

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 797 542**

51 Int. Cl.:

**B01D 3/14** (2006.01)

**C12P 7/08** (2006.01)

**C07C 29/80** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.11.2013 PCT/IN2013/000724**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2014 WO14097311**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2013 E 13865276 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2020 EP 2934712**

54 Título: **Producción de productos de etanol**

30 Prioridad:

**21.12.2012 IN 3575MU2012**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**02.12.2020**

73 Titular/es:

**PRAJ INDUSTRIES LIMITED (100.0%)  
Praj Tower 274-275 Hinjewadi Road Bhumkar  
Chowk  
Pune, Hinjewadi 411057, IN**

72 Inventor/es:

**DESHPANDE, GHANSHAM BABURAO;  
RATHI, SHRIKANT SUBHASH;  
DESHPANDE, DEVDATTA KRISHNA;  
PIMPUTKAR, VIJAYKUMAR SURENDRANATH y  
BHOSALE, ABHIJIT ANIL**

74 Agente/Representante:

**CAPITAN GARCÍA, Nuria**

ES 2 797 542 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Producción de productos de etanol

**Campo de la invención**

5 La invención se refiere a un procedimiento y aparato para la preparación de productos de etanol y, más en particular, a la destilación de etanol que requiere baja concentración de vapor a partir de una materia prima de alimentación que contiene etanol de al menos un 3 % en volumen usando una serie de columnas especializadas y procedimientos térmicamente integrados de forma eficaz. Además, la invención se refiere a la preparación de diferentes grados de productos de etanol que tienen niveles mínimos de congéneres adecuados para su uso de boca.

10 **Antecedentes**

Se producen muchas bebidas alcohólicas que comprenden una o más de las etapas de [1] producir etanol por fermentación de una materia prima de alimentación rica en carbohidratos para producir una colada fermentada que tiene una concentración de aproximadamente un 2 a un 23 % de alcohol en volumen [ABV]; [2] destilar el producto de fermentación a temperaturas elevadas para producir productos de etanol, como alcohol rectificado, alcohol neutro o alcohol absoluto, y; [3] envejecer los alcoholes de etanol hasta que posean las características de sabor, aroma y color deseadas. La producción comercial de alcohol por destilación ha estado en funcionamiento generalizado durante muchos siglos.

20 La destilación es una técnica conocida para la purificación de una sustancia líquida e implica vaporizar la sustancia en su punto de ebullición, condensar el vapor y recoger la forma purificada como condensado. La destilación es útil para separar una mezcla cuando los componentes tienen diferentes puntos de ebullición. Varias clases de técnicas de destilación para mezclas binarias o de múltiples componentes se describen y ponen en práctica en la técnica, por ejemplo: destilación (1) simple, (2) a vacío o a presión reducida, (3) fraccionada y (4) por arrastre de vapor.

25 Para producir alcohol rectificado a partir de una colada fermentada, la colada se destila en una o múltiples columnas de destilación para producir un producto con un contenido de etanol de aproximadamente un 93 % ABV. Este alcohol contiene diversos congéneres, como aceites de fusel, alcoholes superiores, ácidos, etc., que se transportan durante el procedimiento de destilación.

30 Por otra parte, se lleva a cabo un procedimiento de doble destilación para fabricar alcohol neutro en el que una colada fermentada se destila a aproximadamente un 95 % ABV y, a continuación, se somete a un procedimiento de hidroselección o hidroextracción en el que el etanol se diluye, de nuevo, con agua de entre aproximadamente tres a aproximadamente doce veces y se redestila a la concentración azeotrópica de etanol. Este procedimiento ayuda a retirar los congéneres que son indeseados en el alcohol neutro.

35 La retirada completa del agua del etanol da alcohol anhidro, que se usa ampliamente en la industria como disolvente en la síntesis de pinturas, intermediarios farmacéuticos, cosméticos, perfumes y otros productos. El etanol anhidro también es un componente importante en los combustibles alternativos, tales como gasohol, o también se puede usar como un oxigenado en la gasolina. Para producir etanol anhidro, se rompe el azeótropo de etanol-agua para lograr la graduación deseada de más de un 99 % ABV usando uno de los procedimientos de deshidratación, como: 1] deshidratación por tamiz molecular, 2] destilación azeotrópica o 3] deshidratación por membrana. Esto hace que la destilación tradicional para obtener etanol anhidro sea un procedimiento caro que requiere altas cantidades de energía para obtener etanol puro. Otros procedimientos que se pueden usar para obtener etanol anhidro incluyen la destilación extractiva y la rectificación con sales. Sin embargo, estos procedimientos requieren un aporte de alta energía, lo que da como resultado costosos productos de etanol anhidro. Actualmente, típicamente se usan aproximadamente 3-4 kilogramos de vapor para preparar aproximadamente un litro de producto de etanol de alta calidad, lo que da lugar a la necesidad de obtener nuevos procedimientos y aparatos más eficaces energéticamente para lograr un menor consumo de corrientes y hacer que sean más económicos con respecto a su funcionamiento.

50 Se han descrito varios procedimientos en la técnica, por ejemplo, la patente US4784868 describe un procedimiento de producción de un alcohol de boca que comprende obtener etanol sustancialmente libre de congéneres y agua y, a continuación, destilar de forma fraccionada esta mezcla para producir etanol de

boca sustancialmente libre de agua. Sin embargo, este procedimiento usa CO<sub>2</sub> líquido en el procedimiento de deshidratación y no es práctico ni económico en muchas situaciones. Por lo tanto, existe una necesidad adicional de obtener procedimientos eficaces y económicos para la preparación de productos de etanol de alta calidad, especialmente etanol absoluto para una variedad de aplicaciones, desde el uso de boca hasta los combustibles para vehículos.

El documento US 5 035 776 A divulga un procedimiento de destilación extractiva térmicamente integrado para recuperar etanol anhidro a partir de materias primas de alimentación de fermentación o sintéticas que tiene un tren de destilación de cuatro columnas. Dos columnas son preconcentradores que se hacen funcionar en paralelo. Las columnas restantes son una torre de deshidratación por destilación extractiva y una columna de recuperación de arrastrador. Los dos preconcentradores y la torre de deshidratación se hacen funcionar en tres presiones sucesivamente crecientes de modo que los vapores de condensación del producto del componente superior de la torre de deshidratación suministren el calor necesario al calderín del preconcentrador de presión intermedia. A su vez, los vapores del componente superior de este preconcentrador se usan para suministrar el calor requerido al calderín del preconcentrador de presión más baja. El producto del componente inferior de cada preconcentrador se usa para precalentar la alimentación diluida. Se consiguen ahorros de energía adicionales por el intercambio de calor apropiado entre las diversas alimentaciones, componentes superiores y componentes inferiores.

### Breve descripción

La presente invención proporciona un procedimiento para separar etanol de una colada fermentada que contiene un mínimo de un 2 % ABV en diversos productos de etanol de alta calidad como de etanol anhidro a etanol extraneutro que tenga mínimas calidades de los congéneres sin ningún olor o sabor notorio.

En un modo de realización de la presente invención, el procedimiento de separación de etanol de la colada fermentada se puede dividir en siete etapas: 1] destilación primaria, 2] destilación de aldehído, 3] destilación de disolvente de bajo punto de ebullición, 4] destilación por rectificación, 5] deshidratación, 6] destilación de disolvente de alto punto de ebullición y 7] destilación a fuego lento.

