.1	5.9	
15	16.0	15.8	15.6	15.4	15.2	15.0	14.9	14.7	14.5	14.3	14.0	13.7	13.5	13.3	13.1	12.8	12.6	12.3	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.1	8.9	8.7	8.5	8.3	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	6.9	6.7	6.5	
16	17.0	16.8	16.6	16.4	16.2	16.0	15.9	15.6	15.4	15.2	14.9	14.6	14.4	14.1	13.9	13.6	13.4	13.1	12.8	12.6	12.3	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.1	8.9	8.7	8.5	8.3	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3	7.1	
17	18.1	17.9	17.6	17.4	17.2	17.0	16.9	16.6	16.3	16.1	15.8	15.5	15.3	15.0	14.8	14.5	14.2	13.9	13.6	13.3	13.0	12.7	12.5	12.2	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.1	8.9	8.7	8.5	8.3	8.1	7.9	7.7	
18	19.2	19.0	18.7	18.5	18.2	18.0	17.8	17.5	17.3	17.0	16.7	16.4	16.2	15.9	15.7	15.4	15.1	14.8	14.4	14.1	13.8	13.6	13.3	13.0	12.7	12.5	12.2	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.1	8.9	8.7	8.5	8.3	
19	20.2	20.0	19.7	19.5	19.2	19.0	18.7	18.4	18.2	17.9	17.6	17.3	17.0	16.7	16.5	16.2	15.9	15.6	15.2	14.9	14.6	14.3	14.0	13.7	13.4	13.1	12.8	12.6	12.3	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	9.1	8.9	8.7	
20	21.3	21.0	20.7	20.5	20.2	20.0	19.7	19.4	19.1	18.8	18.5	18.2	17.9	17.6	17.4	17.1	16.7	16.4	16.0	15.7	15.4	15.1	14.8	14.5	14.2	13.9	13.6	13.3	13.0	12.7	12.5	12.2	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	9.8	9.6	9.4	
21	22.4	22.1	21.8	21.5	21.2	21.0	20.7	20.4	20.1	19.8	19.5	19.1	18.8	18.5	18.2	17.9	17.6	17.2	16.9	16.6	16.3	16.0	15.7	15.4	15.1	14.8	14.5	14.2	13.9	13.6	13.3	13.0	12.7	12.5	12.2	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.7	10.5	10.3	10.1	
22	23.5	23.2	22.9	22.6	22.3	22.0	21.7	21.4	21.1	20.8	20.4	20.1	19.8	19.4	19.1	18.8	18.5	18.2	17.9	17.6	17.3	17.0	16.7	16.4	16.1	15.8	15.5	15.2	14.9	14.6	14.3	14.0	13.7	13.4	13.1	12.8	12.6	12.3	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0		
23	24.6	24.3	24.0	23.7	23.3	23.0	22.7	22.4	22.0	21.7	21.4	21.1	20.8	20.4	20.1	19.8	19.4	19.1	18.8	18.5	18.2	17.9	17.6	17.3	17.0	16.7	16.4	16.1	15.8	15.5	15.2	14.9	14.6	14.3	14.0	13.7	13.4	13.1	12.8	12.6	12.3	12.0	11.7	11.5	
24	25.8	25.4	25.1	24.7	24.3	24.0	23.7	23.4	23.0	22.7	22.4	22.1	21.6	21.3	21.0	20.6	20.3	20.0	19.6	19.3	19.0	18.7	18.4	18.1	17.8	17.5	17.2	16.9	16.6	16.3	16.0	15.7	15.4	15.1	14.8	14.5	14.2	13.9	13.6	13.3	13.0	12.7	12.5		
25	26.9	26.5	26.1	25.7	25.3	25.0	24.7	24.4	24.0	23.6	23.3	22.9	22.5	22.2	21.8	21.5	21.2	20.8	20.5	20.2	19.9	19.6	19.3	19.0	18.7	18.4	18.1	17.8	17.5	17.2	16.9	16.6	16.3	16.0	15.7	15.4	15.1	14.8	14.5	14.2	13.9	13.6			
26	28.0	27.7	27.2	26.8	26.4	26.0	25.7	25.4	25.0	24.6	24.3	23.9	23.5	23.1	22.7	22.4	22.1	21.7	21.4	21.0	20.7	20.4	20.1	19.8	19.4	19.1	18.8	18.5	18.2	17.9	17.6	17.3	17.0	16.7	16.4	16.1	15.8	15.5	15.2	14.9	14.6	14.3	14.0		
27	29.1	28.7	28.2	27.8	27.4	27.0	26.6	26.3	25.9	25.5	25.2	24.8	24.3	24.0	23.8	23.2	22.9	22.6	22.2	21.9	21.6	21.3	21.0	20.7	20.4	20.1	19.8	19.5	19.2	18.9	18.6	18.3	18.0	17.7	17.4	17.1	16.8	16.5	16.2	15.9	15.6	15.3	15.0		
28	30.1	29.7	29.2	28.8	28.4	28.0	27.6	27.3	26.9	26.4	26.1	25.6	25.2	24.9	24.5	24.2	23.8	23.5	23.1	22.8	22.5	22.2	21.9	21.6	21.3	21.0	20.7	20.4	20.1	19.8	19.5	19.2	18.9	18.6	18.3	18.0	17.7	17.4	17.1	16.8	16.5	16.2	15.9		
29	31.1	30.7	30.2	29.8	29.4	29.0	28.6	28.2	27.8	27.3	27.0	26.6	26.2	25.8	25.4	25.1	24.7	24.3	24.0	23.6	23.3	23.0	22.7	22.4	22.1	21.8	21.5	21.2	20.9	20.6	20.3	20.0	19.6	19.3	19.0	18.7	18.4	18.1	17.8	17.5	17.2	16.9	16.6		
30	32.1	31.7	31.2	30.8	30.4	30.0	29.6	29.2	28.8	28.3	27.9	27.5	27.1	26.7	26.3	26.0	25.6	25.2	24.8	24.5	24.2	23.8	23.5	23.2	22.9	22.6	22.3	22.0	21.7	21.4	21.1	20.8	20.5	20.2	19.9	19.6	19.3	19.0	18.7	18.4	18.1	17.8			
31	33.1	32.7	32.2	31.8	31.4	31.0	30.6	30.2	29.8	29.3	28.9	28.5	28.1	27.7	27.3	26.9	26.5	26.1	25.7	25.4	25.1	24.7	24.4	24.1	23.8	23.5	23.2	22.9	22.6	22.3	22.0	21.7	21.4	21.1	20.8	20.5	20.2	19.9	19.6	19.3	19.0	18.7	18.4		
32	34.1	33.7	33.2	32.8	32.4	32.0	31.6	31.2	30.8	30.3	29.9	29.5	29.1	28.7	28.3	27.9	27.5	27.1	26.8	26.5	26.2	25.9	25.6	25.3	25.0	24.7	24.4	24.1	23.8	23.5	23.2	22.9													

