

Estudio teórico-experimental sobre el uso de etilenglicol como extractante para la purificación de bioetanol

Experimental and theoretical study about the use of ethylene-glycol as entrainer to produce high purity ethanol

Isaac Gael Vite Cervantes¹, Francisco David García Lira¹, Mariana Quintanilla Rocha¹, Fabio Emmanuel Martínez Díaz¹, Margarita Guadalupe Correa Ibarra¹, María Dolores López Ramírez¹, Karla Cervantes Quintero¹, Perla Araceli Meléndez Hernández¹, Héctor Hernández Escoto¹

¹Departamento de Ingeniería Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato, Noria Alta S/N Col. Noria Alta, Guanajuato, Guanajuato, 36050, México.
hhee@ugto.mx¹

Resumen

En este trabajo se estudia el uso de etilenglicol como agente extractante para obtener bioetanol de alta pureza en la columna de destilación continua PIGNAT, ubicada en el Laboratorio de Análisis de Bioprocesos Industriales de la DCNE. En la primera etapa del proyecto se realiza una búsqueda paramétrica de la configuración y parámetros de operación de dicha columna en el simulador Aspen Plus® V11 para realizar dos operaciones diferentes, preconcentración y destilación extractiva. En el caso de la preconcentración, la alimentación en etapa 10, relación de reflujo de 4.5 y carga térmica de 1.052 kW proporcionaron la composición de etanol más alta en el domo y más baja en el fondo, mientras que para la destilación extractiva fue la alimentación de la mezcla en la etapa 10 y el etilenglicol en la etapa 4, con una relación de reflujo de 1.15 y una carga térmica de 1.05 kW. Los estudios experimentales mostraron que en la operación de preconcentración se alcanza una composición de etanol de hasta 77.24% wt en el destilado y de 0% en el fondo, mientras que en la destilación extractiva se lograron composiciones de etanol superiores al 95.6% en peso, correspondiente a la composición del azeótropo.

Palabras clave: destilación extractiva, purificación de bioetanol.

Introducción

El bioetanol es un combustible que puede ser producido a partir de material lignocelulósico (Lafuente-Rincón et al, 2022). La producción de este biocombustible ha ganado importancia debido al daño climático que se ha generado por la utilización de combustibles fósiles (Guimarães et al, 2023) y a que el aprovechamiento de materiales lignocelulósicos para su producción presenta ventajas en términos de la ganancia neta de energía y de las emisiones de CO₂ (López-Plaza et al 2014). El proceso de producción de bioetanol 2G se inicia con la hidrólisis de material lignocelulósico mediante un pre-tratamiento químico para obtener azúcares simples que son empleados durante la fermentación en la obtención de bioetanol (Guimarães et al, 2023, Hernández-Guzmán et al, 2020). Durante la etapa de fermentación, se logra obtener una mezcla etanol-agua de entre 5 y 12% en peso (% wt) (Suszwalak & Kiss, 2012). Teniendo en cuenta que se requiere etanol puro (99-99.8% en peso) para cubrir la demanda de la mayoría de sus aplicaciones, es necesario llevar a cabo dos etapas de purificación: destilación y deshidratación. El principal inconveniente de estas etapas de purificación son la alta demanda energética de estos procesos para lograr la separación del etanol ((López-Plaza et al 2014). En la etapa de destilación del fermentado se alcanza una concentración de entre 92.4 y 94% wt (Suszwalak & Kiss, 2012), mientras que en la etapa de deshidratación se buscan composiciones mayores al 95.6% wt, que es la composición azeotrópica, por lo que se requiere un método tal como la destilación extractiva (Sharma et al, 2020, Suszwalak & Kiss, 2012). Durante el proceso de destilación extractiva, el contenido de agua se reduce aproximadamente 0.5% en volumen, permitiendo la formación de etanol anhidro con un mínimo de 99.5% en volumen (% v/v) (Edeh,2021). En el proceso de destilación extractiva, la adición de un solvente ayuda a modificar la volatilidad relativa de la mezcla que presenta el azeótropo, facilitando la separación. Es importante considerar que se requiere que el solvente utilizado sea completamente soluble en la mezcla y, sobre todo, que no forme nuevos azeótropos (Sánchez-Correa et al 2022). Existen distintos compuestos que

han sido usados como extractantes durante el proceso de destilación extractiva, uno de ellos es el etilenglicol, que ha generado resultados favorables para la separación tanto en procesos experimentales como de simulación (Pacheco-Basulto et al 2012). Por lo que, en este trabajo se estudia, teórica y experimentalmente, el uso de etilenglicol en la destilación extractiva de la mezcla etanol/agua para la obtención de bioetanol de alta pureza que pueda ser utilizado como biocombustible.

Metodología

El estudio fue realizado en la columna piloto de destilación continua PIGNAT, ubicada en el Laboratorio de Análisis de Bioprocesos Industriales de la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Universidad de Guanajuato en el Campus Guanajuato, la cual se muestra en la Figura 1.

La columna tiene un diámetro de 2" y está fabricada en vidrio, consta de 15 platos tipo campana, un reboiler con capacidad de 6L equipado con una resistencia de 2 kW para llevar a cabo el calentamiento, un condensador tipo serpentín que utiliza agua como medio de enfriamiento, la cual es regulada con un flujómetro y suministrada con ayuda del recirculador FC-10 PRECISION.

La alimentación puede introducirse en 3 posibles posiciones: arriba del plato 4, arriba del plato 10 y abajo del plato 15, mediante el uso de una bomba dosificadora y una resistencia de 1 kW en el precalentador da la opción de calentarla hasta un máximo de 85°C.

Los productos de destilado y fondos son recolectados en dos recipientes de vidrio de 1L de capacidad y pueden ser trasvasados a los tanques finales con capacidad de 10L.

En cuanto al sistema de monitoreo y control, se tienen 8 indicadores de temperatura: T11 (Temperatura del reboiler), T12 (Temperatura del plato 15), T13 (Temperatura del plato 9), T14 (Temperatura del plato 3), T15 (temperatura del condensado), T16 (Temperatura del precalentamiento), T17 (Temperatura de entrada del agua de enfriamiento), T18 (Temperatura de salida del agua de enfriamiento), donde T11, T15 y T16 sirven como variables de entrada para los lazos de control en el reboiler, domo y precalentador, respectivamente, los cuales pueden manipularse desde el panel de control, junto con el flujo de alimentación a la columna.