De acuerdo con la presente invención, un procedimiento de destilación para separar etanol de una materia prima de alimentación que contiene etanol diluido comprende: dividir la materia prima de alimentación en dos corrientes de alimentación de tamaño desigual; precalentar tanto la más grande como la más pequeña de dichas corrientes de alimentación; introducir dichas corrientes de alimentación precalentadas en paralelo en un par de columnas de analizador; mantener una presión mayor en la primera columna de analizador que recibe dicha corriente de alimentación más grande que en la segunda columna de analizador que recibe dicha corriente de alimentación más pequeña; extraer una primera corriente de etanol hidratado de la parte superior de dichas columnas de analizador y alimentarla a una columna de aldehído para separar una corriente de etanol libre de aldehído en la parte inferior y una corriente de alcohol técnico en la parte superior de la columna; mezclar aproximadamente de tres a doce partes de agua con una parte de dicha corriente de etanol libre de aldehído, precalentarla y someterla a una columna de disolvente de bajo punto de ebullición para separar una segunda corriente de etanol hidratado de la parte inferior y una corriente de alcohol técnico de la parte superior de la columna; precalentar dicha segunda corriente de etanol hidratado y someterla a una columna de rectificador para obtener una corriente de etanol rectificado; deshidratar dicha corriente de etanol rectificado usando una unidad de deshidratación para obtener una corriente de etanol anhidro; introducir dicha corriente de etanol anhidro en una columna de disolvente de alto punto de ebullición para separar una corriente de alcohol técnico en la parte inferior y una corriente de etanol anhidro final en la parte superior de la columna; e introducir dicha corriente de etanol anhidro final en una columna a fuego lento para obtener corrientes de producto de etanol añadiendo opcionalmente agua a dicha corriente de etanol anhidro final en diversas cantidades.

De acuerdo con la presente invención, un aparato de destilación para la preparación/recuperación de etanol a partir de una materia prima de alimentación que contiene etanol diluido que comprende, en combinación: una provisión para dividir la materia prima de alimentación en dos corrientes de alimentación de tamaño desigual; una provisión para precalentar tanto la más grande como la más pequeña de dichas corrientes de alimentación; una primera columna de analizador de alta presión y una segunda columna de analizador de baja presión; una provisión para introducir la más grande de dichas corrientes de alimentación en dicha primera columna de analizador y una provisión para introducir la más pequeña de dichas corrientes de alimentación en dicha segunda columna de analizador; un primer medio de calderín para condensar los vapores de alcohol de la unidad de deshidratación para suministrar el calor requerido en dicha primera columna de analizador; un segundo medio de calderín para condensar los vapores del componente superior

de una columna de rectificador corriente abajo para suministrar el calor requerido en dicha primera columna de analizador; un tercer medio de calderín para condensar los vapores del componente superior de dicha primera columna de analizador para suministrar el calor requerido en dicha segunda columna de analizador; una provisión para extraer las primeras corrientes de etanol hidratado de una parte superior de dichas columnas de analizador; una provisión para precalentar e introducir dichas corrientes de etanol hidratado en una columna de aldehído; una provisión para extraer una corriente de etanol libre de aldehído de una parte inferior de dicha columna de aldehído; una provisión para precalentar e introducir dicha corriente de etanol libre de aldehído en dicha columna de rectificador; una provisión para extraer una corriente de etanol rectificado de una parte superior de dicha columna de rectificador; una provisión para introducir un hidróxido elemental en dicha corriente de etanol rectificado para ajustar su pH; una provisión para introducir dicha corriente de etanol rectificado en una unidad de deshidratación; una provisión para extraer una corriente de etanol anhidro de dicha unidad de deshidratación; una provisión para introducir un agente oxidante inorgánico en dicha corriente de etanol anhidro; medios para introducir dicha corriente de etanol anhidro en una columna a fuego lento que tiene una provisión para mezclar opcionalmente agua; y una provisión para extraer corrientes de producto de etanol de dicha columna a fuego lento.

### Breve descripción de los dibujos

Se describirán ahora ejemplos particulares de procedimientos de acuerdo con la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

La FIGURA 1 es un diagrama esquemático del flujo de masa en el procedimiento divulgado. Una colada fermentada se divide y alimenta a dichas columnas de analizador. A continuación, el destilado se alimenta en serie a una columna de aldehído, columna de disolvente de bajo punto de ebullición y columna de rectificación. A continuación, la corriente rectificada se deshidrata en una unidad de deshidratación y, a continuación, se somete a una columna de disolvente de alto punto de ebullición y al final a una columna a fuego lento para, por último, obtener un alcohol neutro de la calidad deseada. Se obtienen diferentes tipos de flemas a partir de diferentes columnas que forman productos de alcohol técnico de diferentes grados.

La FIGURA 2 es un diagrama de bloques del flujo de energía en la invención divulgada. La primera columna de analizador obtiene energía en forma de energía sin usar [en exceso] de la columna de rectificación y de la unidad de deshidratación. La segunda columna de analizador obtiene energía en forma de energía sin usar de dicha primera columna de analizador. La columna de analizador de aldehído obtiene energía en forma de energía sin usar de dichas ambas columnas de analizador. La energía sin usar de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición se suministra a dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición. Además, se suministra energía nueva en forma de vapor a dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición, dicha columna de rectificación y dicha unidad de deshidratación según la necesidad.

La FIGURA 3 es un plano ejemplar de la invención que muestra varios rasgos característicos que controlan el procedimiento de destilación de etanol a partir de una colada fermentada. También representa la integración energética eficaz lograda a través de la reutilización de la energía térmica que queda sin usar en las etapas corriente abajo para efectuar las operaciones en las unidades en las etapas corriente abajo. El sistema al completo se puede dividir en siete unidades, a saber: 1] unidad de destilación primaria, 2] unidad de destilación de aldehído, 3] unidad de destilación de disolvente de bajo punto de ebullición, 4] unidad de destilación por rectificación, 5] unidad de deshidratación, 6] unidad de destilación de disolvente de alto punto de ebullición y 7] unidad a fuego lento. La energía sin usar que queda en forma de vapores de dicha unidad de destilación por rectificación está integrada para accionar dicha primera columna de analizador en dicha unidad de destilación primaria. Además, la energía sin usar que queda en forma de vapores de dicha unidad de deshidratación está integrada con dicha primera columna de analizador. La energía sin usar que queda en forma de vapores de dicha unidad de destilación de disolvente de bajo punto de ebullición está integrada con dicha unidad de destilación de disolvente de alto punto de ebullición. La energía sin usar que queda en forma de vapores de dicha unidad de destilación primaria está integrada con dicha columna de aldehído.

### Descripción detallada

En un modo de realización de la presente invención, se obtiene una colada fermentada con una concentración de etanol de entre un 2 a un 23 % ABV, preferentemente de un 6 a un 14 % ABV a partir de la fermentación por levadura de una materia prima de alimentación rica en carbohidratos, como granos, cereales, tubérculos, melazas, zumo de caña de azúcar, materiales lignocelulósicos o etanol sintético. A continuación, esta colada se divide en dos corrientes de alimentación de tamaño desigual, una corriente de

alimentación más grande, que comprende aproximadamente de un 55 a un 70 % de la colada total, y una corriente de alimentación más pequeña que comprende aproximadamente el resto de un 30 a un 45 % de la colada. Estas dos corrientes de alimentación tienen una temperatura de aproximadamente 30 °C. Antes de someterlas a la unidad de destilación primaria, estas corrientes de alimentación se precalientan a

5 aproximadamente 76 °C por intercambiadores de calor de tipo placa. Dichos intercambiadores de calor reciben una colada de desecho de alta energía de las columnas de analizador correspondientes como líquido donante de calor para precalentar dicha colada fermentada antes de someterla al procedimiento de destilación primaria. Dicha unidad de destilación primaria comprende dos columnas de analizador que funcionan a diferentes presiones de trabajo. La primera columna de analizador que recibe dicha corriente

10 de alimentación más grande funciona a una presión y temperatura mayores que la segunda columna de analizador que recibe dicha corriente de alimentación más pequeña. En este tipo de procedimiento de destilación primaria dividida, dicha primera columna de analizador típicamente proporciona energía sin usar en forma de vapores a dicha segunda columna de analizador, que se hace funcionar a una presión y temperatura relativamente menores que dicha primera columna de analizador. Esta destilación dividida usando una cantidad mínima de energía para separar etanol de dicha colada de fermentación forma un elemento de novedad en vista del consumo de energía total por unidad de producto de etanol final producido. Las corrientes que contienen etanol obtenidas de las porciones superiores de dichas columnas de analizador se combinan para formar las primeras corrientes de etanol hidratado. La colada de desecho obtenida de dichas columnas de analizador posee energía sin usar en exceso, que se usa en dichos

20 intercambiadores de calor para precalentar dicha corriente de alimentación como se describe en el presente documento. Dichas columnas de analizador de la invención también están equipadas con columnas de desgasificación en la parte superior, que están térmicamente integradas por los vapores de dichas columnas de analizador. En la técnica se entiende la utilidad de la columna de desgasificación y de ahí que no se represente específicamente en el presente documento. Estas columnas de desgasificación retiran los gases disueltos, como el CO<sub>2</sub> presente en la colada fermentada antes de su entrada en dichas columnas de

25 analizador.