Tabla Anexo N° 3.2
 Tabla de corrección de temperatura para grados Gay-Lussac etanol - agua
 de 34 a 68 °GL

°GL	Temperatura (°C)																													
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30									
34	36,1	35,7	35,3	34,8	34,4	34,0	33,5	33,1	32,6	32,2	31,8	31,4	31,0	30,6	30,2	29,7	29,3	28,9	28,5	28,1	27,7									
35	37,1	36,7	36,3	35,8	35,4	35,0	34,5	34,1	33,6	33,2	32,8	32,4	32,0	31,6	31,1	30,7	30,3	29,9	29,5	29,1	28,7									
36	38,1	37,7	37,3	36,8	36,4	36,0	35,5	35,1	34,6	34,2	33,8	33,4	33,0	32,6	32,1	31,7	31,3	30,9	30,5	30,1	29,7									
37	39,1	38,7	38,3	37,8	37,4	37,0	36,5	36,1	35,6	35,2	34,8	34,4	34,0	33,5	33,1	32,7	32,3	31,9	31,5	31,1	30,7									
38	40,1	39,7	39,3	38,8	38,4	38,0	37,5	37,1	36,6	36,2	35,8	35,4	35,0	34,5	34,1	33,7	33,3	32,9	32,5	32,1	31,6									
39	41,1	40,7	40,3	39,8	39,4	39,0	38,5	38,1	37,6	37,2	36,8	36,4	36,0	35,5	35,1	34,7	34,3	33,9	33,5	33,1	32,6									
40	42,1	41,7	41,3	40,8	40,4	40,0	39,5	39,1	38,6	38,2	37,8	37,4	36,9	36,5	36,1	35,7	35,3	34,8	34,4	34,0	33,6									
41	43,1	42,7	42,3	41,8	41,4	41,0	40,6	40,1	39,7	39,3	38,9	38,4	38,0	37,6	37,2	36,7	36,3	35,9	35,4	35,0	34,6									
42	44,1	43,7	43,3	42,8	42,4	42,0	41,6	41,1	40,7	40,3	39,9	39,4	39,0	38,6	38,2	37,7	37,3	36,9	36,5	36,0	35,6									
43	45,1	44,7	44,3	43,8	43,4	43,0	42,6	42,1	41,7	41,3	40,9	40,4	40,0	39,6	39,2	38,7	38,3	37,9	37,5	37,1	36,6									
44	46,1	45,7	45,3	44,8	44,4	44,0	43,6	43,1	42,7	42,3	41,9	41,5	41,1	40,6	40,2	39,8	39,4	39,0	38,6	38,1	37,7									
45	47,1	46,7	46,3	45,8	45,4	45,0	44,6	44,1	43,7	43,3	42,9	42,5	42,1	41,6	41,2	40,8	40,4	40,0	39,6	39,1	38,7									
46	48,1	47,7	47,3	46,8	46,4	46,0	45,6	45,2	44,8	44,4	44,0	43,5	43,1	42,6	42,2	41,9	41,5	41,1	40,6	40,2	39,8									
47	49,1	48,7	48,3	47,8	47,4	47,0	46,6	46,2	45,8	45,4	45,0	44,6	44,1	43,6	43,3	42,9	42,5	42,1	41,6	41,2	40,8									
48	50,1	49,7	49,3	48,8	48,4	48,0	47,6	47,2	46,8	46,4	46,0	45,6	45,1	44,6	44,3	43,9	43,5	43,1	42,6	42,2	41,8									
49	51,1	50,7	50,3	49,8	49,4	49,0	48,6	48,2	47,8	47,4	47,0	46,6	46,1	45,7	45,3	44,9	44,5	44,1	43,7	43,3	42,8									
50	52,0	51,7	51,2	50,9	50,4	50,0	49,6	49,2	48,8	48,4	48,0	47,6	47,1	46,7	46,3	46,0	45,5	45,1	44,7	44,3	43,8									