Figura 1. Columna de destilación PIGNAT

Estudio teórico

El estudio teórico consistió en la simulación de la columna de la Figura 1 en Aspen Plus® V11, utilizando NRTL como modelo termodinámico, debido a la naturaleza polar de los componentes y las fuertes fuerzas intermoleculares que presentan. Se realizó un análisis paramétrico de la posición de la alimentación, tomando en cuenta únicamente las opciones que es posible llevar a cabo experimentalmente y, dado que la columna permite manipular el reflujo y la carga térmica, estos parámetros de operación también fueron analizados. Así mismo, se tomaron como restricciones la temperatura máxima de operación del equipo, que es de 180°C en

el reboiler y la carga térmica que es capaz de suministrar. Se fijó la alimentación y posteriormente se realizó un análisis de sensibilidad mediante la herramienta *Sensitivity Analysis*, aplicando variables de bloque. En estos análisis se evaluó el efecto de la variación de la relación de reflujo y la carga térmica del reboiler en la composición de etanol, tanto en el destilado como en el fondo. Los resultados fueron graficados en STATISTICA 7 y se eligió como mejor configuración aquella que proporcionara la mayor composición de etanol en el destilado, la menor composición de etanol en la corriente de fondos, menor carga térmica y que, además, cumpliera con las restricciones establecidas.

La columna fue simulada con 17 etapas, considerando reboiler y condensador, a 1 bar y con una caída de presión de 12.5 mbar, para dos operaciones diferentes: preconcentración y destilación extractiva. La primera se realizó con una alimentación de 5 L/h a condiciones normales, el caso 1 corresponde a la alimentación en la etapa 4, el caso 2 en la etapa 10 y el caso 3 en la etapa 16. El diagrama de flujo de la simulación para esta operación se muestra en la Figura 2.

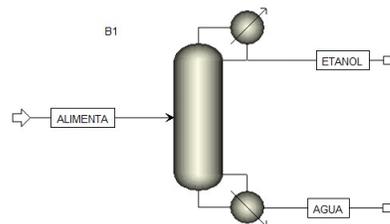


Figura 2. Diagrama de flujo de la operación de preconcentración.

En la operación de destilación extractiva se agregan dos grados de libertad más a los presentes en la preconcentradora, correspondientes a la cantidad de extractante y la etapa de alimentación de este a la columna. Cabe mencionar que, considerando la cantidad de etilenglicol disponible en el laboratorio, el flujo de extractante se limitó a 2 L/h, siendo entonces un objetivo adicional encontrar la cantidad máxima de alimentación de la mezcla etanol/agua que es posible procesar para obtener etanol de alta pureza. La columna extractiva se simuló considerando la presión de operación de 0.79052 bar y una caída de presión de 12.5 mbar, la alimentación del extractante se consideró a condiciones normales y, dado que en la columna experimental sólo se tienen dos salidas de productos, en el domo se recolecta el etanol concentrado y en el fondo la mezcla de agua y etilenglicol.

Para cumplir con los objetivos mencionados, se realizó un análisis de sensibilidad por cada combinación de platos de alimentación de mezcla y de etilenglicol. En los cuales se eligieron las variables: flujo másico alimentado de la mezcla etanol/agua, carga del térmica del reboiler (0.5 a 2 kW) y relación de reflujo, la Figura 3 ilustra el diagrama de flujo realizado en el simulador para esta operación y las combinaciones analizadas se muestran en la Tabla 1. Estas combinaciones se generaron considerando que el extractante se alimenta por encima o en el mismo plato de alimentación de la mezcla, esto para asegurar que el etilenglicol entra en contacto con la mezcla etanol/agua y, en consecuencia, se pueda obtener el etanol de alta pureza.

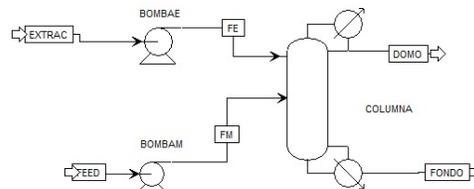


Figura 3. Diagrama de flujo de la operación de destilación extractiva.

Tabla 1. Combinaciones posibles de las etapas de alimentación de mezcla y etilenglicol

Combinación	Etapas de alimentación mezcla etanol/agua	Etapas de alimentación de etilenglicol
1	4	4
2	10	10
3	16	16
4	16	4
5	16	10
6	10	4

Una vez obtenidos los resultados de la simulación, se procedió a realizar los estudios experimentales.

Estudio experimental

En los estudios experimentales se llevaron a cabo tres tipos de operación: reflujo total, preconcentración y destilación extractiva, para las cuales se prepararon mezclas sintéticas de etanol/agua a diferente concentración a partir de agua destilada y etanol de ATSA (96% v/v). El etilenglicol utilizado fue de J.T. Baker y Golden Bell ®. Los puntos de muestreo con los que cuenta la columna están en TI3, TI4, reboiler y destilado.

Reflujo total

Se alimentaron 5.36 L de una solución etanol-agua al 15% en mol en el reboiler y, manteniendo las válvulas de alimentación y salida cerradas, se inicia el calentamiento y se monitorean las temperaturas en el panel de control. Una vez que, visualmente, los flujos internos a lo largo de las etapas estén estables y los perfiles de temperatura permanecen constantes por 20 min y se toman muestras cada 15 min hasta completar 2 h de operación.

Preconcentración

Para este caso se utilizó una mezcla de etanol-agua al 8% wt, con la cual se precargaron 4.17 L en el reboiler y se procedió a operar a reflujo total. Una vez que los perfiles de temperatura se mantuvieron estables por 20 min, se comenzó con la alimentación en la etapa 10, a razón de 5 L/h, se fijó la temperatura de precalentamiento en 80 °C y se abrieron los flujos de destilado y fondos. La relación de reflujo se fijó en 4.5, la carga térmica en 1.052 kW y el flujo de fondos en 82 ml/min. Conforme se avanzó en la operación, el flujo de fondos fue manipulado para mantener un nivel constante en el reboiler. Se toman muestras a lo largo de la operación durante los periodos en los que se observaban estables los perfiles de temperatura.

Destilación extractiva

En esta operación se preparó una mezcla etanol/agua al 80% wt y, al igual que en el caso continuo, se precargaron 4.17 L de esta en el reboiler y se operó a reflujo total. Además, se instaló el sistema de alimentación de etilenglicol, consistente en una parrilla de calentamiento con agitación y una bomba dosificadora MasterFlex® L/S®, cuya descarga estaba conectada a la etapa 4 de la columna. Una vez que los perfiles de temperatura se mantuvieron estables por 40 min, se comenzó a alimentar el extractante, con un flujo de 33.33 ml/min a una temperatura de 60°C y la mezcla etanol/agua con un flujo de 38.08 ml/min con una temperatura de precalentamiento de 70°C. Se fijó la relación de reflujo en 1.15 y la carga térmica en 1.05 kW. Las muestras fueron tomadas durante periodos en los que los perfiles de temperatura estaban estables.