En otro modo de realización de la presente invención, el procedimiento de preparación del etanol de alta calidad como se divulga en el presente documento comprende siete etapas, a saber: 1] unidad de destilación primaria, 2] unidad de destilación de aldehído, 3] unidad de destilación de disolvente de bajo

30 punto de ebullición, 4] unidad de destilación por rectificación, 5] unidad de deshidratación, 6] unidad de destilación de disolvente de alto punto de ebullición y 7] unidad a fuego lento. Dicha unidad de destilación primaria se describe anteriormente en el presente documento y también se llama destilación dividida y forma la primera etapa importante de la invención divulgada. En una segunda etapa, una parte de dicha primera corriente de etanol hidratado se somete a una destilación de aldehído que da lugar a la formación de una

35 corriente de etanol libre de aldehído. Dicho procedimiento de destilación de aldehído retira uno o más componentes de aldehído de la corriente, lo que hace que esté libre de cualquier sabor u olor de aldehído. En el presente documento, las flemas superiores obtenidas forman un grado de alcohol técnico usado para una variedad de propósitos no alimentarios. En una tercera etapa, dicha corriente de etanol libre de aldehído, junto con el condensado de vapor de ambas columnas de analizador, se somete a una destilación

40 de disolvente de bajo punto de ebullición que da lugar a la formación de una segunda corriente de etanol hidratado. Antes de someter dicha corriente de etanol libre de aldehído a dicha destilación de disolvente de bajo punto de ebullición, se diluye con aproximadamente de tres a doce partes de agua o cola de desecho obtenida corriente abajo. En el presente documento, dicho procedimiento de destilación de disolvente de bajo punto de ebullición retira uno o más componentes de bajo punto de ebullición que el etanol de la

45 corriente, lo que hace que esté libre de cualquier disolvente de bajo punto de ebullición, como acetato de etilo y acetaldehído, y su sabor u olor asociado. En el presente documento, las flemas superiores obtenidas forman otro grado de alcohol técnico usado para una variedad de propósitos no alimentarios. En una cuarta etapa, dicha segunda corriente de etanol hidratado se somete a una destilación por rectificación que da lugar a la formación de una corriente de etanol rectificado. En el presente documento, se trata dicha

50 corriente de etanol rectificado con un hidróxido elemental, como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de calcio u otro hidróxido equivalente, para mejorar el pH de dicha corriente a de entre pH 7 a pH 11. Este tratamiento mejora sustancialmente la calidad de dicha corriente, erradicando cualquier acidez asociada con ella. Dicho procedimiento de destilación por rectificación mejora el contenido de etanol de la corriente en aproximadamente un 93 % ABV. Esta etapa retira además los congéneres como ácidos y aceites de fusel presentes en la corriente que da lugar a una alta calidad de etanol en dicha corriente de

55 etanol rectificado. En el presente documento, las flemas superiores obtenidas forman otro grado de alcohol técnico, mientras que la cola de desecho obtenida se usa como diluyente en la tercera etapa descrita anteriormente en el presente documento. En una quinta etapa, dicha corriente de etanol rectificado se somete a un procedimiento de deshidratación que da lugar a la formación de una corriente de etanol anhidro. Este procedimiento de deshidratación mejora el contenido de etanol de la corriente a aproximadamente un

60 99 % ABV. Esta deshidratación se logra por medio de uno o más de los procedimientos como separación

por membrana, deshidratación por tamiz molecular, destilación extractiva o separación por adsorción de agua o combinación de las mismas. En una sexta etapa, dicha corriente de etanol anhidro se somete a una destilación de disolvente de alto punto de ebullición que da lugar a la formación de una corriente de etanol anhidro final. En el presente documento, se trata dicha corriente de etanol anhidro final con un agente oxidante inorgánico, como permanganato de potasio, peróxido de hidrógeno, percarbonato de sodio o sustancia química equivalente, para retirar otras impurezas alcohólicas de alcoholes primarios y secundarios superiores, como butanol, propanol, pentanol, cetonas y otras sustancias químicas que afectan negativamente a las propiedades organolépticas de los productos finales, lo que da lugar a una mejora sustancial de la calidad final de dicha corriente. En el presente documento, además, dicho procedimiento de destilación de disolvente de alto punto de ebullición retira uno o más componentes de alto punto de ebullición que el etanol de la corriente, lo que hace que esté libre de cualquier disolvente de alto punto de ebullición, como butanol, y su sabor u olor asociado. En el presente documento, las flemas inferiores obtenidas forman otro grado de alcohol técnico. En una séptima etapa, dicha corriente de etanol anhidro final se somete a una destilación a fuego lento que da lugar a la formación de un producto de etanol final. En el presente documento, dicho procedimiento de destilación a fuego lento retira el metanol y uno o más componentes de sulfuro de la corriente, lo que hace que esté libre de cualquier sabor u olor asociado. Dicha columna a fuego lento tiene componentes internos de cobre, mientras que otros equipos de procedimiento están fabricados de acero inoxidable u otros materiales adecuados. En el presente documento, las flemas superiores obtenidas forman otro grado de alcohol técnico. En el procedimiento a fuego lento de la invención divulgada, se pueden añadir diversas cantidades de agua de dilución antes o después del procedimiento de producción para lograr diferentes tipos de productos de etanol en base al contenido final de etanol. Otra novedad del procedimiento es que la cantidad de isopropanol final se reduce a al menos un 40 % de la cantidad inicial en las corrientes de alimentación.

En aún otro modo de realización de la invención, en dicha unidad de destilación dividida primaria, dicha segunda columna de analizador que funciona a presión menor funciona a una presión de entre aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1 bar[a], preferentemente de aproximadamente 0,2 bar[a]. Cualquier energía sin usar que quede en dicha primera columna de analizador se usa para accionar dicha segunda columna de analizador y dicha columna de aldehído. En dicha unidad de destilación por rectificación, dicha columna de rectificación funciona a una presión de entre aproximadamente 1 a aproximadamente 10 bar[a], preferentemente de entre aproximadamente 2 a aproximadamente 3 bar[a]. En el presente documento, la presión de columna se ajusta de tal modo que actúa como la fuente de calor para la primera columna de analizador que funciona corriente arriba en el procedimiento.