51	53,0	52,7	52,2	51,9	51,4	51,0	50,6	50,2	49,8	49,4	49,0	48,6	48,1	47,7	47,3	47,0	46,5	46,1	45,7	45,3	44,8									
52	54,0	53,7	53,2	52,8	52,4	52,0	51,6	51,2	50,8	50,4	50,0	49,6	49,1	48,8	48,4	48,0	47,5	47,1	46,7	46,3	45,9									
53	55,0	54,6	54,2	53,8	53,4	53,0	52,6	52,2	51,8	51,4	51,0	50,6	50,1	49,8	49,4	49,0	48,5	48,1	47,7	47,3	47,0									
54	56,0	55,6	55,2	54,8	54,4	54,0	53,6	53,2	52,8	52,4	52,0	51,6	51,1	50,8	50,4	50,0	49,5	49,1	48,7	48,4	48,0									
55	57,0	56,6	56,2	55,8	55,4	55,0	54,6	54,2	53,8	53,4	53,0	52,6	52,2	51,8	51,4	51,0	50,5	50,2	49,8	49,4	49,0									
56	58,0	57,6	57,2	56,8	56,4	56,0	55,6	55,2	54,8	54,4	54,0	53,6	53,2	52,8	52,4	52,0	51,5	51,2	50,8	50,4	50,0									
57	59,0	58,6	58,2	57,8	57,4	57,0	56,6	56,2	55,8	55,4	55,0	54,6	54,2	53,8	53,4	53,0	52,5	52,2	51,8	51,4	51,0									
58	60,0	59,6	59,2	58,8	58,4	58,0	57,6	57,2	56,8	56,4	56,0	55,6	55,2	54,8	54,4	54,0	53,5	53,2	52,8	52,4	52,0									
59	61,0	60,6	60,2	59,8	59,4	59,0	58,6	58,2	57,8	57,4	57,0	56,6	56,2	55,8	55,4	55,0	54,5	54,2	53,8	53,4	53,0									
60	62,0	61,6	61,2	60,8	60,4	60,0	59,6	59,2	58,8	58,4	58,0	57,6	57,2	56,8	56,4	56,0	55,6	55,2	54,8	54,4	54,0									
61	63,0	62,6	62,2	61,8	61,4	61,0	60,6	60,2	59,8	59,4	59,0	58,6	58,2	57,8	57,4	57,0	56,6	56,2	55,8	55,4	55,0									
62	64,0	63,6	63,2	62,8	62,4	62,0	61,6	61,2	60,8	60,4	60,0	59,6	59,2	58,8	58,4	58,0	57,6	57,2	56,8	56,4	56,0									
63	65,0	64,6	64,2	63,8	63,4	63,0	62,6	62,2	61,8	61,4	61,0	60,7	60,3	59,8	59,4	59,0	58,6	58,3	57,8	57,4	57,1									
64	66,0	65,6	65,2	64,8	64,4	64,0	63,6	63,2	62,8	62,4	62,0	61,7	61,3	60,9	60,5	60,1	59,6	59,3	58,8	58,5	58,1									
65	67,0	66,6	66,2	65,8	65,4	65,0	64,6	64,2	63,8	63,4	63,0	62,7	62,3	61,9	61,5	61,1	60,7	60,3	59,9	59,6	59,1									
66	67,9	67,6	67,2	66,8	66,4	66,0	65,6	65,2	64,8	64,5	64,0	63,7	63,3	62,9	62,5	62,1	61,7	61,3	60,9	60,5	60,1									
67	68,9	68,6	68,2	67,8	67,4	67,0	66,6	66,2	65,8	65,5	65,1	64,7	64,3	63,9	63,5	63,1	62,7	62,3	61,9	61,5	61,1									
68	69,9	69,6	69,2	68,8	68,4	68,0	67,6	67,2	66,8	66,5	66,1	65,7	65,3	64,9	64,5	64,1	63,7	63,3	62,9	62,5	62,1									