Método de cuantificación

La cuantificación de etanol para la operación de reflujo total y preconcentración se realizó con un refractómetro óptico ATC mostrado en la Figura 4, tomando en cuenta las correcciones por temperatura y, dado que el rango de medición va de 0 a 80% v/v, las muestras tomadas se diluyeron antes de la medición. En el caso de la destilación extractiva, se utilizó un refractómetro digital Reichert, el cual se ilustra en la Figura 5, para el que previamente se elaboró la curva de calibración de la Figura 6.



Figura 4. Refractómetro óptico



Figura 5. Refractómetro digital

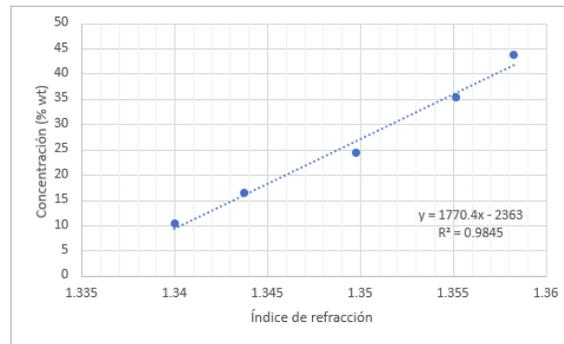
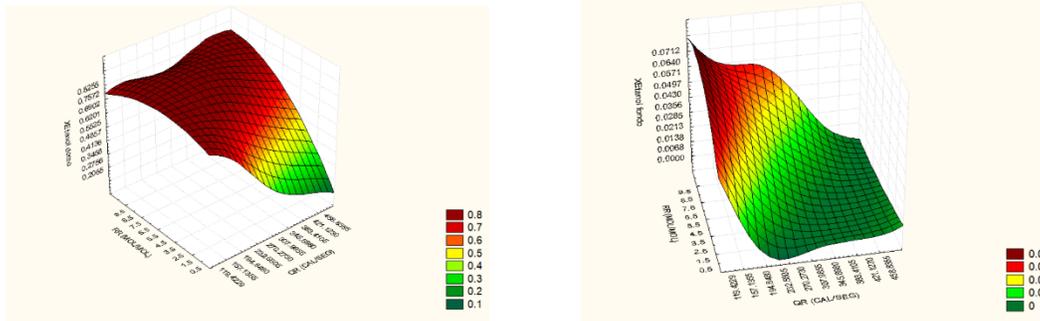


Figura 6. Curva de calibración para cuantificación de etanol utilizada en las mediciones con el refractómetro digital.

Resultados

Preconcentración

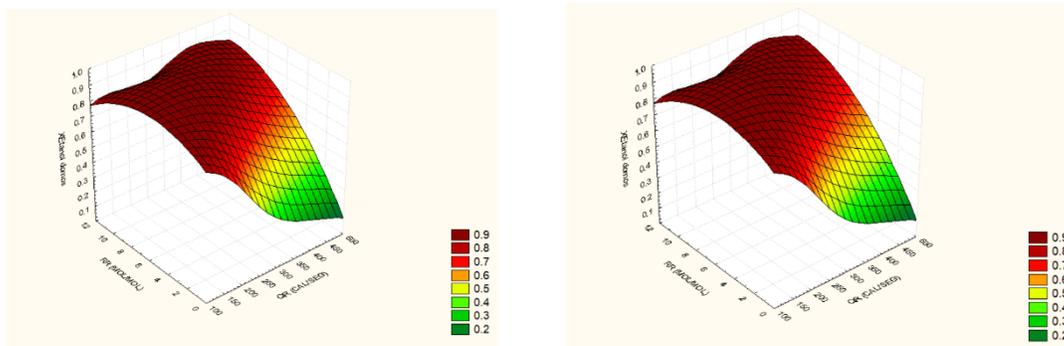
Los resultados de la simulación de la preconcentradora se muestran en las Figuras 7, 8 y 9, donde puede observarse que, para cada uno de los casos estudiados, la pureza de fondos es directamente proporcional a la carga térmica, es decir, se obtiene mayor recuperación del compuesto de interés. Sin embargo, al aumentar la carga térmica, el agua asciende junto con el etanol, por lo que disminuye la pureza de éste en el domo y, como era de esperarse, al aumentar la relación de reflujo, la composición también se incrementa.



a)

b)

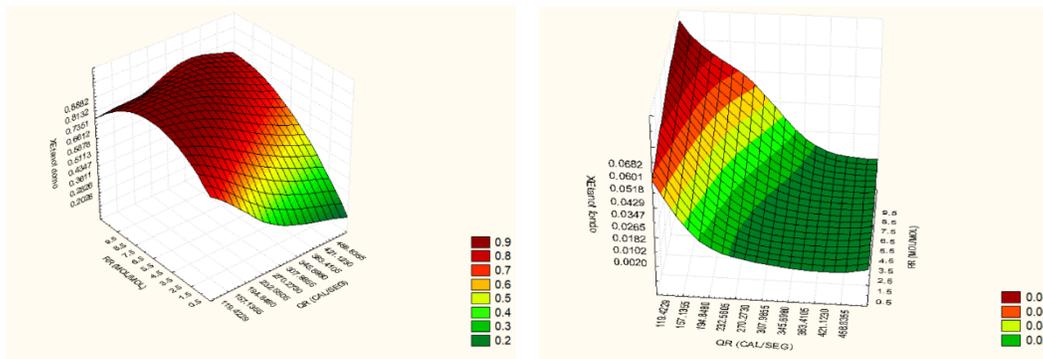
Figura 7. Composición de etanol en el destilado para el caso 1 de la preconcentración a) domo, b) fondos



a)

b)

Figura 8. Composición de etanol en el destilado para el caso 2 de la preconcentración: a) domo, b) fondos.



a) b)
Figura 9. Composición de etanol en el destilado para el caso 2 de la preconcentración: a) domo, b) fondos.

Las mejores condiciones de operación para los casos analizados se muestran en la Tabla 2. Se eligió el caso 2 como la mejor configuración para la operación de la preconcentradora debido a que, pese a no presentar la mayor pureza, posee la menor fracción de etanol en el fondo (lo que indica una gran recuperación al considerar la pureza de los domos), una menor carga térmica y menor reflujo, por lo que con estos datos se llevó a cabo la experimentación correspondiente.

