

ESTUDIO EXPERIMENTAL PRELIMINAR DE LA DESHIDRATACIÓN DEL ETANOL CON CLORURO DE SODIO EN UN EQUIPO DE DESTILACIÓN DISCONTINUA CON COLUMNA EMPACADA DE ACERO INOXIDABLE

**M. Otiniano C.¹, P. Romero Y.², M. Guerrero A.³,
T. Linares F.³, G. Salas C.¹, J. Lombira E.¹, H. Helfer C.², J. Cárdenas R.²**

(Recibido: 17/05/2014 / Aceptado: 15/08/2014)

RESUMEN

Se presentan los resultados preliminares de los ensayos experimentales realizados para la obtención del etanol anhidro utilizando destilación discontinua extractiva con una sal disuelta como el cloruro de sodio. Para los ensayos se utilizaron una planta piloto de destilación discontinua de acero inoxidable que cuenta con un sistema de adquisición de datos. Los resultados muestran que no se alcanza la composición del azeótropo que es de 95,6 % en peso de etanol.

Palabras Claves: Destilación Discontinua, Alcohol anhidro, Destilación extractiva.

PRELIMINARY EXPERIMENTAL STUDY OF ETHANOL DEHYDRATION WITH SODIUM CHLORIDE IN A BATCH DISTILLATION EQUIPMENT WITH A PACKED COLUMN OF STAINLESS STEEL

ABSTRACT

Preliminary results of experimental trials for obtaining anhydrous ethanol using batch extractive distillation as a dissolved sodium chloride salt are presented. For pilot testing of stainless steel batch distillation plant which has a data acquisition system is used. The results show that the azeotrope composition is 95,6% by weight of ethanol is not reached.

Keywords: Batch distillation, Anhydrous ethanol, Extractive distillation.

1 motinianoc@unmsm.edu.pe. Departamento de Operaciones Unitaria, FQIQ, UNMSM.

2 Departamento de Análisis y Diseño de Procesos. FQIQ, UNMSM

3 Departamento de Química Orgánica, FQIQ, UNMSM

I. INTRODUCCIÓN

El etanol anhidro es uno de los biocombustibles más producidos hoy en día y es considerado una excelente alternativa de un combustible limpio a la gasolina. Los biocombustibles es un término que se utiliza para describir biomasa como materia prima procesada en una forma conveniente para ser utilizada como combustible. El uso del etanol anhidro en vez de los combustibles fósiles reduce las emisiones netas de dióxido de carbono, lo cual está asociado al cambio climático. Es producido de fuentes renovables que reciclan el dióxido de carbono generado cuando el etanol es consumido. Este biocombustible se quema en motores de vehículos y por lo tanto reducen las emisiones de productos no deseados, particularmente hidrocarburos no quemados y monóxido de carbono. También ayudan a la seguridad energética de los países que los usan, ya que se producen de fuentes locales y regionales de biomasa, además que reducen las importaciones de petróleo.

Según la Norma Técnica Peruana^[1], el etanol anhidro se le define como el alcohol etílico, de fórmula química C_2H_5OH , que presenta impurezas inherentes a su producción (incluye como máximo 0,5% volumen de humedad). Dichas impurezas está compuesto por trazas de metanol y aceite fusel (por ejemplo, alcoholes amílicos e isoamílico).

El etanol anhidro también conocido como etanol absoluto es un líquido claro, incoloro y homogéneo libre de materia suspendida, olor agradable y fuertemente penetrante, de sabor caústico y ardiente, además es miscible en agua a toda proporción, inflamable y volátil. Consiste de al menos 99,5% de etanol en volumen a 15,6 °C. El máximo contenido de agua a 15,6 °C, determinado por el método de Karl-Fisher debe ser 0,5.

Desde el 2010 en el Perú existe un mandato legal de utilizar el etanol anhidro desnaturalizado en las gasolinas en un porcentaje de 7,8 % de alcohol y 92,2 % de gasolina, lo cual ha llevado a que se instalen plantas para

producirlo en nuestro País y abastecer el mercado interno. Se calcula que en el 2009 se ha llegado a producir cerca de 52 millones de litros y se espera que en los próximos años aumente la demanda por este producto en la medida que el País siga creciendo. En el Perú a partir del 2012 existen tres plantas de producción de etanol anhidro a partir de caña de azúcar: la empresa Sucoalcolera del Chira que tiene una capacidad de producción de 14,6 m³/h, Maple Etanol que tiene una capacidad de producción de 16.7 m³/h y Caña Brava en Piura.