En otro modo de realización de la invención divulgada como se ilustra en la FIGURA 3, las etapas de dicho procedimiento son: 1] la colada fermentada (1) se divide de forma desigual en dos corrientes de alimentación (2 y 3), a continuación, cada corriente de alimentación se precalienta a la temperatura deseada por los intercambiadores de calor (39) y entra en dicha primera columna de analizador (31) y dicha segunda columna de analizador (30); 2] a continuación, una parte de la primera corriente de etanol hidratado (8) de dicha segunda columna de analizador (30) se dirige a dicha columna de aldehído (32), mientras que la parte restante (6) se condensa (40) y dirige (6) al depósito de dilución (42), de forma similar, la primera corriente de etanol hidratado (9) de dicha primera columna de analizador (30) se dirige a la columna (32); 3] dicha corriente de etanol libre de aldehído (10) se dirige al depósito de dilución (42), en el depósito de dilución, la corriente se diluye de tres a doce veces con agua o cola de desecho (15) y esta corriente (16) se dirige a dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición (33); 4] dicha segunda corriente de etanol hidratado (17) obtenida de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición (33) se precalienta en un intercambiador de calor (39) por la energía de la cola de desecho (15) de la columna (34) y se dirige a dicha columna de rectificación (34) para obtener dicha corriente de etanol rectificado (28); 5] a continuación, dicha corriente de etanol rectificado (28) se dirige a dicha unidad de deshidratación (35) para obtener dicha corriente de etanol anhidro (18); 6] a continuación, dicha corriente de etanol anhidro (18) se dirige a dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición (36) para obtener dicha corriente de etanol anhidro final (22); y 7] a continuación, dicha corriente de etanol anhidro final (22) se dirige a dicha columna a fuego lento (37) para obtener dichos productos de etanol de alta calidad (25). Aquí dicha primera columna de analizador (31) está térmicamente integrada con la energía sin usar en forma de vapores de una parte de los vapores de alcohol (13) de dicha columna de rectificación (34). Además, dicha segunda columna de analizador (30) está térmicamente integrada con la energía sin usar en forma de vapores de alcohol (7) de dicha primera columna de analizador (31). Además, dicha primera columna de analizador (31) está térmicamente integrada con la energía sin usar en forma de vapores de alcohol deshidratado (18) de dicha unidad de deshidratación (35). Además, dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición (36) está térmicamente integrada con la energía sin usar en forma de vapores de alcohol (19) de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición (33). Además, de nuevo, dicha columna a fuego lento (37) está térmicamente integrada con la energía sin usar en forma de vapores de alcohol (20) de dicha columna de

disolvente de alto punto de ebullición (36). La energía nueva en forma de vapor se da a las unidades (33), (34) y (35) desde una fuente de calor externa (29). La integración térmica de la energía sin usar en dicho procedimiento se realiza usando calderines (38). Los calderines son un tipo de intercambiadores de calor que pueden intercambiar calor de un líquido o vapores de alta energía a líquidos de baja energía. En el procedimiento divulgado, las columnas 30, 31, 32 y 37 están a vacío deseado, mientras que las columnas 33 y 34 están por encima de la presión atmosférica; y la columna 36 está a presión atmosférica. Los productos de alcohol de grado técnico [TA] se obtienen a partir de las columnas 32, 33, 36 y 37.

Los ejemplos provistos a continuación dan una utilidad más amplia de la invención sin ninguna limitación en cuanto a las variaciones que se pueden apreciar por un experto en la técnica. Se da un resumen no limitante de diversos modos de realización en los ejemplos y las tablas, que demuestran los aspectos ventajosos y novedosos del procedimiento divulgado en el presente documento. Ahora se describirán ejemplos particulares de procedimientos de acuerdo con la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos.

### Ejemplo 1

En un modo de realización de la presente invención, se tomaron aproximadamente 1000 kilolitros de colada fermentada producida por levadura a partir de una materia prima de alimentación que contenía carbohidratos, que contenía aproximadamente un 10 % v/v de etanol. Esta colada fermentada se dividió en dos corrientes de alimentación desiguales de aproximadamente un 55 % y un 45 % de las cantidades iniciales de la colada. La corriente de alimentación más grande se precalentó a aproximadamente 76 °C por un intercambiador de calor de tipo placa que recibía energía sin usar en forma de líquido obtenido de procedimientos corriente abajo de las columnas de analizador, y se alimentó a una primera columna de analizador que funcionaba a una presión mayor que recibía energía sin usar de la columna de rectificación corriente abajo. La corriente de alimentación más pequeña se precalentó a aproximadamente 49 °C por un intercambiador de calor de tipo placa que recibía energía sin usar en forma de líquido de procedimientos corriente abajo, y se alimentó a una segunda columna de analizador que funcionaba a una presión menor. Antes de alimentar estas corrientes a las columnas de analizador, la corriente se hizo pasar a través de la columna de desgasificación localizada por encima de la columna de analizador para desgasificar dichas corrientes de alimentación antes de entrar en dichas columnas de analizador. Las corrientes de etanol destiladas de cada columna se combinaron y formaron una primera corriente de etanol hidratado. Esta destilación primaria dividida produjo típicamente aproximadamente un 55 % v/v de contenido de etanol en dicha primera corriente de etanol hidratado. La segunda columna de analizador se integró térmicamente por la energía en forma de vapores que quedó sin usar en dicha primera columna de analizador que funcionaba a una presión mayor que dicha segunda columna de analizador, que funcionaba en una condición de bajo vacío. En la siguiente etapa, dicha parte de la primera corriente de etanol hidratado de dicha segunda columna de analizador se sometió a una columna de aldehído, que recibió energía sin usar en forma de vapores de dicha primera columna de analizador. En esta destilación de aldehído, se retiraron los congéneres de aldehído de dicha primera corriente de etanol hidratado, lo que dio lugar a la formación de una corriente de etanol libre de aldehído. En la siguiente etapa, dicha corriente de etanol libre de aldehído, junto con el condensado de vapor de ambas columnas de analizador, se diluyó a una proporción de dilución de etanol con respecto a agua de aproximadamente 1:3 en base al volumen y se sometió a una columna de disolvente de bajo punto de ebullición, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad y se usó el agua de dilución que quedó de la columna de rectificación presente corriente abajo como agua de dilución. Además, dicha corriente de etanol libre de aldehído se precalentó a aproximadamente 92 °C por un intercambiador de calor que recibía energía sin usar que quedaba en la cola de rectificación. En esta destilación de disolvente de bajo punto de ebullición, se retiraron los congéneres de bajo punto de ebullición de dicha corriente de etanol libre de aldehído, lo que dio lugar a la formación de una segunda corriente de etanol hidratado. En otra etapa, dicha segunda corriente de etanol hidratado se sometió a una columna de rectificación, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad. Aquí, dicha segunda corriente de etanol hidratado se precalentó a aproximadamente 108 °C por un intercambiador de calor que recibía energía sin usar que quedaba en la cola de rectificación. En esta destilación por rectificación, el contenido de alcohol de dicha segunda corriente de etanol hidratado se incrementó hasta un 93 % v/v de etanol para obtener una corriente de etanol rectificado. En la siguiente etapa, dicha corriente de etanol rectificado [que está en forma de vapor] se sometió a una unidad de deshidratación, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad. Mediante deshidratación, el contenido de etanol de dicha corriente de etanol rectificado se incrementó a más de un 99 % v/v de etanol para obtener una corriente de etanol anhidro. En otra etapa, dicha corriente de etanol anhidro se sometió a una columna de disolvente de alto punto de ebullición, que recibió energía sin usar en forma de vapores de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición. En esta destilación de disolvente de alto punto de ebullición, se retiraron los congéneres de alto punto de ebullición de dicha corriente de etanol anhidro, lo

que dio lugar a la formación de una corriente de etanol anhidro final. A continuación, dicha corriente de etanol anhidro final se sometió a una columna a fuego lento para obtener grados más finos de producto de etanol que tuvieran perfiles de congéneres mejorados. Dicha corriente de etanol anhidro final formó un producto de etanol llamado etanol de alta calidad [HQE] sin olor ni sabor de ninguno de los congéneres y adecuado para diversas aplicaciones como fabricar etanol de grado de boca, etanol de grado para perfumería y farmacéutico con otros productos de alcohol. También se produjeron diferentes corrientes de corrientes de etanol impuro que tenían alto contenido de etanol, así como un alto contenido de congéneres de la columna de aldehído, la columna de disolvente de bajo punto de ebullición, la columna de disolvente de alto punto de ebullición y la columna a fuego lento, que se denominaron corrientes de etanol técnico y se sometieron a la preparación de productos de alcohol técnico. Por último, se obtuvieron aproximadamente 95 kilolitros de HQNS a partir de aproximadamente 1000 kilolitros de fermentado con un 10 % v/v de etanol con un consumo de aproximadamente 2 kilogramos de vapor por litro de HQE.