Tabla 2. Mejores configuraciones obtenidas para cada uno de los casos analizados en la preconcentración.

Caso	Carga térmica (kW)	Relación de reflujo	Composición etanol domo (% wt)	Composición etanol fondo (% wt)	Temperatura del reboiler (°C)
1	1.5263	10	0.87313	0.0183	97.844
2	1.0526	4.5	0.9192	0.0001229	99.995
3	1.6053	9	0.9250	0.0038	99.518

Previo a la experimentación de la preconcentradora, se llevó a cabo una corrida a reflujo total con el fin de conocer el funcionamiento del equipo, así como desarrollar los protocolos necesarios de muestreo y análisis. Los perfiles de temperatura de esta operación se muestran en la Figura 10, donde puede observarse que el tiempo de calentamiento fue de aproximadamente 30 min y, posterior a él, las temperaturas se mantuvieron prácticamente estables.

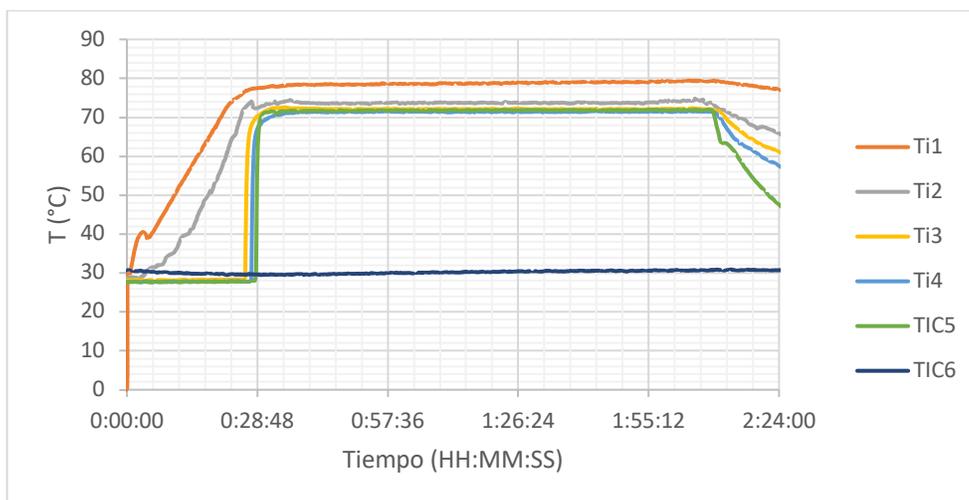


Figura 10. Perfiles de temperatura en destilación a reflujo total.

La Figura 11 muestra la variación de la composición en los puntos de muestreo a lo largo del tiempo, se observa cómo la composición del destilado aumenta conforme avanza el tiempo y luego cae ligeramente, alcanzando una composición máxima de etanol de 92.45% wt. En el caso de TI3, la composición disminuye, al igual que en el reboiler, lo que era de esperarse pues la composición inicial de la mezcla era de 31.11% wt (15% mol) y, conforme se avanza en la operación, el etanol se agota en el reboiler y se concentra en el domo, obteniéndose una concentración de 26.33% wt de etanol en el fondo. El traslape en las composiciones del destilado, TI3 y TI4, puede deberse a una deficiente separación, así como a la inexistencia de un protocolo de manejo de muestras desde su recolección hasta la cuantificación.

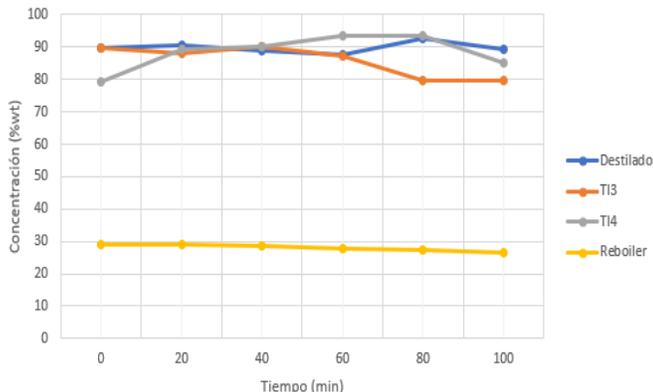


Figura 11. Perfiles de composición a lo largo del tiempo, operando a reflujo total.

En la Figura 12 se ilustran los perfiles de temperatura de la operación de preconcentrado. Al inicio ocurre la etapa de calentamiento, seguida de la etapa en operación a reflujo total, la cual se distingue porque las temperaturas permanecen constantes, esto para estabilizar los flujos internos, posteriormente se comienza con la alimentación y el retiro de productos de domo y fondo, fijando los valores de reflujo y carga térmica obtenidos de la simulación. Es notable que la temperatura del precalentamiento no se mantiene estable, sino que tiene un comportamiento oscilatorio, lo cual influye en las temperaturas TI3, TI4 y TI5. Esto puede deberse a que el bombeo de la bomba dosificadora de la alimentación no es continuo y a la incapacidad del controlador de la zona de precalentamiento de responder a esas fluctuaciones. La variación de temperatura en el reboiler alrededor de las 4:30 h, corresponde al momento en que el nivel de líquido en el reboiler comenzó a disminuir, acercándose al nivel de alarma de bajo nivel, por lo que rápidamente se alimentó mezcla en el reboiler, provocando una disminución abrupta de la temperatura. Es importante resaltar que un buen control del flujo de fondos y de destilado son esenciales para mantener un nivel adecuado de líquido en el reboiler, puesto que, junto con la carga térmica, éstos tienen un impacto directo en la composición de los productos.