Tabla Anexo N° 3.3
 Tabla de corrección de temperatura para grados Gay-Lussac etanol - agua
 de 69 a 100 °GL

°GL	Temperatura (°C)																													
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30									
69	70,9	70,6	70,2	69,8	69,4	69,0	68,6	68,2	67,8	67,5	67,1	66,7	66,3	65,9	65,5	65,1	64,7	64,3	63,9	63,5	63,1									
70	71,9	71,6	71,2	70,8	70,4	70,0	69,6	69,2	68,8	68,5	68,1	67,7	67,3	66,9	66,5	66,1	65,7	65,3	64,9	64,5	64,1									
71	72,9	72,6	72,2	71,8	71,4	71,0	70,6	70,2	69,8	69,5	69,1	68,7	68,3	67,9	67,5	67,1	66,7	66,3	66,0	65,6	65,2									
72	73,9	73,5	73,1	72,8	72,4	72,0	71,6	71,2	70,8	70,5	70,1	69,7	69,3	68,9	68,5	68,1	67,7	67,3	67,0	66,6	66,2									
73	74,9	74,5	74,1	73,8	73,4	73,0	72,6	72,2	71,8	71,5	71,1	70,7	70,3	70,0	69,6	69,2	68,8	68,4	68,0	67,7	67,3									
74	75,9	75,5	75,1	74,8	74,4	74,0	73,6	73,2	72,8	72,5	72,1	71,7	71,3	71,0	70,6	70,2	69,8	69,4	69,1	68,7	68,3									
75	76,9	76,5	76,1	75,8	75,4	75,0	74,6	74,2	73,8	73,5	73,1	72,7	72,3	72,0	71,6	71,2	70,8	70,4	70,1	69,7	69,3									
76	77,9	77,5	77,1	76,8	76,4	76,0	75,6	75,2	74,8	74,5	74,1	73,7	73,3	73,0	72,6	72,2	71,8	71,4	71,1	70,7	70,3									
77	78,9	78,5	78,1	77,8	77,4	77,0	76,6	76,2	75,8	75,5	75,1	74,7	74,3	74,0	73,6	73,2	72,8	72,4	72,1	71,7	71,3									
78	79,9	79,5	79,1	78,8	78,4	78,0	77,6	77,2	76,8	76,5	76,1	75,8	75,4	75,0	74,6	74,2	73,8	73,4	73,1	72,7	72,3									
79	80,9	80,5	80,1	79,8	79,4	79,0	78,6	78,2	77,8	77,5	77,1	76,8	76,4	76,0	75,6	75,2	74,8	74,4	74,1	73,7	73,3									
80	81,9	81,5	81,1	80,8	80,4	80,0	79,6	79,2	78,8	78,5	78,1	77,8	77,4	77,0	76,6	76,2	75,8	75,5	75,1	74,7	74,3									
81	82,9	82,5	82,1	81,8	81,4	81,0	80,6	80,2	79,8	79,5	79,1	78,7	78,4	78,0	77,6	77,2	76,8	76,5	76,1	75,7	75,3									
82	83,9	83,4	83,1	82,8	82,4	82,0	81,6	81,2	80,8	80,5	80,1	79,7	79,4	79,0	78,6	78,2	77,9	77,5	77,1	76,8	76,4									
83	84,9	84,4	84,1	83,8	83,4	83,0	82,6	82,2	81,8	81,6	81,2	80,8	80,4	80,1	79,7	79,3	78,9	78,5	78,2	77,8	77,4									