## Ejemplo 2

En otro modo de realización de la presente invención, se tomaron aproximadamente 1000 kilolitros de colada fermentada producida por levadura a partir de una materia prima de alimentación que contenía carbohidratos, que contenía aproximadamente un 6% v/v de etanol. Esta colada fermentada se dividió en dos corrientes de alimentación desiguales de aproximadamente un 55 % y un 45 % de las cantidades iniciales de la colada. La corriente de alimentación más grande se precalentó a aproximadamente 76 °C por un intercambiador de calor de tipo placa que recibía energía sin usar en forma de líquido obtenido de procedimientos corriente abajo de las columnas de analizador, y se alimentó a una primera columna de analizador que funcionaba a una presión mayor que recibía energía sin usar de la columna de rectificación corriente abajo. La corriente de alimentación más pequeña se precalentó a aproximadamente 49 °C por un intercambiador de calor de tipo placa que recibía energía sin usar en forma de líquido de procedimientos corriente abajo, y se alimentó a una segunda columna de analizador que funcionaba a una presión menor. Antes de alimentar estas corrientes a las columnas de analizador, la corriente se hizo pasar a través de la columna de desgasificación localizada por encima de la columna de analizador para desgasificar dichas corrientes de alimentación antes de entrar en dichas columnas de analizador. Las corrientes de etanol destiladas de cada columna se combinaron y formaron una primera corriente de etanol hidratado. Esta destilación primaria dividida produjo típicamente aproximadamente un 43% v/v de contenido de etanol en dicha primera corriente de etanol hidratado. La segunda columna de analizador se integró térmicamente por la energía en forma de vapores que quedó sin usar en dicha primera columna de analizador que funcionaba a una presión mayor que dicha segunda columna de analizador, que funcionaba en una condición de bajo vacío. En la siguiente etapa, dicha parte de la primera corriente de etanol hidratado se sometió a una columna de aldehído, que recibió energía sin usar en forma de vapores de dicha primera columna de analizador. En esta destilación de aldehído, se retiraron los congéneres de aldehído de dicha primera corriente de etanol hidratado, lo que dio lugar a la formación de una corriente de etanol libre de aldehído. En la siguiente etapa, dicha corriente de etanol libre de aldehído, junto con el condensado de vapor de ambas columnas de analizador, se diluyó a una proporción de dilución de etanol con respecto a agua de aproximadamente 1:3 en base al volumen y se sometió a una columna de disolvente de bajo punto de ebullición, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad y se usó el agua de dilución que quedó de la columna de rectificación presente corriente abajo como agua de dilución. Además, dicha corriente de etanol libre de aldehído se precalentó a aproximadamente 92 °C por un intercambiador de calor que recibía energía sin usar que quedaba en la cola de rectificación. En esta destilación de disolvente de bajo punto de ebullición, se retiraron los congéneres de bajo punto de ebullición de dicha corriente de etanol libre de aldehído, lo que dio lugar a la formación de una segunda corriente de etanol hidratado. En otra etapa, dicha segunda corriente de etanol hidratado se sometió a una columna de rectificación, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad. Aquí, dicha segunda corriente de etanol hidratado se precalentó a aproximadamente 108 °C por un intercambiador de calor que recibía energía sin usar que quedaba en la cola de rectificación. En esta destilación por rectificación, el contenido de alcohol de dicha segunda corriente de etanol hidratado se incrementó hasta un 93 % v/v de etanol para obtener una corriente de etanol rectificado. En la siguiente etapa, dicha corriente de etanol rectificado [que está en forma de vapor] se sometió a una unidad de deshidratación, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad. Anteriormente en el presente documento, en dicha etapa de deshidratación, se trató dicha corriente de etanol rectificado con un hidróxido elemental, como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de calcio u otro hidróxido equivalente, para mejorar el pH de dicha corriente a de entre pH 7 a pH 11. De este modo, se disminuye la formación de compuestos como el acetal debido a la reacción de acetaldehído y etanol. Este tratamiento mejoró sustancialmente la calidad de dicha corriente, erradicando cualquier acidez asociada con ella. Mediante deshidratación, el contenido de etanol de dicha corriente de etanol rectificado se incrementó a más de un 99 % v/v de etanol para obtener una corriente de etanol anhidro. Además, se trató dicha corriente de etanol anhidro con un agente oxidante inorgánico, como

permanganato de potasio, peróxido de hidrógeno, percarbonato de sodio o sustancia química equivalente [añadida hasta una concentración de 30 ppm] para retirar otras impurezas orgánicas de alcoholes primarios y secundarios superiores, como butanol, propanol, pentanol, cetonas, aldehídos y otras sustancias químicas que afectan negativamente las propiedades organolépticas de los productos finales, lo que dio lugar a una mejora sustancial de la calidad final de dicha corriente. Este tratamiento mejoró además el espectro de absorbancia UV de dicha corriente de entre 220 nm a 270 nm, haciendo que dicha corriente reuniera las condiciones para especificaciones más rigurosas relativas a dichas impurezas en los productos finales. En otra etapa, dicha corriente de etanol anhidro se sometió a una columna de disolvente de alto punto de ebullición, que recibió energía sin usar en forma de vapores de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición. En esta destilación de disolvente de alto punto de ebullición, se retiraron los congéneres de alto punto de ebullición de dicha corriente de etanol anhidro, lo que dio lugar a la formación de una corriente de etanol anhidro final. A continuación, dicha corriente de etanol anhidro final se sometió a una columna a fuego lento para obtener grados más finos de producto de etanol que tuvieran perfiles de congéneres mejorados. Dicha corriente de etanol anhidro final formó un producto de etanol llamado alcohol neutro de alta calidad [HQE] sin olor ni sabor de ninguno de los congéneres y adecuado para diversas aplicaciones como fabricar etanol de grado de boca con otros productos de alcohol. También se produjeron diferentes corrientes de corrientes de etanol impuro que tenían alto contenido de etanol, así como un alto contenido de congéneres de la columna de aldehído, la columna de disolvente de bajo punto de ebullición, la columna de disolvente de alto punto de ebullición y la columna a fuego lento, que se denominaron corrientes de etanol técnico y se sometieron a la preparación de productos de alcohol técnico. Por último, se obtuvieron aproximadamente 57 kilolitros de HQNS a partir de aproximadamente 1000 kilolitros de fermentado con un 6% v/v de etanol con un consumo de aproximadamente 2,2 kilogramos de vapor por litro de HQE.

### Ejemplo 3

En un modo de realización de la presente invención, se tomaron aproximadamente 1000 kilolitros de colada fermentada producida por levadura a partir de una materia prima de alimentación que contenía carbohidratos, que contenía aproximadamente un 14% v/v de etanol. Esta colada fermentada llamada corriente de alimentación se precalentó a aproximadamente 76 °C por un intercambiador de calor de tipo placa que recibía energía sin usar en forma de líquido obtenido de procedimientos corriente abajo y se alimentó a una primera columna de analizador que funcionaba por la energía sin usar de la columna de rectificación corriente abajo. Antes de alimentar estas corrientes a la columna de analizador, se hizo pasar a través de la columna de desgasificación localizada por encima de la columna de analizador para desgasificar dicha corriente de alimentación antes de entrar en dicha columna de analizador. La corriente de etanol destilada formó una primera corriente de etanol hidratado. Esta destilación primaria produjo típicamente aproximadamente un 62 % v/v de contenido de etanol en dicha primera corriente de etanol hidratado. La segunda columna de analizador se integró térmicamente por la energía en forma de vapores que quedó sin usar en dicha primera columna de analizador en funcionamiento. En la siguiente etapa, dicha parte de la primera corriente de etanol hidratado se sometió a una columna de aldehído, que recibió energía sin usar en forma de vapores de dicha primera columna de analizador. En esta destilación de aldehído, se retiraron los congéneres de aldehído de dicha primera corriente de etanol hidratado, lo que dio lugar a la formación de una corriente de etanol libre de aldehído. En la siguiente etapa, dicha corriente de etanol libre de aldehído, junto con el condensado de vapor de ambas columnas de analizador, se diluyó a una proporción de dilución de etanol con respecto a agua de aproximadamente 1:3 en base al volumen y se sometió a una columna de disolvente de bajo punto de ebullición, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad y se usó el agua de dilución que quedó de la columna de rectificación presente corriente abajo como agua de dilución. Además, dicha corriente de etanol libre de aldehído se precalentó a aproximadamente 92 °C por un intercambiador de calor que recibía energía sin usar que quedaba en la cola de rectificación. En esta destilación de disolvente de bajo punto de ebullición, se retiraron los congéneres de bajo punto de ebullición de dicha corriente de etanol libre de aldehído, lo que dio lugar a la formación de una segunda corriente de etanol hidratado. En otra etapa, dicha segunda corriente de etanol hidratado se sometió a una columna de rectificación, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad. Aquí, dicha segunda corriente de etanol hidratado se precalentó a aproximadamente 108 °C por un intercambiador de calor que recibía energía sin usar que quedaba en la cola de rectificación. En esta destilación por rectificación, el contenido de alcohol de dicha segunda corriente de etanol hidratado se incrementó hasta un 93 % v/v de etanol para obtener una corriente de etanol rectificado. En el presente documento, se trató dicha corriente de etanol rectificado con un hidróxido elemental, como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de calcio u otro hidróxido equivalente, para mejorar el pH de dicha corriente a de entre pH 7 a pH 11. Este tratamiento mejoró sustancialmente la calidad de dicha corriente, erradicando cualquier acidez asociada con ella. En la siguiente etapa, dicha corriente de etanol rectificado [que está en forma de vapor] se sometió a una unidad de deshidratación, que recibió energía nueva en forma de vapor según la necesidad. Mediante deshidratación, el contenido de etanol de dicha corriente de

