



## TÍTULO DE PATENTE No. 414497

**Titular(es):** UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO

**Domicilio:** Lacuráin de Retana 5, Col. Centro, 36000, Guanajuato, MÉXICO

**Denominación:** PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE BUTANOL, ACETONA Y ETANOL POR COLUMNAS DE DESTILACIÓN NO CONVENCIONALES DE PARED DIVIDIDA, ASISTIDAS POR EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO.

**Clasificación:** **CIP:** C07C29/76; B01D15/00; C07C29/74; C10L1/14; C12F3/00  
**CPC:** C07C29/76; B01D15/00; C07C29/74; C10L1/14; C12F3/00

**Inventor(es):** EDUARDO SÁNCHEZ RAMÍREZ; JUAN GABRIEL SEGOVIA HERNÁNDEZ; CÉSAR RAMÍREZ MÁRQUEZ; JUAN JOSÉ QUIROZ RAMÍREZ

### SOLICITUD

**Número:**  
MX/a/2018/011311

**Fecha de Presentación:**  
18 de septiembre de 2018

**Hora:**  
10:08

**Vigencia:** Veinte años

**Fecha de Vencimiento:** 18 de septiembre de 2038

**Fecha de Expedición:** 14 de junio de 2024

La patente de referencia se otorga con fundamento en los artículos 1º, 2º fracción V, 6º fracción III, y 59 de la Ley de la Propiedad Industrial.

De conformidad con el artículo 23 de la Ley de la Propiedad Industrial, la presente patente tiene una vigencia de veinte años improrrogables, contada a partir de la fecha de presentación de la solicitud y estará sujeta al pago de la tarifa para mantener vigentes los derechos.

Quien suscribe el presente título lo hace con fundamento en lo dispuesto por los artículos 5º fracción I, 9, 10 y 119 de la Ley Federal de Protección a la Propiedad Industrial; artículos 1º, 3º fracción V, inciso a), 4º y 12º fracciones I y III del Reglamento del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial; artículos 1º, 3º, 4º, 5º fracción V, inciso a), 16 fracciones I y III y 30 del Estatuto Orgánico del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial; 1º, 3º y 5º fracción I Acuerdo Delegatorio de Facultades del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial.

El presente documento electrónico ha sido firmado mediante el uso de la firma electrónica avanzada por el servidor público competente, amparada por un certificado digital vigente a la fecha de su elaboración, y es válido de conformidad con lo dispuesto en los artículos 7 y 9 fracción I de la Ley de Firma Electrónica Avanzada y artículo 12 de su Reglamento. Su integridad y autoría, se podrá comprobar en [www.gob.mx/impi](http://www.gob.mx/impi).

Asimismo, se emitió conforme lo previsto por los artículos 1º fracción III; 2º fracción VI; 37, 38 y 39 del Acuerdo por el que se establecen lineamientos en materia de Servicios Electrónicos del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial.

## SUBDIRECTORA DIVISIONAL DE EXAMEN DE FONDO DE PATENTES ÁREAS BIOTECNOLÓGICA, FARMACÉUTICA Y QUÍMICA

### EMELIA HERNÁNDEZ PRIEGO



Cadena Original:

EMELIA HERNANDEZ PRIEGO|00001000000506482277|SERVICIO DE ADMINISTRACION TRIBUTARIA|56||MX/2024/59226|MX/a/2018/011311|Título de patente normal|1980|SRHIPág(s) 1|cmDgtoP6pUk7e5IK5CDBAmSFHWA=

Sello Digital:

KseixUWA3qKJzzWEvvsSqxQ8OnDs34sJ5JsytLWUA3lgLLNm8jDv2FKvITFyWgPK8C810sJh4o9BXI+kMVAcSgA39qwF3qB8qOUaWDyt4FuoZbCprAoLQjPgWrOFbBOKPsFun77yL5rTTT9ONOn3RW8aqjeDuywWVCPAlFmHWMCP4IPBCofNIg6+1XMesewKjgmjud+82cqXVGckHhVvW565L3sj31inyzOde5mMsl2mNB25QnWT4XOamKA+Y55TW/Z9atC0dxrL7Yj88TNgPON34bjKRdhWecFIPqdeCH/rGcaf9ifUpfLtkah9do2OxSeJIZQarlaQRz1zYgul1ig==



MX/2024/59226

**Proceso para la purificación de Butanol, Acetona y Etanol por columnas de destilación no convencionales de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido.**

5

OBJETO DE LA INVENCION

El objetivo de la invención es la purificación de acetona, butanol y etanol, en un proceso global que consta de 3 etapas. Todos provenientes de un proceso de fermentación y los tres productos de alta pureza. Es necesario recalcar que la invención consigue la obtención de tres productos de interés, a través de columnas de destilación no convencionales de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido.