84	85,9	85,4	85,0	84,8	84,4	84,0	83,6	83,2	82,8	82,6	82,2	81,8	81,4	81,1	80,7	80,3	79,9	79,5	79,2	78,8	78,4									
85	86,9	86,4	86,0	85,7	85,4	85,0	84,6	84,2	83,8	83,6	83,2	82,8	82,4	82,1	81,7	81,3	80,9	80,5	80,2	79,8	79,4									
86	87,9	87,4	87,0	86,7	86,4	86,0	85,6	85,2	84,8	84,6	84,2	83,8	83,4	83,1	82,7	82,3	81,9	81,6	81,3	80,9	80,5									
87	88,9	88,4	88,0	87,7	87,4	87,0	86,6	86,2	85,8	85,6	85,2	84,8	84,4	84,1	83,7	83,4	82,9	82,6	82,3	81,9	81,5									
88	89,9	89,4	89,0	88,7	88,3	88,0	87,6	87,2	86,8	86,6	86,2	85,8	85,5	85,1	84,7	84,4	84,0	83,6	83,3	83,0	82,6									
89	90,9	90,4	90,0	89,7	89,3	89,0	88,6	88,2	87,8	87,6	87,2	86,8	86,5	86,1	85,7	85,4	85,0	84,7	84,3	84,0	83,6									
90	91,9	91,4	91,0	90,7	90,3	90,0	89,6	89,2	88,8	88,6	88,2	87,9	87,6	87,2	86,8	86,5	86,1	85,7	85,4	85,0	84,7									
91	92,9	92,4	92,0	91,7	91,3	91,0	90,7	90,3	89,9	89,6	89,2	88,9	88,6	88,3	87,9	87,5	87,2	86,8	86,5	86,1	85,8									
92	93,9	93,3	93,0	92,7	92,3	92,0	91,7	91,3	91,0	90,7	90,3	90,0	89,6	89,3	88,9	88,6	88,2	87,9	87,5	87,2	86,9									
93	94,9	94,3	94,0	93,7	93,3	93,0	92,7	92,4	92,0	91,7	91,3	91,0	90,7	90,4	90,0	89,7	89,3	89,0	88,6	88,2	87,9									
94	95,9	95,3	95,0	94,6	94,3	94,0	93,7	93,4	93,0	92,7	92,4	92,0	91,8	91,4	91,1	90,7	90,4	90,0	89,7	89,3	89,0									
95	96,9	96,2	95,9	95,6	95,3	95,0	94,7	94,4	94,0	93,7	93,4	93,1	92,8	92,4	92,1	91,8	91,5	91,1	90,8	90,4	90,1									
96	97,9	97,2	96,9	96,6	96,3	96,0	95,7	95,4	95,1	94,8	94,5	94,1	93,9	93,5	93,2	92,9	92,5	92,2	91,9	91,6	91,2									
97	98,9	98,2	97,9	97,6	97,3	97,0	96,7	96,4	96,1	95,8	95,5	95,2	94,9	94,6	94,3	93,9	93,6	93,3	93,0	92,7	92,4									
98	99,4	99,1	98,8	98,6	98,3	98,0	97,7	97,4	97,1	96,8	96,6	96,3	96,0	95,7	95,3	95,0	94,7	94,4	94,1	93,8	93,5									
99	100,4	100,1	99,8	99,5	99,3	99,0	98,7	98,5	98,2	97,9	97,6	97,3	97,0	96,7	96,4	96,1	95,8	95,5	95,2	94,9	94,6									
100	-	-	-	-	-	100	99,7	99,5	99,2	98,9	98,6	98,4	98,1	97,8	97,5	97,2	96,9	96,6	96,3	96,0	95,8									