El etanol anhidro es utilizado como reactivo químico, solvente orgánico, y materia prima para muchos productos e intermediarios para fabricar drogas, plásticos, lacas, plastificantes y cosméticos. Actualmente es considerado como una excelente alternativa a la gasolina ya que tiene un alto octanaje, lo cual lo hace un excelente componente en la mezcla con la gasolina. El etanol es rápidamente biodegradable en superficie de agua y suelos.

El etanol anhidro se puede producir comercialmente por hidratación catalítica del etileno o fermentación de la biomasa. Desde que las soluciones de etanol y agua forman un azeótropo, donde las composiciones del vapor y líquido son iguales, de composición 89,4 % mol de etanol y 10,6 % mol de agua a 78,2 °C a presión atmosférica, las soluciones de agua y etanol se pueden destilar hasta lograr el 89,4 % mol de etanol. El objetivo es eliminar el agua presente para lo cual se ha propuesto diversas alternativas^[5]:

- 1) Proceso de deshidratación química.
- 2) Deshidratación por destilación al vacío.
- 3) Destilación azeotrópica.
- 4) Destilación extractiva.
- 5) Proceso de membranas.
- 6) Procesos de adsorción.
- 7) Proceso de destilación difusional.
- 8) Otros procesos.

La destilación extractiva es una técnica utilizada para separar mezclas binarias azeotrópicas, en la que se adiciona un agente de separación o solvente, y que no presenta formación de azeotrópos con ninguno de los componentes de la mezcla a separar.

La destilación extractiva a la cual se le añade una sal disuelta en el líquido mejora considerablemente la volatilidad relativa del componente más volátil de la mezcla a ser separada, lo cual es llamado el "efecto salino". Entre las ventajas del uso de sales en la destilación extractiva se tiene:

- 1) Las sales no son volátiles.
- 2) Se produce un destilado completamente libre de sales.
- 3) Altos ahorros de energía.
- 4) Baja toxicidad de ciertas sales comparadas con líquidos utilizados en la destilación extractiva.
- 5) Son económicas y fácilmente recuperables.

Entre las sales que han sido sugeridas para la destilación extractiva del sistema agua-etanol se tiene el cloruro de calcio, cloruro de cobre, cloruro de níquel, yoduro de potasio, acetato de potasio y otras. El uso de sales para la producción industrial de etanol anhidro a partir de soluciones diluidas fueron implementadas en el proceso HIAG que utiliza una mezcla 70/30 de acetato de potasio y calcio, que produce un etanol de 99,8% en peso con bajos costes operativos y de capital.

El uso del cloruro de sodio ha sido mencionado como alternativa en varios trabajos. Pero existen muy pocos trabajos experimentales realizados con el cloruro de sodio en una columna de destilación discontinua. Gomar^[8] realizó un trabajo utilizando una columna de destilación empacada de 2" con anillos Raschig de 1/2" de plástico, comparando las sales NaCl y CaCl₂, encontrando mejores resultados con el CaCl₂ pero no logrando el 99% en peso de etanol. Soares^[9] comparó el efecto de diferentes sales, entre ellas el cloruro de sodio, utilizando una columna de destilación

discontinua empacada de 37 cm de altura y 5,9 cm de diámetro interno pero operando a reflujo total, encontrando que los mejores resultados se logran con los acetatos de potasio y calcio, pero no logrando en ningún caso igualar la composición del azeótropo.

II. PARTE EXPERIMENTAL

Se utilizaron soluciones acuosas de etanol para los ensayos correspondientes. Se utilizó el cloruro de sodio para realizar los ensayos para la destilación discontinua extractiva.

Para analizar las muestras acuosas de etanol y obtener el % en peso de etanol se ha de utilizar un picnómetro y las tablas del Handbook Equistar de Alcohol Etílico^[10]. En otros casos se ha utilizado un alcoholímetro para medir los grados alcohólicos de las mezclas.

Se utilizó un equipo de destilación discontinua empacada de acero inoxidable propuesta para este trabajo. Dicha columna tiene como características principales:

- El rehervidor está hecho de acero inoxidable y tiene una capacidad de 30 litros. Cuenta con una resistencia de 2000 W colocada en su interior para el calentamiento de las mezclas.
- La columna empacada tiene una altura de un metro y treinta centímetros y un diámetro interno de quince centímetros. Dentro de la columna se rellena todo con anillos Raschig también de acero inoxidable.
- Se cuenta también con un condensador total hecho de acero inoxidable que permite condensar el vapor que pase por la columna empacada. Este condensador está ubicado encima de la columna y tiene conexiones para que entre agua de enfriamiento para que se cumpla su objetivo de condensar el vapor.
- Encima de la columna está el sistema de reflujo que está conectado con válvulas que permite el paso del líquido condensado ya sea hacia la misma columna o sale como destilado.