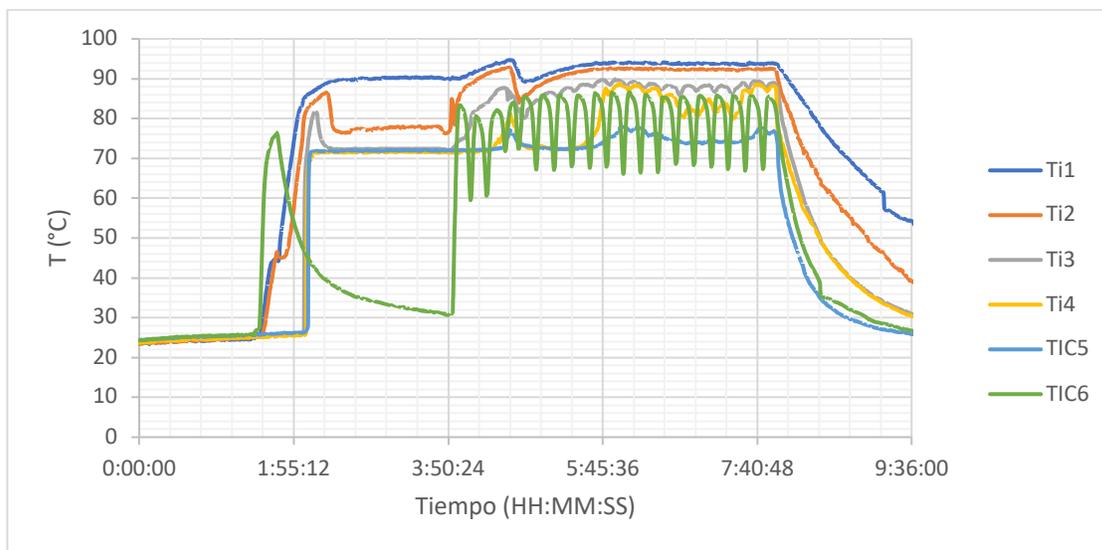


Figura 12. Perfiles de temperatura en la operación de preconcentrado.

En cuanto a los perfiles de composición de la preconcentradora mostrados en la Figura 13, se observa que la concentración de etanol en el destilado disminuye después de la etapa de reflujo total, posteriormente, se incrementa hasta un máximo de 77.24% wt, lo cual indica una mejor separación, sin embargo, conforme avanza el tiempo, la composición cae, esto se debe a que el recirculador no era capaz de mantener una adecuada temperatura de enfriamiento, por lo que ésta fue aumentando gradualmente, provocando que la temperatura en el domo aumentara, lo que significa, una mayor cantidad de agua presente en el destilado y, en consecuencia, una concentración menor de etanol. En el caso del reboiler es posible ver que la recuperación de etanol es alta, puesto que la concentración de este es cero.

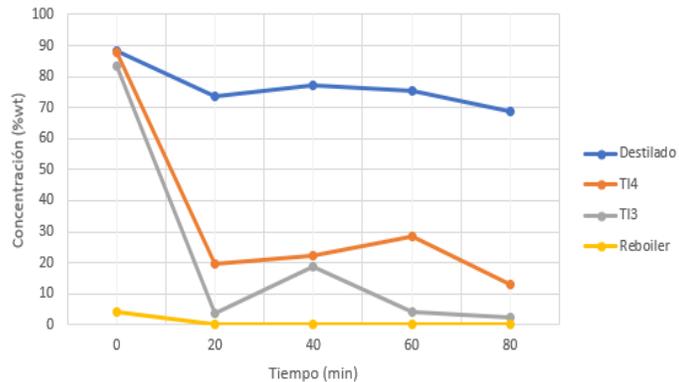
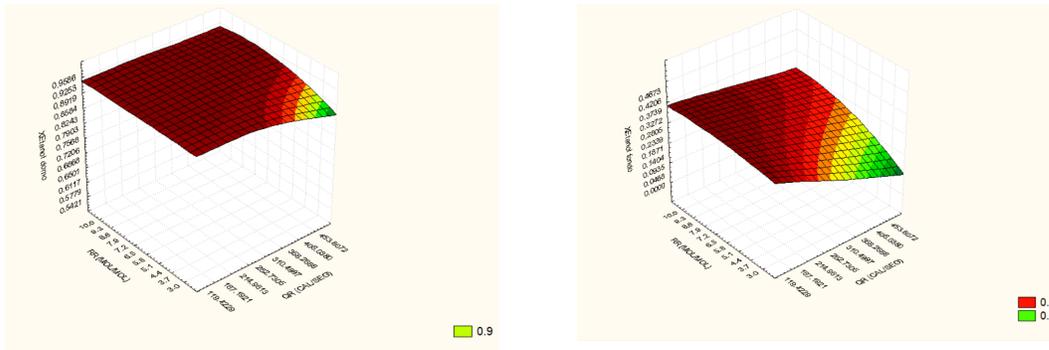
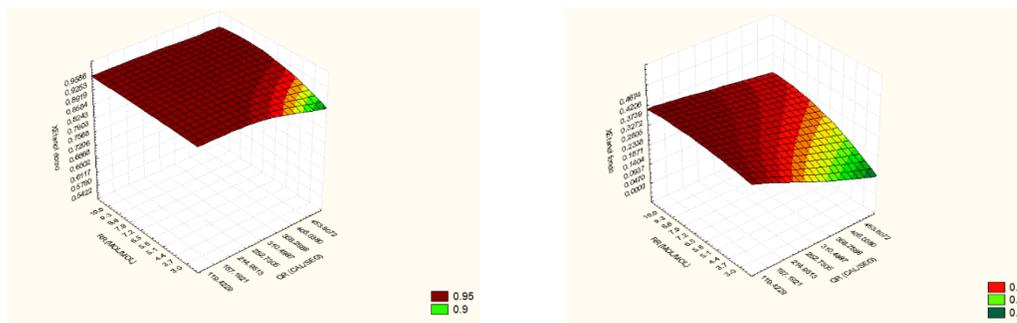


Figura 13. Gráfica de concentraciones en distintos puntos operando en destilación continua

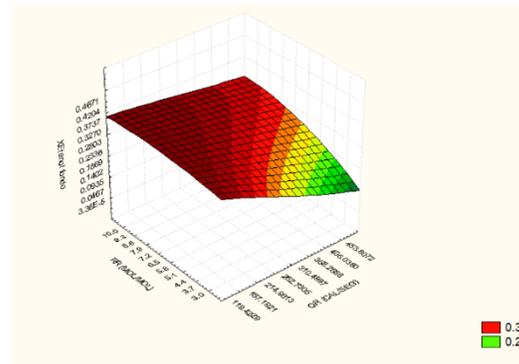
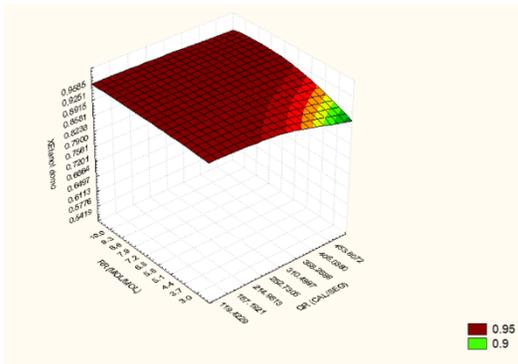
Las Figuras 14, 15, 16, 17, 18 y 19 muestran que en todos los casos estudiados en la destilación extractiva se encontraron configuraciones que permiten obtener altas concentraciones de etanol por el domo, por lo que para la selección de la mejor configuración se tomó aquella que era capaz de destilar la mayor cantidad de mezcla de alimentación. También se observó que, a mayor cantidad de mezcla alimentada, la relación de reflujo y la carga térmica requeridas para obtener una alta pureza son mayores. Sin embargo, cuando se alimenta la mezcla en la etapa 16 dieciséis, una zona de altas concentraciones a bajo reflujo aparece, aunque también va acompañada de un flujo de alimentación bajo.