ANEXO N°5: CALCULO DE LAS ETAPAS TEORICAS DE LA COLUMNA DE DESTILACIÓN CONTINUA UOP3CC

Se realiza el cálculo de las etapas teóricas de la columna para el caso # 16 donde se obtuvo la más alta concentración.

Se tiene la siguiente data:

Alimentación:

$$F = 0.0589053 \text{ Kmol/h}$$

$$z_F = 0.84$$

Destilado:

$$D = 0.0108052 \text{ Kmol/h}$$

$$x_D = 0.8625$$

Fondos:

$$B = 0.0481 \text{ Kmol/h}$$

$$= 0.8345955$$

Relación de reflujo = 6

Potencia suministrada al recalentador = 1 Kw

Se calcula el porcentaje de recuperación de la torre:

$$\% \text{recuperación de etanol} = \frac{x_D \cdot D}{z_F \cdot F} \times 100\% = 18,83 \%$$

Como se trata de un proceso continuo donde los flujos molares son constantes se aplica el método de Mc Cabe – Thiele para los cálculos correspondiente.

Para calcular el número de etapas de equilibrio, se requiere disponer de los datos de equilibrio para el sistema etanol-agua a la presión atmosférica. Estos datos permiten construir el diagrama de distribución (x-y). (Véase la tabla anexo N° 5.1, en la página 157)

Tabla Anexo N° 5.1
Diagrama de distribución etanol-agua

T (°C)	x	y
110	0	0
95.5	0.019	0.17
89	0.0721	0.17
86.7	0.0966	0.4375
85.3	0.1238	0.4704
84.1	0.1661	0.5089
82.7	0.2337	0.5445
82.3	0.2608	0.558
81.5	0.3273	0.5826
80.7	0.3965	0.6122
79.8	0.5079	0.6564
79.7	0.5198	0.6599
79.3	0.5732	0.6841
78.74	0.6763	0.7385
78.41	0.7472	0.7815
78.15	0.8943	0.8943

Se determina la línea de operación "q" en el diagrama de distribución:

$$y = \frac{q}{q-1} \cdot x - \frac{z_F}{q-1}$$

Cuando la alimentación ingresa como líquido subenfriado (T = 55 °C):

$$q = 1 + \frac{F}{D} = 1.1834$$

Entonces la línea de operación:

$$y = 6.4525x - 4.580$$

Zona de enriquecimiento:

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x - \frac{x_D}{R+1}$$

Reemplazando:

$$y = 0.8571x + 0.1232$$

Zona de empobrecimiento:

$$y = \frac{L}{V} \cdot x - \frac{B \cdot x_B}{V}$$

Reemplazando:

$$y = 1.5564x - 0.464617$$

Dando valores a "x" se obtienen valores de "y", coordenadas que permitirán representar las líneas calculadas.