- Toda la columna incluyendo el rehervidor, la misma columna y el condensador mide en total cerca de dos metros y cuarenta centímetros.
- Toda la columna está hecha de acero inoxidable lo que impide que reaccione con la mezcla o tenga algún tipo de intervención en la destilación. Todo el equipo está contenido en un módulo de acero con ruedas lo que permite ser movilizado a otros lugares.
- Se tiene instalados los cuatro sensores de temperatura marca Heraeus con rango de temperatura de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, tipo PT 100 clase B, como se muestra en la foto anterior. Se ha instalado un sensor en el rehervidor, dos sensores en la columna empacada y otro sensor en la parte del reflujo de la columna.
- El sistema de control instalado en la planta consta de 1 tablero de control y de 1 computadora con software SCADA.
- El tablero se encuentra montado sobre la estructura mecánica de la máquina de Destilación de Líquidos, lo que facilita su identificación y reconocimiento para el personal de producción y mantenimiento de planta.
- El tablero contiene un PLC S7-224XP y un módulo de entradas analógicas EM-231 como parte del equipo electrónico para controlar.
- La computadora tiene instalado el Factory Talk View SE® como SCADA, por lo cual se han confeccionado pantallas en este programa que ayudarán a supervisar, controlar y generar tendencias de las variables del proceso.
- El tablero de control tiene 2 zonas bien definidas en lo que respecta a su operación, la primera es la zona externa y que permite operar al sistema mediante las botoneras y pilotos del tablero: ARRANQUE (pulsador de color verde para iniciar la

activación de la resistencia de calefacción del tanque y que corresponde al piloto de color verde), PARADA (pulsador de color rojo para detener la activación de la resistencia de calefacción del tanque y que corresponde al piloto de color rojo) y PARADA DE EMERGENCIA (interruptor de color rojo con forma de hongo para detener y bloquear la activación de la resistencia de calefacción del tanque hasta este interruptor y las condiciones peligrosas que condicionaron su activación se normalice)

- Se ha hecho la programación del PLC, la programación SCADA, así como el tendido de cables y el conexionado de la instrumentos y la instalación del tablero y la conexión con la computadora lo que permite adquirir los datos de la temperatura de los sensores se puedan visualizar en la pantalla de la computadora y se pueda hacer un seguimiento en tiempo real a intervalos de tiempo que se desean como se puede notar en la foto de abajo. Tales datos se pueden guardar en archivos para posterior estudio.
- El equipo de destilación puede ser manejado desde la computadora ya sea a través del SCADA como a través del EXCEL como se puede notar en la foto de abajo. Asimismo se puede ver los datos de temperatura de la corrida experimental realizada, que pueden ser guardados en dicho formato.



Figura 1. Foto pantalla del SCADA en la computadora.

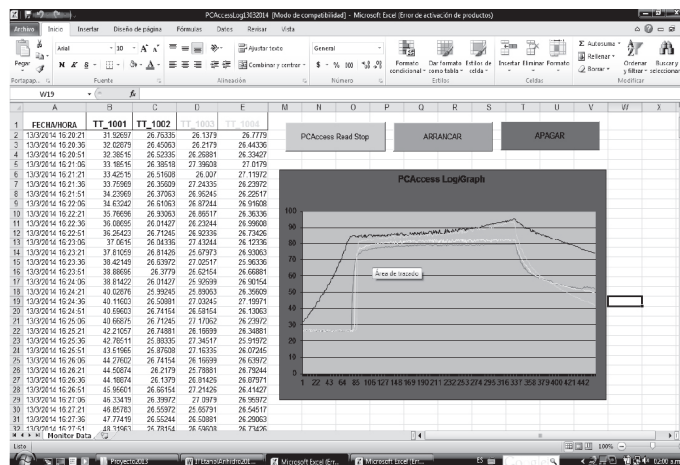


Figura 2. Foto pantalla del programa de adquisición de datos en EXCEL

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En todos los ensayos experimentales se empezó trabajando a reflujo total hasta alcanzar la estabilización de la columna, a partir del cual se abrió la válvula para comenzar a recibir los destilados, como se puede notar en la ilustración 3, como un ejemplo de las corridas realizadas.