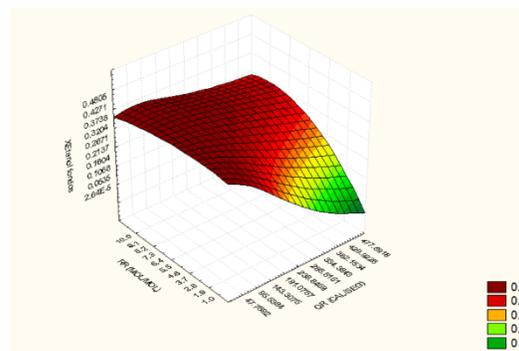
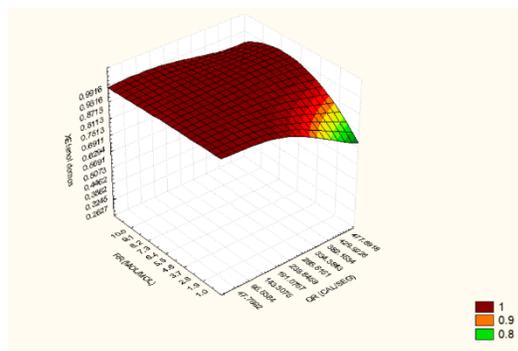
a) b)
Figura 14. Composición de etanol para la combinación 1: a) domo, b) fondos



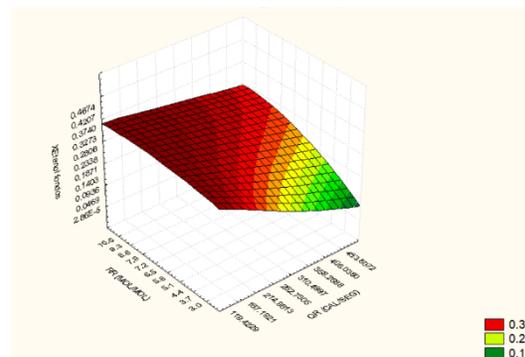
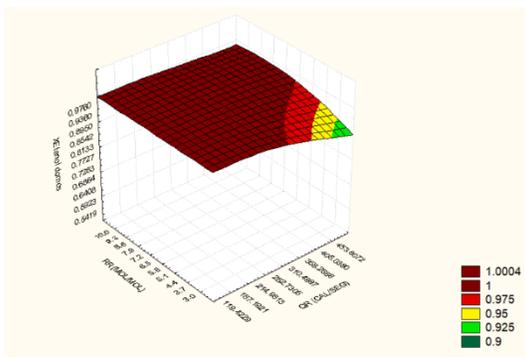
a) b)
Figura 15. Composición de etanol para la combinación 2: a) domo, b) fondos



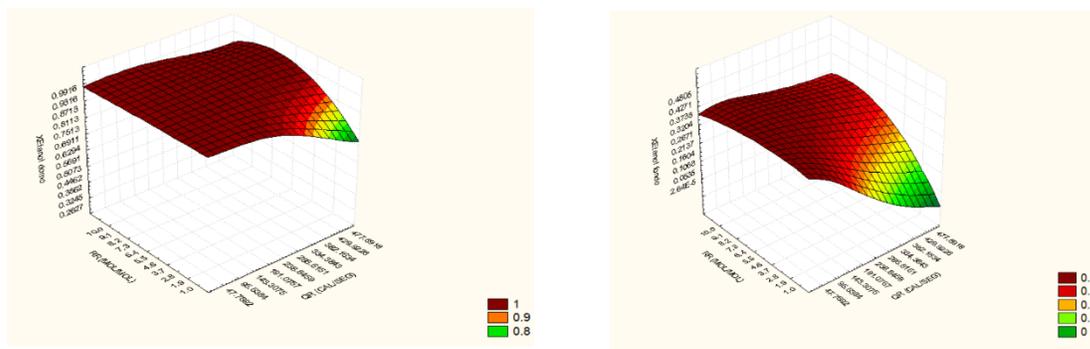
a) b)
Figura 16. Composición de etanol para la combinación 3: a) domo, b) fondos



a) b)
Figura 17. Composición de etanol para la combinación 4: a) domo, b) fondos

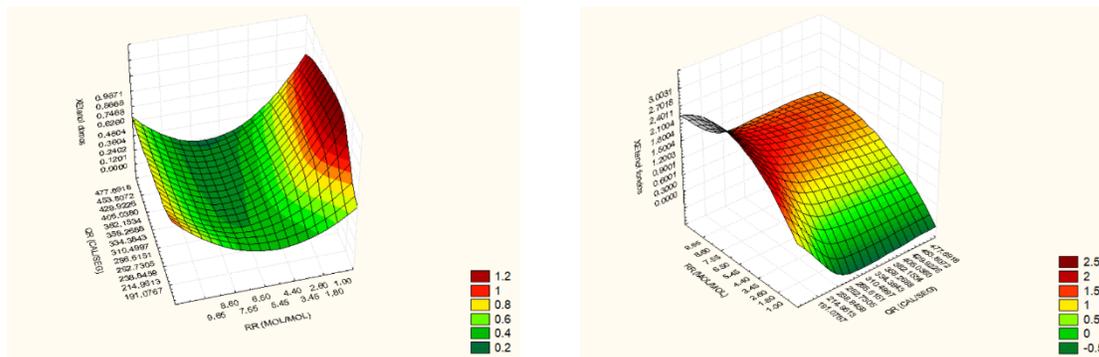


a) b)
Figura 18. Composición de etanol para la combinación 5: a) domo, b) fondos



a) b)
Figura 19. Composición de etanol para la combinación 6: a) domo, b) fondos

La configuración que permite destilar la mayor cantidad de mezcla etanol/agua se encontró en el caso donde el etanol se alimenta por la etapa 4 y la mezcla por la etapa 10, por lo que se le realizó un nuevo análisis de sensibilidad centrado en la zona de alta recuperación y pureza, para maximizar el flujo de mezcla alimentada, considerando las mismas condiciones de operación de la columna, pero con un tamaño de paso más corto. Este análisis se muestra en la Figura 20, la gráfica posee una curva en la zona de máximo reflujo acompañado de carga térmica cercana al límite en la zona de fondos, lo que nos indica que en esa zona se encontrará una mayor recuperación que la que se esperaba como resultado de los análisis anteriores. La cantidad de máximo flujo de alimentación encontrado es de 2.285 L/h de mezcla etanol/agua a 25°C y 1 bar.