Gráfico Anexo N° 5.1
Distribución etanol-agua para el cálculo de etapas teóricas

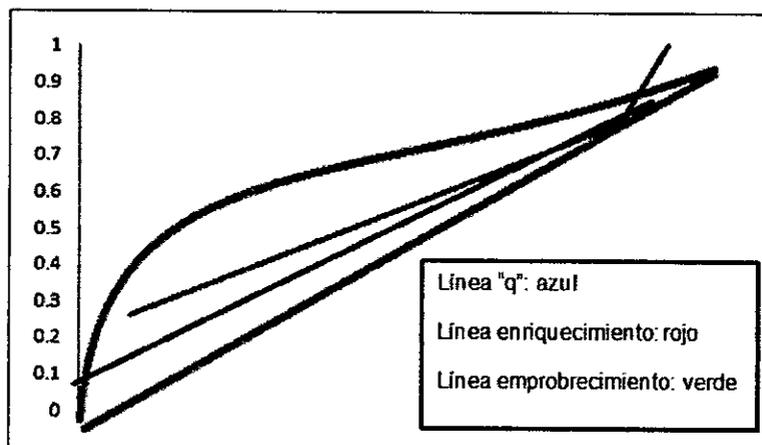
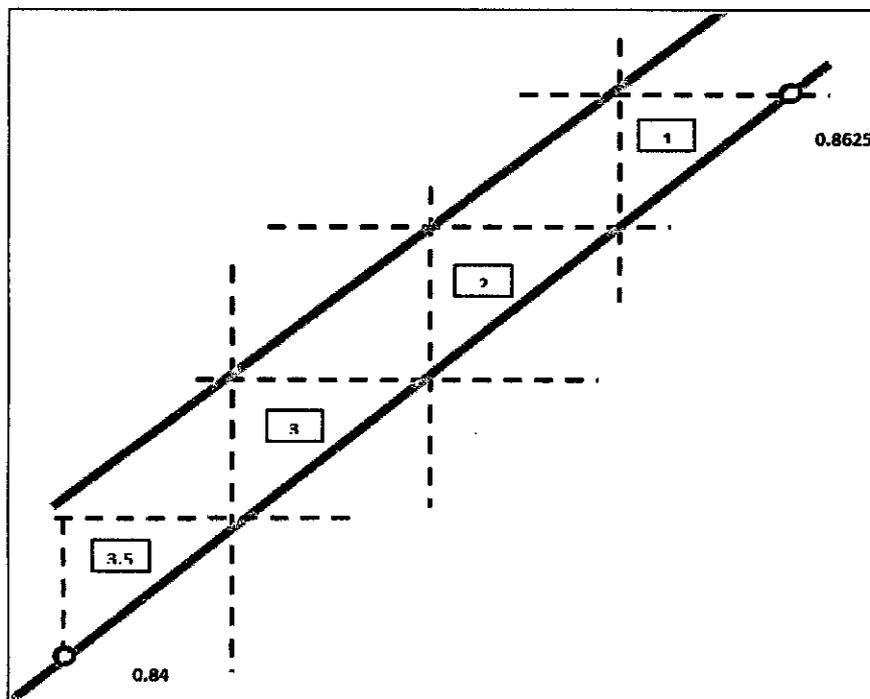


Gráfico Anexo N° 5.2
Trazado de etapas teóricas en diagrama de distribución etanol-agua



El número de escalones trazados corresponde al número de etapas de equilibrio requeridas para efectuar la separación especificada, incluyendo el recalentador y condensador. Por lo tanto el número de etapas de equilibrio es de 3.5 etapas.