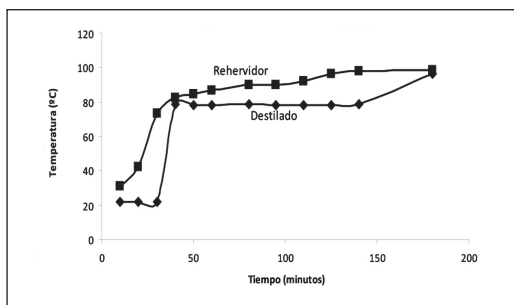


Figura 3. Temperatura vs Tiempo

Los ensayos experimentales se hicieron a diversas concentraciones iniciales de etanol, a una relación de reflujo de 1. El agua de enfriamiento se fijó a 0,0875 litros por segundo. La velocidad de destilado en promedio fue de 50 mL por minuto.

Se presenta a continuación los resultados experimentales convertidos de gravedades específicas a porcentajes de peso en etanol en las gráficas siguientes.

En la primera corrida experimental se hicieron sin la presencia del cloruro de sodio para obtener la máxima concentración de etanol como se puede ver en la figura 4.

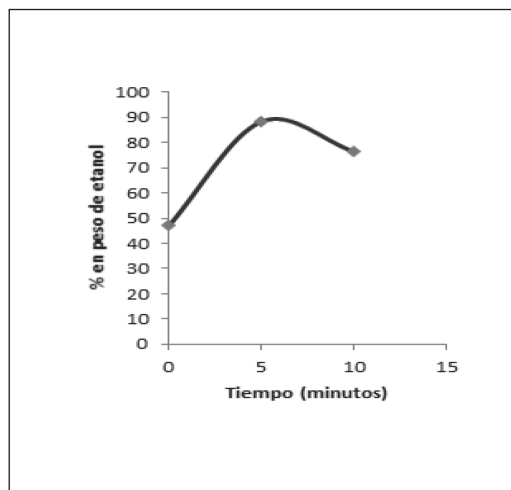


Figura 4. Corrida experimental sin la presencia de NaCl.

Para una mezcla inicial de cinco litros de una mezcla de agua y etanol con un porcentaje de peso de 47,24 % en peso de etanol, lo cual se cargó al rehervidor de la columna con un 10 % en peso de NaCl respecto a la mezcla de agua y etanol. Finalmente se obtuvieron 2100 mL de agua y etanol con una concentración en promedio de 80,66 % en peso de etanol. Lo que se muestra en la figura 5.

Se hizo una segunda corrida con la columna empacada esta vez con cinco litros de una mezcla de agua y etanol con 62,44 % en peso de etanol y con el 10% en peso de NaCl lográndose los siguientes resultados:

Finalmente se hizo una corrida donde se cargaron cuatro litros de una mezcla de agua

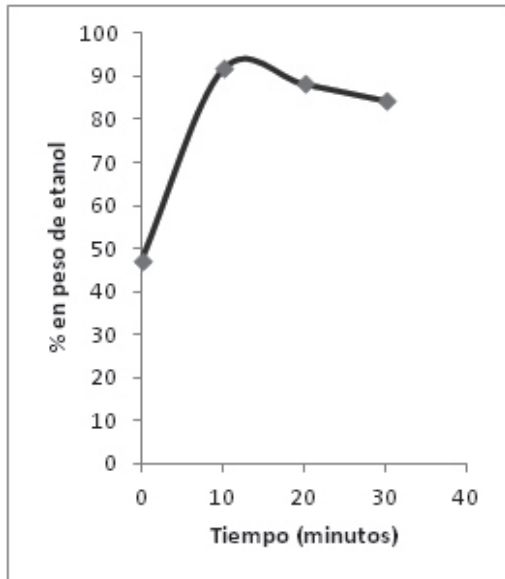


Figura 5. Corrida experimental con 47,24 % en peso de etanol y 10 % en peso de NaCl.

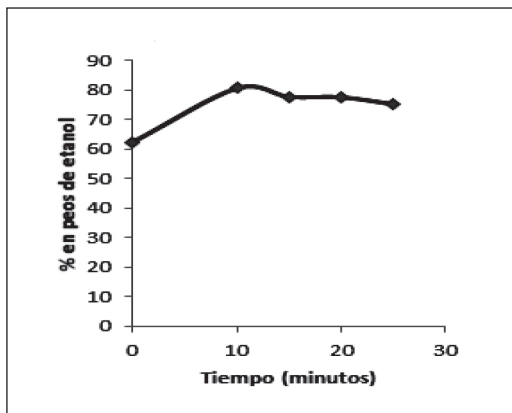


Figura 6. Corrida experimental con 62,44 % en peso de etanol y 10% en peso de NaCl