a) b)
Figura 20. Composición de etanol en domos y fondos del análisis de sensibilidad realizado para la maximización de la alimentación de mezcla etanol/agua

El resultado del análisis anterior dió pie a la búsqueda de una nueva configuración que fuese capaz de reducir la relación de reflujo y la carga térmica, lo que llevaría a una disminución en el tiempo de operación del equipo, para lo cual se realizó un último análisis de sensibilidad, fijando la cantidad de mezcla alimentada. La gráfica resultante, Figura 21, señala que la máxima concentración se encuentra en una zona de bajo reflujo, lo que indica que fue posible encontrar una configuración capaz de reducir el reflujo, obteniendo una pureza cercana a la señalada en el análisis de maximización de la alimentación, encontrando así las mejores condiciones de operación para la destilación extractiva: carga térmica de 1.05 kW, relación de reflujo de 1.15, flujo de alimentación de extractante de 2L/h en la etapa 4, flujo de alimentación de la mezcla etanol/agua de 2.285 L/h en la etapa 10, con una presión de operación de 0.79052 bar, correspondiente a la altura de la ciudad de Guanajuato y una caída de presión de 12.5 mbar.

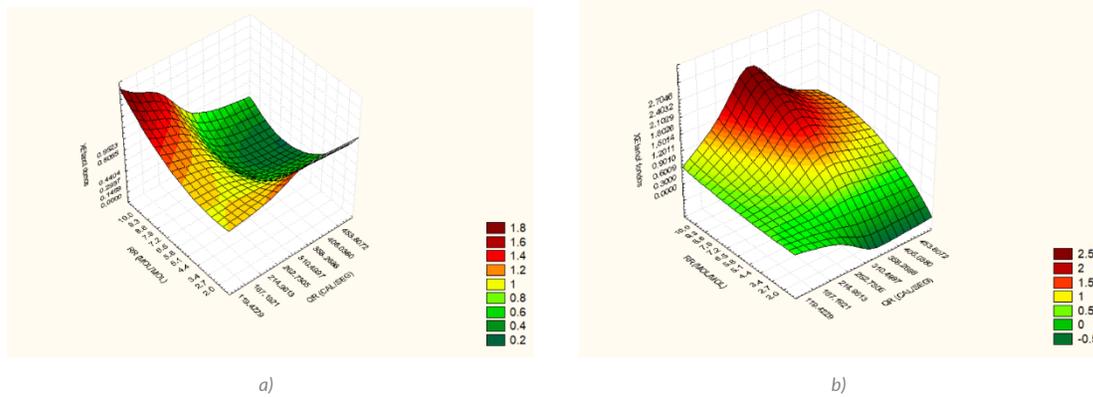


Figura 21. Composición de etanol en domo y fondo para el análisis de sensibilidad realizado con flujo de alimentación de mezcla máximo.

El perfil de temperaturas de la destilación extractiva se ilustra en la Figura 22. Al igual que la preconcentradora, se inició con el calentamiento, seguido de un periodo de reflujo total y después se alimenta el extractante. En el perfil puede verse cómo va aumentando la temperatura en el reboiler, esto se debe a que la cantidad de extractante presente en el fondo se incrementa, alcanzando, posteriormente, un periodo estable alrededor de los 123 °C. Se observan fluctuaciones en la temperatura, esto se debió a la manipulación necesaria de la carga térmica, con el fin de mantener los flujos internos lo más estable posible y a los ajustes en el flujo de fondos para mantener el nivel adecuado en el reboiler. Se observa el mismo comportamiento de la preconcentradora en las temperaturas de precalentamiento, T12, T13 y T14, mientras que en el condensador se mantuvo con menores variaciones debido a la adición de hielo para mantener la capacidad de enfriamiento del recirculador, como puede comprobarse en las temperaturas de entrada y salida del agua de enfriamiento (T17 y T18).