10

ANTECEDENTES

El alto consumo de fuentes de energía no renovables, así como las consecuencias ambientales del uso de dichas fuentes han generado un fuerte interés en la producción de biocombustibles.

15

Hoy por hoy hay investigaciones en camino para producir otras alternativas a los combustibles tradicionales, a partir de materias primas renovables. Como resultado de esos trabajos de investigación, en los Estados Unidos se han tenido distintas iniciativas que tienen como objetivo reemplazar el gran porcentaje del combustible del sector transporte por biocombustibles los próximos años.

20

Una de esas alternativas es el butanol, ya que puede ser producido de diferentes fuentes de azúcares que se encuentran en la materia lignocelulósica, tanto hexosas como pentosas. Algunas características del butanol lo hacen mejor que la mayoría de los biocombustibles, por ejemplo: el contenido energético del butanol es mayor que la de otros biocombustibles; asimismo, el butanol presenta presión de vapor más pequeña, lo que facilita su manejo en la infraestructura actual para transportar gasolina; además de que no presenta afinidad al agua, es menos volátil, menos flamable y puede ser mezclado con gasolina en cualquier proporción.

25

De manera general, el butanol puede ser producido mediante el proceso ABE (acrónimo Acetona, Butanol y Etanol; productos en esta fermentación). Particularmente, la producción de butanol fue descubierta por Pasteur en 1861.

La producción de butanol por fermentación presenta problemas asociados al uso de técnicas con bajos requerimientos energéticos para la recuperación de butanol del caldo de fermentación. Por lo anterior se deben emplear técnicas novedosas y eficientes de ingeniería para remover los productos. A continuación se citan una serie de patentes referentes a métodos de purificación de biobutanol.

La solicitud de patente europea **WO 2014018837 A1**, proporciona métodos para eliminar uno o más componentes de una composición basada en butanol. Los métodos pueden, por ejemplo, comprender una etapa de neutralización. Los métodos pueden, por ejemplo, comprender una etapa de filtración y diversas etapas de destilación. La citada invención se refiere también a composiciones que comprenden butanol bioproducido que tiene niveles reducidos de ciertos componentes.

La patente de la oficina Española con número **ES 2 478 415 B2**, relata un método de recuperación de biobutanol de caldos de fermentación. Dicha invención se refiere a un proceso de separación y purificación de compuestos orgánicos de medios acuosos utilizando adsorbentes. De tal forma más concreta, se refiere a la recuperación y purificación de biobutanol del caldo de fermentación por medio de un proceso de adsorción-desorción, donde la desorción se realiza por etapas y se combina con condensación y decantación. Las bajas temperaturas y caudales empleados en la desorción de biobutanol permiten llevar a cabo el proceso de recuperación con un bajo consumo energético. Refiere una primera etapa de adsorción, y una segunda etapa donde se recupera mediante desorción con gas inerte.

La solicitud de patente **CN105237351A** se refiere a la invención de un método para la adsorción y separación de butanol con materiales de tamiz molecular de alto silicio, y pertenece al campo de aplicación de material funcional inorgánico. Muestra los tamices moleculares de alto silicio se sintetizan a partir de sílice pirógena y un agente molde mediante un método hidrotermal. Conforme lo explicado en la patente, el método se simula la concentración de un líquido de fermentación de biobutanol, utilizando tres tipos de tamices moleculares de alto silicio como adsorbentes, a los tamices se adopta un dispositivo de traducción dinámica. El método dice proporcionar ventajas de simplicidad, tiempo de separación corto, menos inversión de equipo, menos contaminación, bajo consumo de energía, producción a escala sencilla y buen efecto de separación adsorbente sobre butanol.

La solicitud de patente europea **WO2013077904 (A1)**, proporcionan información de un proceso y de un aparato para la eliminación de agua y otros contaminantes seleccionados de los caldos de fermentación de butanol que se pueden lograr por extracción continua con una solución de sal concentrada con un valor de pH regulado. Este proceso dice reducir en gran medida la energía de destilación y las pérdidas para la purificación final de butanol. Asimismo, este proceso permite la generación de biobutanol suficientemente puro (> 97%) para su uso en un proceso químico posterior.