etanol rectificado se incrementó a más de un 99 % v/v de etanol para obtener una corriente de etanol anhidro. En otra etapa, dicha corriente de etanol anhidro se sometió a una columna de disolvente de alto punto de ebullición, que recibió energía sin usar en forma de vapores de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición. Además, se trató dicha corriente de etanol anhidro con un agente oxidante inorgánico, como permanganato de potasio, peróxido de hidrógeno, percarbonato de sodio o sustancia química equivalente [añadida hasta una concentración de 30 ppm] para retirar otras impurezas orgánicas de alcoholes primarios y secundarios superiores, como butanol, propanol, pentanol, cetonas, aldehídos y otras sustancias químicas que afectan negativamente las propiedades organolépticas de los productos finales, lo que dio lugar a una mejora sustancial de la calidad final de dicha corriente. Este tratamiento mejoró además más el espectro de absorbancia UV de dicha corriente de entre 220 nm a 270 nm, haciendo que dicha corriente reuniera las condiciones para especificaciones más rigurosas relativas a dichas impurezas en los productos finales. En esta destilación de disolvente de alto punto de ebullición, se retiraron los congéneres de alto punto de ebullición de dicha corriente de etanol anhidro, lo que dio lugar a la formación de una corriente de etanol anhidro final. A continuación, dicha corriente de etanol anhidro final se sometió a una columna a fuego lento para obtener grados más finos de producto de etanol que tuvieran perfiles de congéneres mejorados. Dicha corriente de etanol anhidro final formó un producto de etanol llamado alcohol neutro de alta calidad [HQE] sin olor ni sabor de ninguno de los congéneres y adecuado para diversas aplicaciones como fabricar etanol de grado de boca con otros productos de alcohol. También se produjeron diferentes corrientes de corrientes de etanol impuro que tenían alto contenido de etanol, así como un alto contenido de congéneres de la columna de aldehído, la columna de disolvente de bajo punto de ebullición, la columna de disolvente de alto punto de ebullición y la columna a fuego lento, que se denominaron corrientes de etanol técnico y se sometieron a la preparación de productos de alcohol técnico. Por último, se obtuvieron aproximadamente 133 kilolitros de HQNS a partir de aproximadamente 1000 kilolitros de fermentado con un 14 % v/v de etanol con un consumo de menos de 2 kilogramos de vapor por litro de HQE.

#### Ejemplo 4

Por el procedimiento de la presente invención, se obtuvieron diferentes tipos y grados de productos de etanol. Una composición química típica ilustrativa de HQE se enumera en la TABLA 1. La cantidad de diferentes congéneres se da en partes por millón en volumen.

30

TABLA 1: Composición química de HQE

N.º de sr.	Componente	Composición
1	Etanol	93-99,9 % v/v
2	Acetaldehído	Menos de 0,1 ppm
3	Acetato de metilo	Menos de 0,1 ppm
4	Acetato de etilo	Menos de 0,1 ppm
5	Metanol	Menos de 0,1 ppm
6	2-butanol	Menos de 0,1 ppm
7	N-propanol	Menos de 0,1 ppm
8	Isobutanol	Menos de 0,1 ppm
9	Alcohol isoamílico (Isopentanol)	Menos de 0,1 ppm
10	Alcohol N-amílico	Menos de 0,1 ppm
11	Ácido acético	Menos de 0,1 ppm
12	Furfural	Menos de 0,1 ppm
13	2,3-pentanediona	Menos de 0,001 ppm
14	2,3-butanediona	Menos de 0,001 ppm
15	Acetal	Menos de 0,1 ppm
16	Isopropanol	Menos de 0,1 ppm
17	Disulfuro de dimetilo	Menos de 0,1 ppm
18	Agua	Equilibrio

35

Aunque la invención se ha mostrado y descrito, en particular, con referencia a los modos de realización enumeradas en los ejemplos, se apreciará que varios de los rasgos característicos y funciones divulgados anteriormente y otros, o alternativas de los mismos, se pueden combinar de forma deseable en muchos otros sistemas o aplicaciones diferentes. Además, se pueden realizar posteriormente en los mismos

5 diversas alternativas, modificaciones, variaciones o mejoras actualmente no contempladas y no anticipadas por los expertos en la técnica que también se pretende que estén englobadas por las siguientes reivindicaciones. Aunque la invención se ha descrito con referencia a modos de realización preferentes específicos, no se pretende que esté limitada a los mismos, más bien, los expertos en la técnica reconocerán que se pueden realizar variaciones y modificaciones en los mismos que estén dentro del espíritu de la invención y dentro del alcance de las reivindicaciones.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento de destilación para separar etanol de una materia prima de alimentación que contiene etanol diluido que comprende:
  - 5 (a) dividir la materia prima de alimentación en dos corrientes de alimentación de tamaño desigual;
  - (b) precalentar tanto la más grande como la más pequeña de dichas corrientes de alimentación;
  - 10 (c) introducir dichas corrientes de alimentación precalentadas en paralelo en un par de columnas de analizador;
  - (d) mantener una presión mayor en la primera columna de analizador que recibe dicha corriente de alimentación más grande que en la segunda columna de analizador que recibe dicha corriente de alimentación más pequeña;
  - 15 (e) extraer las primeras corrientes de etanol hidratado de la parte superior de dichas columnas de analizador y alimentarlas a una columna de aldehído para separar una corriente de etanol libre de aldehído en la parte inferior y una corriente de alcohol técnico en la parte superior de la columna;
  - 20 (f) mezclar de entre aproximadamente tres a aproximadamente doce partes de agua o cola de desecho con una parte de etanol en dicha corriente de etanol libre de aldehído, precalentarla y someterla a una columna de disolvente de bajo punto de ebullición para separar una segunda corriente de etanol hidratado de la parte inferior y una corriente de alcohol técnico de la parte superior de la columna;
  - 25 (g) precalentar dicha segunda corriente de etanol hidratado y someterla a una columna de rectificador para obtener una corriente de etanol rectificado, en la que dicha corriente de etanol rectificado se trata con un hidróxido elemental para ajustar su pH a entre pH 7 y pH 11;
  - 30 (h) deshidratar dicha corriente de etanol rectificado usando una unidad de deshidratación para obtener una corriente de etanol anhidro, en la que dicha deshidratación de la corriente de etanol rectificado se logra por medio de una técnica de separación por membrana, deshidratación por tamiz molecular o separación por adsorción de agua o una combinación de las mismas;
  - 35 (i) introducir dicha corriente de etanol anhidro en una columna de disolvente de alto punto de ebullición para separar una corriente de alcohol técnico en la parte inferior y una corriente de etanol anhidro final en la parte superior de la columna; en la que dicha corriente de etanol anhidro se trata con un agente oxidante inorgánico con una concentración de hasta 30 ppm, e
  - 40 (j) introducir dicha corriente de etanol anhidro final en una columna a fuego lento para obtener corrientes de producto de etanol añadiendo opcionalmente agua a dicha corriente de etanol anhidro final en diversas cantidades.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha corriente de alimentación más grande comprende entre un 50 a un 70 % en peso de la materia prima de alimentación total.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha columna de aldehído separa al menos un componente de aldehído presente en dichas primeras corrientes de etanol hidratado obtenidas de dichas columnas de analizador.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición separa al menos un componente de bajo punto de ebullición presente en dicha corriente de etanol libre de aldehído obtenida de dicha columna de aldehído.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha columna de rectificador purifica además dicha segunda corriente de etanol hidratado obtenida de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición de al menos un componente de alto punto de ebullición o uno de bajo punto de ebullición o ambos.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición separa al menos un componente de alto punto de ebullición presente en dicha corriente de etanol anhidro obtenida de dicha unidad de deshidratación.