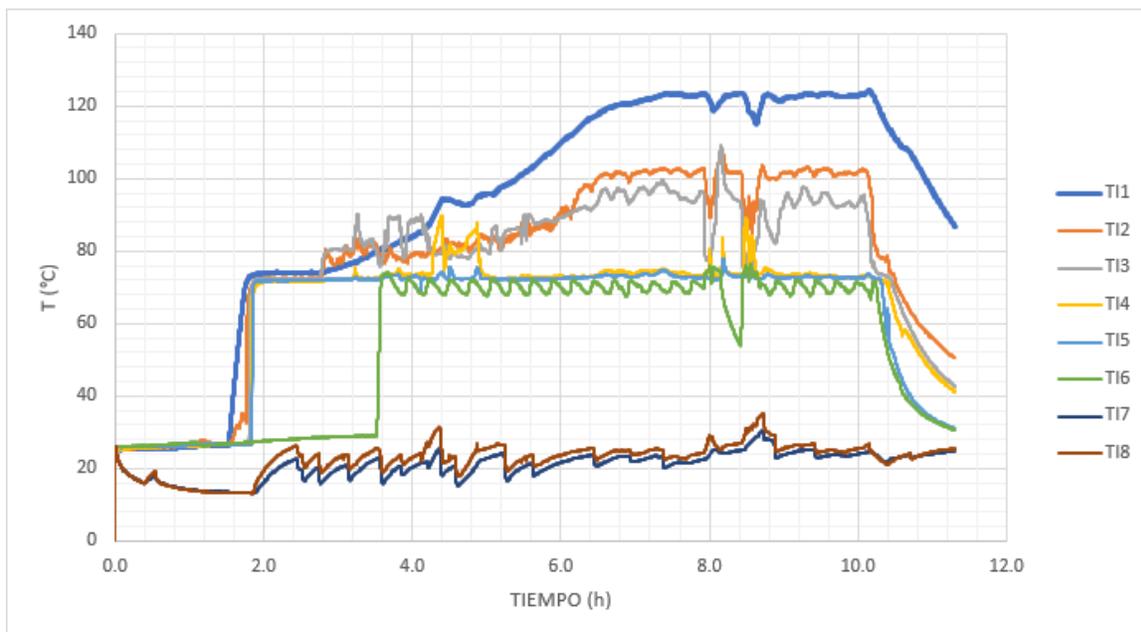


Figura 22. Perfiles de temperatura en destilación extractiva

La Figura 23 muestra las composiciones de etanol en el destilado durante la destilación extractiva. En este caso se obtuvieron concentraciones de hasta 99.08% wt, superando así la composición del azeótropo, excepto en la toma de muestra 4. En la muestra 2 la concentración es superior al 100%, lo cual puede deberse a trazas de etilenglicol en el destilado ya que, cuando se encuentra presente en la mezcla etanol/agua, el índice de refracción aumenta. Con la experiencia de las operaciones anteriores, se estableció un protocolo de muestreo, almacenaje, manipulación y cuantificación de las muestras para evitar pérdidas de etanol durante estas etapas: sellado del vial de muestreo con teflón e inmersión inmediata en un baño de hielo, donde se mantenían cada vez que se encontraban fuera de refrigeración.

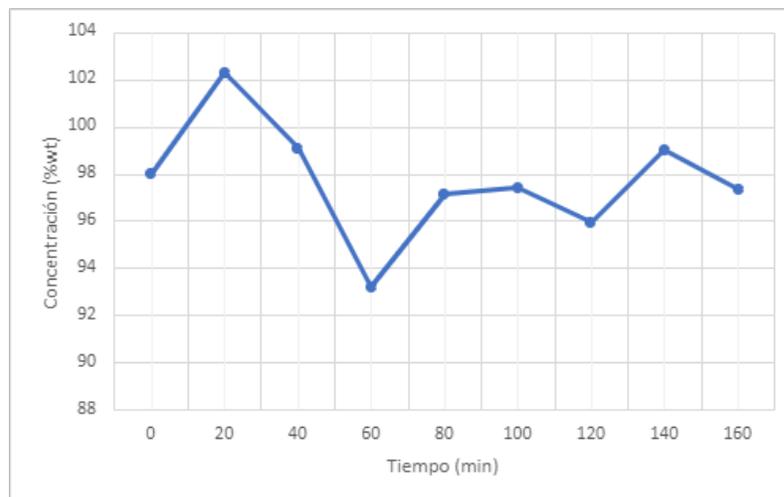


Figura 23. Composición del destilado en destilación extractiva

Conclusiones

La destilación extractiva con etilenglicol mostró ser un método efectivo para romper el azeótropo presente en la mezcla etanol/agua, permitiendo obtener etanol de alta pureza, que puede ser utilizado como biocombustible.

Los estudios realizados en el simulador Aspen Plus® permitieron identificar las mejores condiciones de operación de una manera más fácil y rápida, evitando el consumo innecesario de recursos experimentales. De igual forma, mostraron el efecto de la ubicación de la etapa de alimentación, el flujo de extractante, la relación de reflujo y la carga térmica en la composición y recuperación de etanol en el destilado, por lo que los análisis considerando las combinaciones posibles de todos estos factores son de gran importancia. En cuanto a los análisis experimentales, es fundamental conocer los componentes, características y, sobre todo, las limitantes de la columna de destilación PIGNAT, así como establecer un procedimiento de operación y un protocolo de muestreo, manipulación y cuantificación de las muestras para poder llevar a cabo de manera exitosa la preconcentración y la destilación extractiva, por lo que también se elaboró un manual de operación para futuras pruebas experimentales.

Este trabajo es de gran relevancia en el área de intensificación de procesos, ya que los estudios experimentales reportados en la bibliografía son muy escasos, por lo que es necesario seguir realizándolos para aumentar el conocimiento de este tipo de operaciones e impulsar el desarrollo de estas. Por otro lado, también permitió que los alumnos aumentaran su experiencia en el laboratorio, pues al haber estado en clases virtuales debido al COVID-19, han tenido pocas oportunidades de realizar trabajo experimental, que es de gran importancia para su formación académica.

Bibliografía

Lafuente-Rincón, D. F., Hernández-De Lira, I. O., Hernández-Escoto, H., Sánchez-Muñoz, M. A., Correa, H. H. M., Gámez-Alvarado, C. E., ... & Hernández-Beltrán, J. U. (2022). Design and Engineering Parameters of Bioreactors for Production of Bioethanol. *Bioethanol: Biochemistry and Biotechnological Advances*, 233.

Guimarães, C. E. C., Neto, F. S., de Castro Bizerra, V., do Nascimento, J. G. A., Valério, R. B. R., de Sousa Junior, P. G., ... & dos Santos, J. C. S. (2023). Production sustainable bioethanol from first-and second-generation sugar-based feedstocks: Advanced bibliometric analysis. *Bioresource Technology Reports*, 101543.

López-Plaza, E. L., Hernández, S., Barroso-Muñoz, F.O., Segovia-Hernández, J. G., Aceves, S. M., Martínez-Frías, J., Saxena, S., Dibble, R., (2014). Experimental and Theoretical Study of the Energy Savings from Wet Ethanol Production and Utilization. *Energy Technology*, 2, pp.440-445

Hernández-Guzmán, A., Navarro-Gutiérrez, I. M., Meléndez-Hernández, P. A., Hernández-Beltrán, J. U., & Hernández-Escoto, H. (2020). Enhancement of alkaline-oxidative delignification of wheat straw by semi-batch operation in a stirred tank reactor. *Bioresource Technology*, 312, 123589.

Suszwalak, D., Kiss, A., (2012). Enhanced bioethanol dehydration by extractive and azeotropic distillation in dividing-wall columns. *Separation and Purification Technology*, 86, 70-78.

Sharma, B., Larroche, C., & Dussap, C. G. (2020). Comprehensive assessment of 2G bioethanol production. *Bioresource technology*, 313, 123630.

Edeh, I. (2021). Bioethanol production: An overview. *Bioethanol technologies*, 1.

Sánchez-Correa, C. A., Arturo-Calvache, J. E., Gil-Chaves I. D., Rodriguez-Niño, G., (2022). Multiplicities in ethanol dehydration by extractive distillation processes with ethyleneglycol. *Chemical Engineering and Processing-Process Intensification*.174.

Pacheco-Basulto, J. A., Hernández-McConville, D., Barroso-Muñoz, F.O., Hernández, S., Segovia-Hernández, J. G., Castro-Montoya, A. J., Bonilla-Petriciolet, A., (2012). Purification of bioethanol using extractive batch distillation: Simulation and experimental studies, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 61, Pg.30-35.