La solicitud de patente **KR20140089832 (A)**, aporta un método de producción de biobutanol, que incluye los pasos de: producir biobutanol fermentando biomasa usando un primer microorganismo que tiene la capacidad de producir butanol; separar y refinar el butanol del producto fermentado con 60% o más de selectividad de butanol; recoger las aguas residuales producidas en el paso anterior de separación y refinación; preparar un medio de cultivo que incluya las aguas residuales; y cultivar un segundo microorganismo en el medio de cultivo. Leyendo con atención las patentes que se mostraron anteriormente, se podrán encontrar muy pocas similitudes al proceso que mostraremos en la descripción detallada para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación no convencionales de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido, es indiscutible que nuestro proceso muestra una serie de ventajas tecnológicas que diferencian a las patentes aludidas; por mencionar el más importante es el diseño de un proceso cuyos equipos de extracción líquido-líquido y equipos de destilación no convencional, nos llevan a la purificación de un producto de interés industrial y comercial como lo es el butanol, e igualmente a la purificación de otros dos productos de gran utilidad como lo son la acetona, etanol y agua; a un bajo costo, asegurando una operación industrial adecuada y aún mejor siendo un proceso en conjunto amigable con el medio ambiente. En la búsqueda del estado del arte también es evidente que encontramos publicaciones en el ámbito científico, es por ello que nos gustaría enumerar una serie de publicaciones que se relacionan al tema, pero que estamos seguros no representan, ni se aproximan a la problemática que nosotros resolvemos.

Como antecedentes bibliográficos podemos citar los siguientes:

- Marlatt y Datta (1986), presentan un proceso mejorado para la producción de butanol a partir de maíz. El trabajo exhibe la evaluación económica del proceso y es

importante mostrar este trabajo puesto que muestra el proceso tradicional para purificación del butanol. En primera instancia, diseñaron el proceso de fermentación multietapa donde obtienen: butanol, acetona, etanol y agua. El caldo de fermentación se envía a una columna de destilación I después de ser precalentado, obteniendo de  
5 está una mezcla butanol, acetona, etanol y agua. En seguida el flujo de destilado se envía otra columna de destilación II donde básicamente se realiza una división entre los otros componentes y el butanol, que aún es acompañado de agua. El flujo procedente del domo rico en acetona y etanol, es llevado a una columna de destilación III, contigua que los separará para su uso final. Y finalmente los flujos de fondo de la  
10 columna de destilación II son enviados a un decantador para poder separar la mayor cantidad de agua, para posteriormente pasar a unas columnas IV y V, donde la fase acuosa del decantador fluye al agua y se obtiene butanol por los fondos.

- Merwe et al. (2013), muestran el desarrollo de tecnologías para la producción de biobutanol por fermentación, junto con técnicas de separación y purificación. Esta  
15 investigación compara tres posibles procesos diferentes diseños para la producción de biobutanol a partir de melaza de caña de azúcar. Las dos primeras rutas de proceso incorporan tecnologías industriales establecidas: la ruta 1 del proceso consiste en la fermentación discontinua y un conjunto de columnas de destilación, mientras que en la ruta de proceso 2, algunas de las columnas de destilación fueron reemplazadas por  
20 columnas de extracción líquido-líquido. La ruta de proceso 3 incorporó la fermentación por lotes alimentados y la extracción de gas con CO<sub>2</sub>, algo que no se ha demostrado tecnología a escala industrial.
- Kraemer et al. (2011), muestran inicialmente la eliminación in situ, es decir, dentro del fermentador, en una fase de disolvente orgánico. Mientras que los solutos  
25 inhibidores se eliminan directamente en la fase de disolvente en esta configuración. Posteriormente muestra la separación por extracción y destilación. El fuerte del trabajo presentado es hacer una evaluación de procesos alternativos híbridos con un nuevo solvente en columnas extracción y el uso de destilación por un conjunto de columnas convencionales.

- 5
- 10
- 15
- 20
- 25
- Patrascu et al. (2017), muestran la recuperación de butanol por diversos procesos unitarios, por ejemplo: la extracción de gas, la extracción líquido-líquido, adsorción, y a base de membranas; lo que requiere alrededor de 5 a 7 unidades operativas en total, lo que lleva a un alto capital costo, y un uso intensivo de energía debido a la eliminación masiva de agua del caldo de fermentación. El problema es que todos estos diseños tienen algunos inconvenientes importantes que dificultan su implementación en la práctica. Además de mostrar estas alternativas, exponen una opción para resolver estos problemas, para lo cual proponen una nueva secuencia de destilación capaz de reducir los costos. En primera instancia, la columna que separa el etanol es parte del ciclo de reciclaje de separación de butanol-agua, para prevenir el etanol acumulación; la primera unidad de la secuencia es un decantador, para mejorar la eficiencia energética y prevenir separación de fases en las primeras columnas de destilación; inmediatamente dos columnas de destilación son reemplazadas por una columna de pared divisoria. En el trabajo también se usó la integración de calor para minimizar los requisitos de energía.
  - Errico et al. (2017) proponen la recuperación de butanol, etanol y acetona mediante la combinación de dos unidades de proceso, la extracción líquido-líquido y columnas de pared dividida. Dado el conocimiento sobre estos equipos, la propuesta de los autores tiene viabilidad para su aplicación industrial. Inicialmente la columna de extracción líquido-líquido permite, con ayuda de un extractante, la separación del agua mezclada con el butanol, etanol y acetona. Posteriormente, con ayuda de una columna de pared dividida, se purifica el butanol, etanol, acetona y extractante. La ventaja practica del uso combinado de la columna de extracción líquido-líquido y una columna de pared dividida es el ahorra que se tiene en la energía requerida para la separación de la mezcla.