- 5 7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que se añade opcionalmente agua en la etapa final en diversas cantidades a productos de etanol obtenidos que tienen aproximadamente entre un 0,1 % y un 6 % de agua en volumen.
8. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que se requieren no más de aproximadamente 2 kilogramos de vapor para obtener aproximadamente un litro de un producto de etanol.
- 10 9. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el calor que queda sin usar en dicha columna de rectificador está integrado con dicha primera columna de analizador.
10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el calor que queda sin usar en dicha unidad de deshidratación está integrado con dicha primera columna de analizador.
- 15 11. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el calor que queda sin usar en dicha primera columna de analizador está integrado con dicho aldehído o dicha segunda columna de analizador.
- 20 12. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el calor que queda sin usar en dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición está integrado con dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición.
- 25 13. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que se suministra energía nueva en forma de vapor a dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición, dicha columna de rectificador y dicha unidad de deshidratación según la necesidad.
- 30 14. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el precalentamiento en diversas etapas se logra integrando el calor que queda sin usar en otras etapas en las unidades.
- 35 15. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha materia prima de alimentación que contiene etanol diluido comprende: una colada fermentada o alimentación de etanol sintético o una combinación de las mismas.
- 40 16. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la cantidad de etanol en dicha materia prima de alimentación que contiene etanol diluido es de al menos un 3 por ciento en volumen.
- 45 17. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dichas corrientes de alcohol técnico se obtienen de dicha columna de aldehído, dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición, dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición y dicha columna a fuego lento.
- 50 18. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha corriente de etanol rectificado obtenida de dicha columna de rectificador contiene al menos un 93 % de etanol en volumen.
- 55 19. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha corriente de etanol anhidro obtenida de dicha unidad de deshidratación contiene al menos un 99 % de etanol en volumen.
- 60 20. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dichas corrientes de producto de etanol obtenidas de dicha columna a fuego lento comprenden metanol en no más de 1 ppm y aldehído en no más de 1 ppm.
21. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dichas corrientes de producto de etanol obtenidas de dicha columna a fuego lento comprenden acetato de etilo en no más de 1 ppm y aceites de fusel en no más de 2 ppm.
22. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que las corrientes de producto de etanol obtenidas de dicha columna a fuego lento son de un olor o sabor neutros.
23. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que en dichas primeras corrientes de etanol hidratado obtenidas de dichas columnas de analizador la cantidad de alcohol isopropílico se reduce a al menos un 40 % de la cantidad inicial presente en dichas corrientes de alimentación.

24. Aparato de destilación para recuperar etanol a partir de una materia prima de alimentación que contiene etanol diluido de acuerdo con el procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 23, que comprende:
- 5 (a) una unidad de división de la materia prima de alimentación para obtener dos corrientes de alimentación de tamaño desigual;
- (b) una unidad de precalentamiento para calentar tanto la más grande como la más pequeña de dichas corrientes de alimentación;
- 10 (c) una primera columna de analizador y una segunda columna de analizador, una columna de aldehído, una columna de disolvente de bajo punto de ebullición, una columna de rectificador, una unidad de deshidratación, una columna de disolvente de alto punto de ebullición y una columna a fuego lento;
- 15 (d) una provisión para introducir la más grande de dichas corrientes de alimentación en dicha primera columna de analizador y una provisión para introducir la más pequeña de dichas corrientes de alimentación en dicha segunda columna de analizador;
- 20 (e) un primer calderín para condensar vapores de alcohol de la unidad de deshidratación corriente abajo para suministrar el calor requerido en dicha primera columna de analizador;
- (f) un segundo calderín para condensar los vapores del componente superior de una columna de rectificador corriente abajo de dichas columnas de analizador para suministrar el calor requerido en dicha primera columna de analizador;
- 25 (g) un tercer calderín para condensar los vapores del componente superior de dicha primera columna de analizador para suministrar el calor requerido en dicha segunda columna de analizador;
- 30 (h) una provisión para extraer las primeras corrientes de etanol hidratado de una parte superior de dichas columnas de analizador;
- (i) una provisión para precalentar e introducir dichas primeras corrientes de etanol hidratado en dicha columna de aldehído;
- 35 (j) una provisión para extraer una corriente de etanol libre de aldehído de una parte inferior de dicha columna de aldehído;
- 40 (k) un depósito de dilución para la dilución de dicha corriente de etanol libre de aldehído con agua o cola de desecho;
- (l) una provisión para precalentar e introducir dicha corriente de etanol libre de aldehído diluido en dicha columna de rectificador;
- 45 (m) una provisión para extraer una segunda corriente de etanol hidratado de la parte inferior y para extraer una corriente de alcohol técnico de la parte superior de dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición;
- 50 (n) una provisión para precalentar e introducir dicha segunda corriente de etanol hidratado en dicha columna de rectificador;
- (o) una provisión para extraer una corriente de etanol rectificado de una parte superior de dicha columna de rectificador;
- 55 (p) una provisión para introducir un hidróxido elemental en dicha corriente de etanol rectificado para ajustar su pH a entre 7 y 11;
- 60 (q) una provisión para introducir dicha corriente de etanol rectificado en dicha unidad de deshidratación, en la que dicha unidad de deshidratación es una o más de una unidad de separación por membrana, una unidad de tamiz molecular o una unidad de adsorción;
- (r) una provisión para extraer una corriente de etanol anhidro de dicha unidad de deshidratación;

- (s) una provisión para introducir dicha corriente de etanol anhidro en dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición;
- 5 (t) una provisión para introducir un agente oxidante inorgánico en dicha corriente de etanol anhidro;
- (u) una provisión para separar una corriente de alcohol técnico en la parte inferior y una corriente de etanol anhidro final en la parte superior de dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición;
- 10 (v) una provisión para introducir dicha corriente de etanol anhidro en una columna a fuego lento que tiene medios para mezclar opcionalmente agua; y
- (w) una provisión para extraer corrientes de producto de etanol de dicha columna a fuego lento.
- 15 25. El aparato de la reivindicación 24, en el que el calor que queda sin usar en dicha columna de disolvente de bajo punto de ebullición se suministra a dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición.
- 20 26. El aparato de la reivindicación 24, en el que el calor que queda sin usar en dicha columna de disolvente de alto punto de ebullición se suministra a dicha columna de rectificador.
27. El aparato de la reivindicación 24, en el que el calor que queda sin usar en dicha columna de rectificador se suministra a dicha primera columna de analizador.
- 25 28. El aparato de la reivindicación 24, en el que el calor que queda sin usar en dicha primera columna de analizador se suministra a dicha segunda columna de analizador y a dicha columna aldehído.
29. El aparato de la reivindicación 24, en el que el calor que queda sin usar en dicha unidad de deshidratación se suministra a dicha primera columna de analizador.
- 30 30. El aparato de la reivindicación 24, en el que dicha columna a fuego lento contiene componentes internos de cobre para la retirada eficaz de metanol e impurezas sulfurosas de dichas corrientes de producto de etanol.
- 35 31. El aparato de la reivindicación 24, en el que se requieren no más de aproximadamente 2 kilogramos de vapor para obtener 1 litro de producto de etanol.