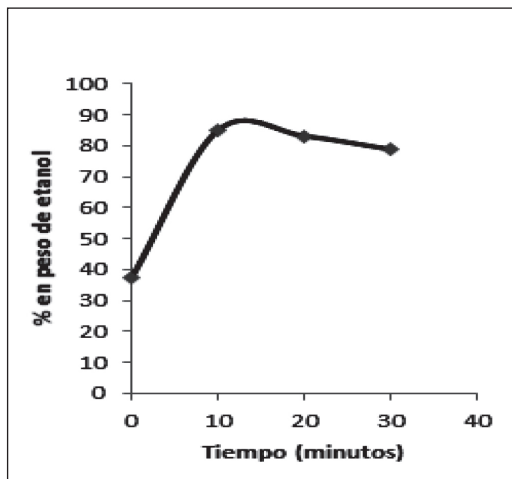


Figura 7. Corrida experimental con 37,45% en peso de etanol y 10% en peso de NaCl

y etanol con 37,45 % en peso de etanol y 10 % en peso de NaCl con los siguientes resultados.

Tabla 1. Resultados experimentales logrados

% en peso de etanol inicial	% en peso de NaCl	Máximo % en peso de etanol en el destilado
47,00	0	88,31
47,24	10	91,72
62,44	10	82,06
37,45	10	85,05

Los resultados muestran que no se alcanza la composición del azeótropo del 95,6 % en peso. Pero si se alcanza un cierto enriquecimiento con la primera corrida experimental pero no así en las otras dos corridas realizadas, por lo que se seguirá haciendo otras corridas para

Si se hace una comparación con resultados obtenidos en la literatura^[8] donde también se utiliza una planta piloto de destilación discontinua de 30 litros y con una torre empacada de anillos Raschig de plástico de 1/2 " , la altura del empaque es de 1 metros y el diámetro de 2 " , con una solución inicial de 50 % en peso de etanol y 10% en peso de NaCl se logra un máximo de 88,90 % en peso de etanol pero no especifica la relación de destilado que fue utilizada. Dicho valor es menor que el obtenido en la corrida N° 1.

IV. CONCLUSIONES

Se ha implementado un sistema de adquisición de datos de temperatura de la columna de destilación discontinua con columna empacada programado por PLC y conectado a una computadora.

Se ha hecho ensayos con el NaCl en la planta piloto de destilación discontinua con columna empacada no lográndose superar la composición del azeótropo del 96,5 % en peso.

V. REFERENCIAS

- [1] INDECOPI. Petróleo y Derivados. Alcohol Carburante: Etanol anhidro desnaturalizado para mezcla con

- gasolina uso motor. Especificaciones. Norma Técnica Peruana NTP 321.126, Lima; 2011.
- [2] Kumar S, Singh N, Prasad R. "Anhydrous ethanol: A renewable source of energy". *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2010; 14:1830-1844.
- [3] Ravagnani M, Reis MHM, R. Maciel Filho R, Wolf-Maciel MR. "Anhydrous ethanol production by extractive distillation: a solvent case study". *Process Safety and Environmental Protection*. 2010; 88: 67-73.
- [4] Pacheco-Basulto J, Hernández D, Barroso F, Hernández S, Segovia JG, Castro AJ, Bonilla A. "Purification of bioethanol using extractive batch distillation: Simulation and experimental studies". *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*. 2012; 61: 30-35.
- [5] Coelho TC, Souza O, Sellin N, Medeiros SHW, Marangoni C. "Analysis of the reflux ratio on the batch distillation of bioethanol obtained from lignocelulosic residue". *Procedia Engineering*. 2012; 42: 131-139.
- [6] Figueroa JJ, HossLunelli B, MacielFilho R, Wolf-Maciel MR. "Improvements on anhydrous ethanol production by extractive distillation using ionic liquid as solvent". *Procedia Engineering*. 2012; 42: 1016-1026.
- [7] Navarrete-Contreras S, Sánchez-Ibarra M, Barroso-Muñoz FO, Hernández S, Castro-Montoya AJ. "Use of glycerol as entrainer in the dehydration of bioethanol using extractive batch distillation: Simulation and experimental studies" *Chemical Engineering and Processing*. 2014;77: 38-41.
- [8] Gomar LE. "Estudio experimental en la obtención de etanol anhidro utilizando sales iónicas", Tesis para la obtención del Grado de Maestra en Ciencias en Ingeniería Química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo ; 2009.
- [9] Soares RB, Pessoa FLP, Mendes MF. "Dehydration of ethanol with different salts in a packed distillation column", *Process Safety and Environmental Protection*, in press. 2014.
- [10] Equistar. "Ethyl Alcohol Handbook", Sixth Edition.