## BIBLIOGRAFÍA

- Marlatt, J. A., & Datta, R. (1986). Acetone-Butanol Fermentation Process Development and Economic Evaluation. *Biotechnology Progress*, 2(1), 23-28.

- Van der Merwe, A. B., Cheng, H., Görgens, J. F., & Knoetze, J. H. (2013). Comparison of energy efficiency and economics of process designs for biobutanol production from sugarcane molasses. *Fuel*, 105, 451-458.
- Kraemer, K., Harwardt, A., Bronneberg, R., & Marquardt, W. (2011). Separation of butanol from acetone–butanol–ethanol fermentation by a hybrid extraction–distillation process. *Computers & Chemical Engineering*, 35(5), 949-963.
- Patraşcu, I., Bîldea, C. S., & Kiss, A. A. (2017). Eco-efficient butanol separation in the ABE fermentation process. *Separation and purification technology*, 177, 49-61.
- Errico, M., Sanchez-Ramirez, E., Quiroz-Ramírez, J. J., Rong, B. G., & Segovia-Hernandez, J. G. (2017). Multiobjective Optimal Acetone–Butanol–Ethanol Separation Systems Using Liquid–Liquid Extraction-Assisted Divided Wall Columns. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56(40), 11575-11583.

El problema técnico a resolver con la presente invención es en relación a las tecnologías actuales para la producción de biobutanol por fermentación han mejorado el proceso de producción, pero no en su purificación posterior a la fermentación. Dada la gran cantidad de agua que contiene el caldo proveniente de la fermentación, su separación y purificación se vuelve sumamente costosa. Esta nueva tecnología mejorada, es tentativamente viable con respecto a la ruta de producción petroquímica, ya que permite disminuir los costos de purificación. De esta forma, el objetivo de esta invención es el diseño de un proceso global de 3 etapas para la purificación del butanol obtenido por fermentación. Se pretende que el butanol pueda ser usado como biocombustible, debido a la alta pureza a la que se obtiene, a un bajo costo, con una operación industrial adecuada y amigable con el medio ambiente.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación no convencionales de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido.

De manera global, el proceso consta de 3 etapas, columna de extracción líquido-líquido, columna de pared dividida y rectificador lateral, que nombraremos de aquí en adelante como etapa A), B) y C), respectivamente.

Inicialmente la etapa A) está constituida por una columna de extracción líquido-líquido construida de acero inoxidable con un grosor de 1 1/2 pulgadas que será descrita a continuación. La etapa A) del proceso se alimenta, en la parte superior de la columna de extracción líquido-líquido, mediante un tubo que conduce una corriente líquida (1); dicho líquido es una mezcla con una proporción másica de sus componentes (agua, butanol, acetona y etanol) cercana a 0.5213 kg/kg, 0.3018 kg/kg, 0.1695 kg/kg y 0.0072 kg/kg respectivamente; finalmente el tubo que conduce la mezcla llega a la columna de extracción líquido-líquido para que la mezcla caiga a través de la columna (2). Utilizando este equipo, el caldo de fermentación está continuamente en contacto con ayuda de platos metálicos dentro del equipo, con un agente extractante; dicho extractante es inmiscible al agua y exhibir alta selectividad respecto a los compuestos a purificar, en este caso y por dichas propiedades mencionadas, se utiliza como agente extractante el n-hexil acetato. El agente extractante es alimentado por la parte inferior de la columna y sube a través de toda la columna. La correcta selección del agente extractante es el aspecto más importante en un proceso de purificación eficiente en el caso de la extracción líquido-líquido. Asimismo, el agente extractante elegido no es tóxico para los microorganismos derivados del caldo fermentativo. Adicionalmente, el extractante tiene algunas propiedades fisicoquímicas deseables, como alta tensión superficial con el agua para facilitar su separación, baja viscosidad, despreciable solubilidad con el agua, alta estabilidad térmica, fácil regeneración y alta diferencia de densidades. En la parte inferior de la columna (3) sale un tubo que conduce el flujo de agua que se separó de la mezcla. La mezcla butanol-acetona-etanol-n hexil acetato es recuperada en la parte superior de la columna de extracción y es conducida mediante un tubo a la etapa B) del proceso para ser purificada (4). En el fondo de la columna de extracción líquido-líquido se alimenta mediante un tubo, una corriente de solvente (n hexil acetato), la cual es una mezcla de extractante fresco y el recuperado en la columna no convencional de pared dividida de la etapa B) (5). La cantidad optima de n hexil acetato puro (9) tiene una relación de 9.45:1 respecto al flujo de alimentación, el cual como se mencionó es mezclado con el extractante recuperado, este mezclado se lleva a cabo en un mezclador que es alimentado por dos tubos, uno proveniente de la etapa B) y otro del exterior del proceso marcado como zona (6).