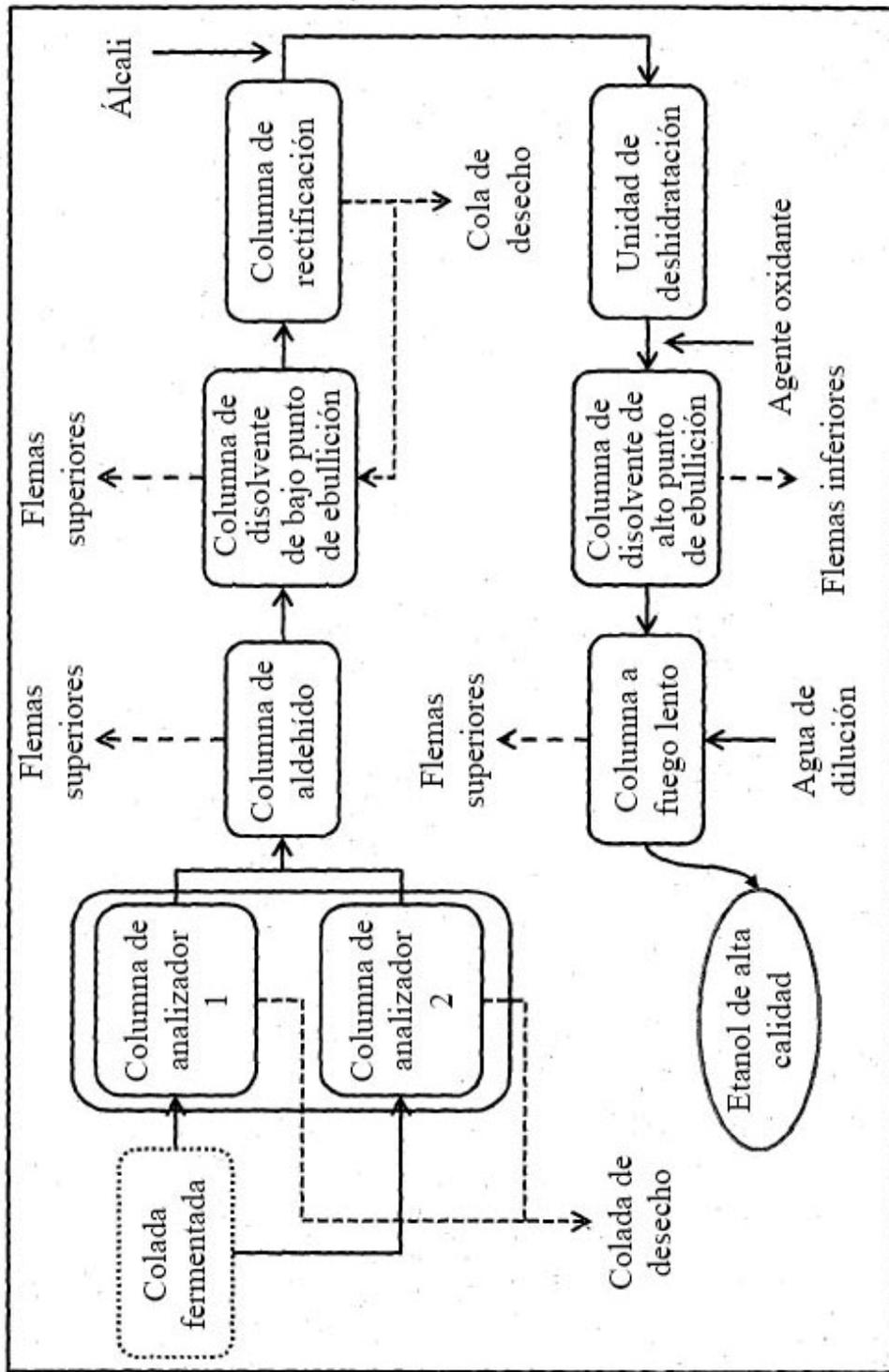


FIGURA 1

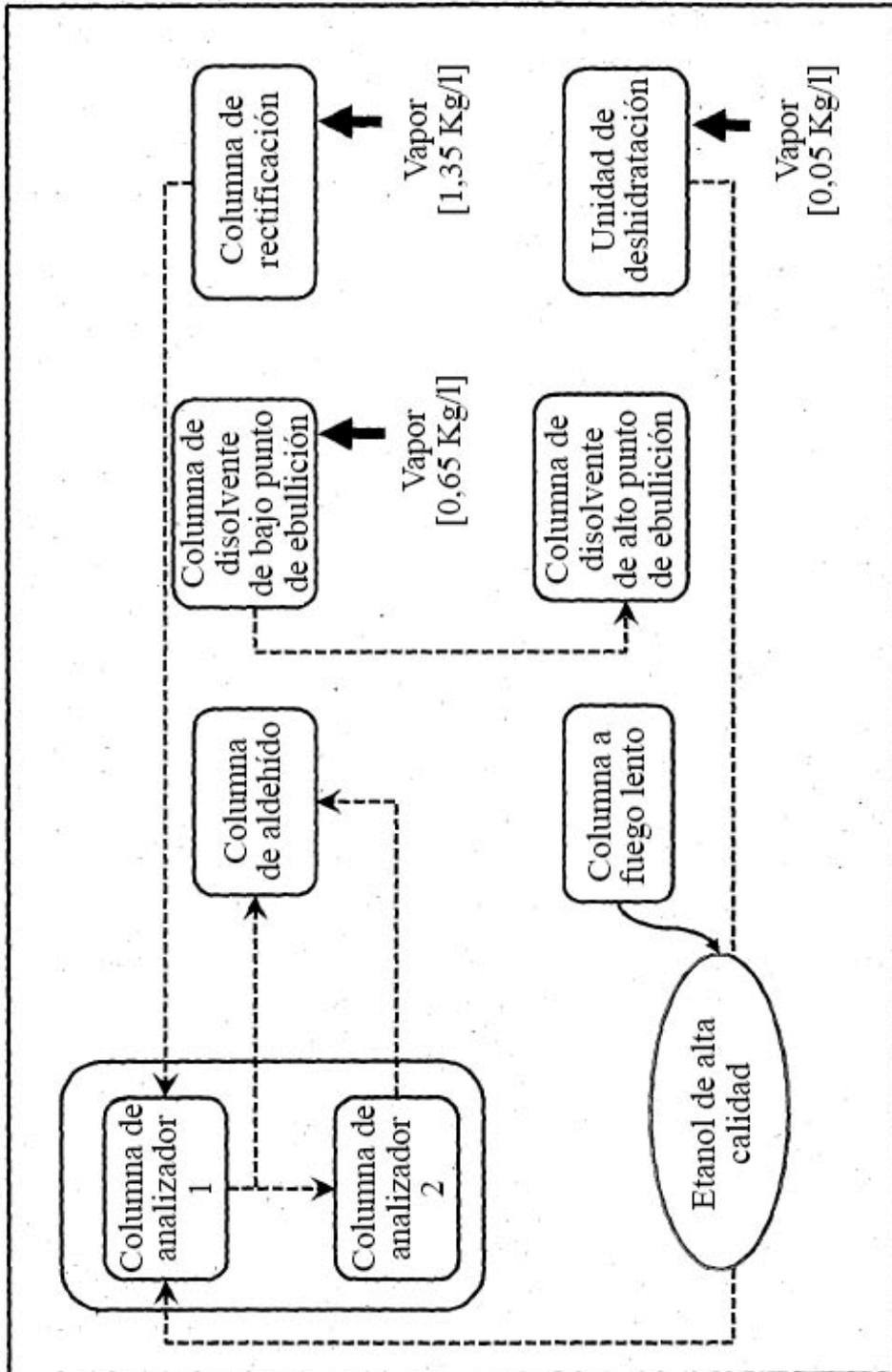


FIGURA 2