La etapa A), como ya se mencionó, es una columna de extracción líquido-líquido consta de 5 etapas de separación separadas por 0.6096 metros una etapa de otra, la presión interna en la parte superior de la columna de 1 atmósfera. El material usado para la elaboración de dicha columna es acero inoxidable con un grosor de 1 1/2 pulgadas. La alimentación a esta columna se realiza mediante una tubería que conecta la parte la salida superior de la columna de extracción líquido-líquido con la columna de pared dividida (4), la tubería conduce el flujo de la mezcla butanol-acetona-etanol-n hexil acetato hacia la columna de pared dividida de la etapa B) (7), las columnas de pared dividida pueden usarse en cualquier lugar donde deban separarse mezclas complejas en fracciones puras. El sistema es especialmente ventajoso para la producción de fracciones puras de ebullición media. La separación de una mezcla cuaternaria, tal es el caso de estudio de la invención mostrada, comúnmente constituye el uso de columnas convencionales en un circuito secuencial de dos columnas o una configuración de columnas principales con columnas laterales.

En la etapa B) se emplea una columna de pared divisoria, en donde básicamente se tiene en contenedor de tipo cilíndrico. El material con que se encuentra hecho el contenedor es de acero inoxidable debido a la acidez de la mezcla alimentada, el grosor recomendado para la elaboración de dicha columna es de 2 pulgadas. Internamente la columna consta de 71 etapas o platos, separadas 0.6096 metros una etapa de otra. En estos platos se lleva a cabo la operación de separación, para esta columna se eligieron platos tipo “Sieve” (25). El plato tipo “Sieve” va a proveer una mezcla íntima entre las corrientes de líquido y vapor, el líquido transita de un plato a otro por gravedad en sentido descendente, mientras que el vapor mana en sentido ascendente a través de los orificios de cada plato, burbujeando a través del líquido. La columna se puede dividir en dos secciones transversales, la primera división en la parte inferior consta de una placa intermedia (18) que atraviesa el cilindro de modo vertical, esta placa es del mismo material y grosor del que está construida la coraza de la columna. A los costados de dicha placa se tienen de cada lado 43 platos tipo “Sieve” y pasando la placa de pared dividida en la parte superior de la columna se tienen 28 etapas de rectificación, a lo que llamamos segunda parte.

De la zona inferior de la columna hay una salida de fluido y es posteriormente dividida en dos (23). Ambos flujos de fluido son conectados mediante tubería a dos rehervidores tipo

“Kettle”, uno del lado izquierdo (8) y uno del lado derecho de la columna (22), en cada rehervidor se genera vapor, el cual es conducido nuevamente mediante tubería hacia la columna de pared dividida (19) y (27). El tubo mostrado en (27) provee la alimentación al rehervidor (8) y también regresa mediante tubería el extractante purificado dentro de la columna no convencional de pared dividida (26), hacia el mezclador, el cual se mezclará el extractante purificado con el extractante fresco para entrar el proceso de extracción líquido-líquido. En el rehervidor de la parte inferior derecha de la columna (24), existe un tubo que permite la salida de flujo de butanol a una pureza de 0.999 fracción másica.

En la zona del domo de la columna, existe un tubo que permite la salida de vapor de acetona casi en su mayoría, acompañado de trazas de etanol (10), dicho flujo pasa a un condensador de tipo coraza y tubo (12), en donde otro tubo provee un flujo de agua que arrastra el calor del flujo de vapor y se transforme en líquido. El líquido (acetona) resultante del condensador se divide en dos corrientes, una que se devuelve a la columna en forma de reflujo (11) y otra corriente que se tiene como acetona pura al 0.995 fracción másica (13), el flujo del destilado es de 0.002143 kg/h.

La etapa C) del proceso es un equipo adicional llamado agotador (14), el cual auxilia en la purificación del componente de volatilidad intermedia. El material de elaboración de dicha columna agotadora es acero inoxidable, con un grosor de 2 pulgadas. La etapa C) es alimentado, en la parte superior del agotador, por líquido conducido por un tubo y proveniente de la etapa B) (15) En el mismo lugar donde se alimenta el líquido al agotador, un tubo conduce vapor proveniente del agotador y lo dirige hacia la etapa B (15). De manera similar a la columna de pared dividida el agotador requiere de un rehervidor (17) para generar el vapor necesario para su separación. En el tubo (16) el vapor generado se integra a la columna agotadora. En el fondo de la columna agotadora, un tubo (20) transporta la fase pesada de la mezcla en estado líquido. Por otro lado, un tubo igualmente en el fondo de la columna agotadora permite el flujo de salida del etanol (21) con una fracción másica de 0.957.

## EJEMPLOS

Actualmente el butanol se produce principalmente como un petroderivado por hidroformilación catalítica de propileno y la hidrogenación de los aldehídos formados, este proceso se conoce como oxosíntesis. La producción química del butanol está relacionada con la disponibilidad de propileno, por lo que la rentabilidad del butanol está profundamente relacionada con las fluctuaciones de los precios del crudo.

La recuperación del butanol de manera eficiente es esencial para la sustentabilidad económica de la producción. Habitualmente se requiere que la energía utilizada para la separación del butanol sea menor que el contenido energético del producto en sí. Hoy por hoy diferentes alternativas de separación han sido exploradas por diversos inventores. La adsorción de butanol sobre la superficie de un material adsorbente adecuado es considerada una de las técnicas de separación más eficientes desde el punto de vista. No obstante, ha sido probado sólo en escala de laboratorio y no parece adecuada para aplicaciones industriales.

La extracción líquido-líquido es la posibilidad que nos genera gran interés entre todas las otras posibilidades. En ella, se lleva a cabo la adición de un agente de extracción orgánico inmisible en agua al caldo de fermentación. A continuación, se retira la fase orgánica que contiene butanol y otros productos, y se envía a un proceso de recuperación del extractante y de productos. Con el fin de evitar el envenenamiento de microorganismos, la extracción se realiza generalmente en una columna. Cuando se considera la destilación, la presencia de azeótropos en la mezcla hace que la separación sea difícil y energéticamente demandante.

La combinación de extracción y destilación es considerada como una de las alternativas de separación más prometedoras para la purificación de la mezcla butanol, acetona, etanol y agua. Generalmente la columna de extracción se encuentra después del fermentador. La fase de refinado contiene agua y trazas de acetona, butanol y agua. La fase del extracto contiene al extractante, acetona, butanol y etanol. La selección del agente de extracción es de importancia significativa para la economía del proceso porque afecta directamente a la composición de la fase del extracto. Más allá, la extracción líquido-líquido puede eliminar la necesidad de la destilación azeotrópica haciendo el proceso más competitivo en comparación con los esquemas de destilación puros.

Para la separación de la mezcla, el diseño consta de una columna de extracción líquido-líquido de 5 etapas. La alimentación de la mezcla butanol, acetona, etanol y agua, se lleva a

cabo en el plato 1, y la alimentación del solvente n hexil acetato es en la etapa 5; la presión de 1 atm, Posteriormente, para la separación del butanol, el diseño consta de una columna no convencional de pared dividida de 71 platos, 43 etapas con pared dividida. La alimentación es a las condiciones mencionadas para la separación, con una presión 1.000276 atm. La columna no convencional de pared dividida tiene como condiciones de operación los valores mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de diseño para la configuración.

	Ext. Líq-Líqu.	Columna Pared Dividida	Agotador
Numero de etapas teóricas	5	71	7
Relación de reflujo	---	0.6447	4.1581
Etapas de alimentación	1	13/25	1
Etapas de alimentación del solvente	5	---	---
Etapas de salida lateral	---	---	1
Diámetro (m)	0.335	0.322	0.325
Presión de operación (atm)	1	1	1
Flujo de destilado (kg h-1)	---	7.716512	---
Flujo de corriente lateral (kg h-1)	---	---	0.1040/ 0.4203
Flujo de solvente (kg h-1)	712.1474	---	---
Flujo de solvente fresco (kg h-1)	709.0167	---	---
Carga de condensador (kW)	---	11.2333	---
Carga del rehedvidor (kW)	---	69.9199/ 0.6335	0.0226

10

### BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Fig. 1. Muestra un proceso híbrido de destilación no convencional de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido, para la purificación de butanol, acetona y etanol.

#### Lista de los signos de referencia utilizados

- 1 Alimentación de caldo de fermentación
- 15 2 Columna de extracción líquido-líquido
- 3 Flujo de salida de agua
- 4 Flujo de alimentación a la columna de pared divisoria (butanol, acetona, etanol)

- 5 Mezcla de solvente puro y reciclado
  - 6 Zona de mezclado de solventes
  - 7 Columna de pared dividida
  - 8 Rehervidor de la zona izquierda de la pared
  - 5 9 Alimentación de solvente puro
  - 10 Flujo de destilado en fase vapor
  - 11 Zona de reflujo
  - 12 Condensador
  - 13 Flujo líquido de destilado de acetona
  - 10 14 Columna agotadora
  - 15 Flujo de entrada y salida de columna agotadora (líquido y vapor)
  - 16 Zona de reflujo del rehervidor de columna agotadora
  - 17 Rehervidor de columna de agotadora
  - 18 Placa divisoria de la columna
  - 15 19 Zona de reflujo del rehervidor de columna de pared divisoria
  - 20 Flujo líquido fondos de la columna agotadora
  - 21 Flujo líquido de destilado de etanol
  - 22 Rehervidor de la zona derecha de la pared
  - 23 Flujo líquido de fondo de columna de pared dividida
  - 20 24 Flujo líquido de destilado de butanol
  - 25 Plato tipo “sieve” localizado dentro de la columna de pared dividida
  - 26 Flujo de extractante que regresa ya purificado hacia la columna de extracción líquido-  
líquido
  - 27 Rehervidor de la zona izquierda de la pared
- 25

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido, caracterizado por una corriente de alimentación que comprende una mezcla de agua, butanol, acetona y etanol (1) que se dirige hacia una columna de extracción líquido-líquido A) (2), de dos salidas (3) agua y (4) mezcla de butanol, acetona y etanol y de dos entradas (1) y (5) n-hexil acetato; la alimentación del extractante alimentación fresca (9) y B), un mezclador (6), que separa la mezcla solvente, butanol, acetona y etanol, por la etapa B), la columna de pared dividida (7) de dos rehervidores (8) y (22); el flujo obtenido en el destilado (10) sale por el domo de la columna, es conducida hacia un condensador (12), ese flujo es dividido, uno regresa a la columna en forma de reflujo (11) y en el otro se obtiene la corriente de acetona destilada (13), el componente intermedio etanol se requiere la etapa C), una columna agotadora (14), la cual tiene un par de flujos de interconexión, alimenta la etapa C) con flujo proveniente de la etapa B) regresa flujo proveniente de la etapa C) hacia la etapa B) (15), un rehervidor (17), que sale del fondo de C) y después del rehervidor regresa a la etapa C) en forma de reflujo en los fondos (16) y una corriente de fondo de líquido (20) y una corriente del etanol purificado (21) y de manera interna la etapa B) cuenta con una pared metálica que divide al recipiente vertical en dos secciones(18), y por los fondos de la columna de la etapa B) un flujo de salida de líquido (23) y conductos internos que permiten el flujo de líquido o vapor de un costado de la pared dividida, provenientes de los rehervidores, que permiten el reflujo de vapor alimentando a la columna en la parte inferior (19) y (27), y saliendo del rehervidor izquierdo, de una corrientes de extractante hacia la etapa A) (26) y del rehervidor derecho un flujo butanol (24); la columna comprende de 71 platos tipo “Sieve” (25).
2. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a la reivindicación 1, caracterizado por una fermentación en donde se tiene como producto butanol.

3. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a la reivindicación 1, caracterizado porque la alimentación es una mezcla con una proporción másica de sus componentes (agua, butanol, acetona y etanol) cercana a 0.5213 kg/kg, 0.3018 kg/kg, 0.1695 kg/kg y 0.0072 kg/kg respectivamente); y se lleva a cabo a una presión de 1 atm, a una temperatura de 25 °C.
4. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a la reivindicación 1, caracteriza porque la columna de pared dividida, como etapa B) purifica cuatro componentes incluyendo el extractante arrastrado de la extracción líquido-líquido con un flujo de destilado de 7.716 kg/h.
5. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a la reivindicación 1, se caracteriza por que la etapa A) consta de 5 etapas de extracción líquido-líquido, y de 71 etapas de la columna de pared dividida de la etapa B), que comprende un par de rehervidores y el condensador de la columna de destilación, con una altura de columnas de extracción líquido-líquido de 3 metros de altura y una altura de columna de pared dividida de 43 metros.
6. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a la reivindicación 1, caracterizado porque el diámetro de la columna se encuentra entre 0.322 y 0.335 metros.
7. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a las reivindicaciones 1, 5 y 6, está caracterizado porque en la etapa B) el número de etapas en la pared dividida es de 43, con una ubicación de la etapa 28 a 71, considerando la etapa 1 la del condensador.
8. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a las reivindicaciones 1, 5, 6 y 7, caracterizado por usar una cantidad de solvente fresco de

709.016 kg/h, y presión operación de la etapa A), B) y C) de 1 atm para la separación de los cuatro componentes a una pureza de entre en 0.957 de fracción másica para el etanol, hasta 0.999 fracción másica para el butanol.

9. El proceso para la purificación de butanol, acetona y etanol por columnas de destilación de pared dividida, asistidas por extracción líquido-líquido de acuerdo a la reivindicación 1, caracterizado por las condiciones de operación de las columnas de para purificar butanol, acetona, etanol y n hexil acetato son: 69.9199/ 0.6335 kW para la columna de pared dividida, etapa B) y 0.0226 kW para la etapa C), y un flujo de corriente de salida lateral de 0.104/0.4203 kg/h.

## RESUMEN

El desarrollo de nuevas tecnologías para la purificación de butanol por fermentación se ha traducido en mayores concentraciones, y productividades volumétricas mayores de butanol. Dichos desarrollos tecnológicos tienen el potencial de proporcionar procesos de producción que sean económicamente factibles. En la presente invención se presenta un nuevo proceso híbrido basado en la extracción líquido-líquido y destilación no convencionales de pared dividida, para la purificación de butanol. El diseño de estas alternativas minimiza el costo y dan un mejor aspecto ambiental. La etapa de extracción líquido-líquido se realiza de forma más eficiente y se integra a la etapa de destilación no convencional de pared dividida.

FIGURAS

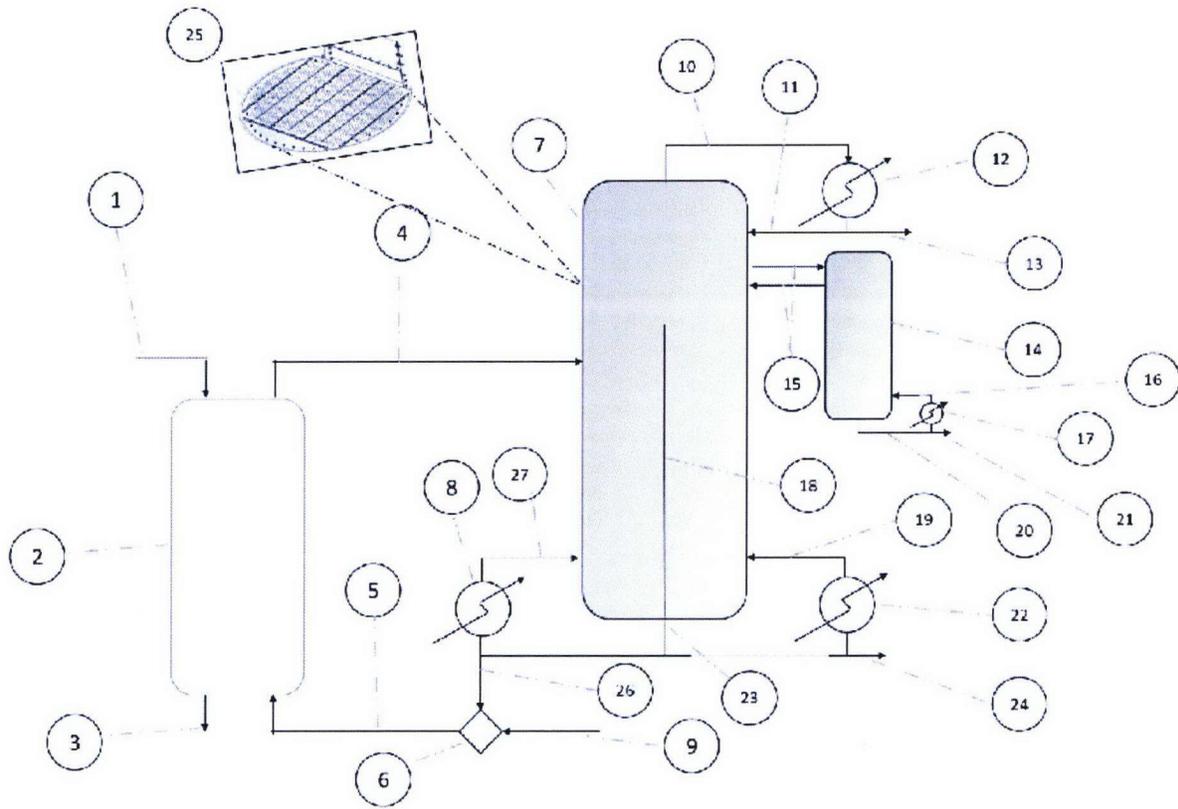


Fig 1.