

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1. INTRODUCCION

1.1 ANTECEDENTES

El Ácido Acético diluido y como producto alimenticio comúnmente llamado vinagre, es conocido por el hombre desde hace ya muchos años, originalmente se ha utilizado la fermentación de numerosas frutas, legumbres, cereales, etc., para la obtención de bebidas alcohólicas producto de la transformación de azúcares, como la glucosa ($C_6H_{12}O_6$), en etanol (CH_3CH_2OH).

Probablemente debido a que el método inicial para la producción de alcohol y de vinagre es la fermentación, desde hace muchos siglos, se obtuvo vinagre o Ácido Acético (CH_3COOH) por equivocación.

Siendo así que de manera empírica se determinó que el Ácido Acético puede producirse por la fermentación bacteriana aeróbica y anaeróbica, y por la síntesis química, siendo el proceso de carbonilación el principal mecanismo de su producción.

Ya en el siglo III a.C., el filósofo griego Theophrastus describió la acción del vinagre sobre los metales para la producción de pigmentos, como el blanco de plomo.

En 1823, se diseñó en Alemania un equipo, en forma de torre para la fermentación aeróbica de diferentes productos, con el fin de obtener Ácido Acético bajo la forma de vinagre.

En 1846, Herman Foelbe logró por vez primera la síntesis de Ácido Acético mediante el uso de compuestos inorgánicos. La síntesis iniciaba con la cloración de di sulfuro de carbono y concluía, después de dos reacciones, con una reducción electrolítica a ácido acético.

A finales del siglo XIX y comienzos del siglo XX, debido a las investigaciones de J. Weizmann se comenzó a utilizar la bacteria *Clostridium acetobutylicum* para la producción de Ácido Acético, mediante la fermentación anaeróbica.

A comienzos del siglo XX, la tecnología dominante era la producción de Ácido Acético mediante la oxidación del acetaldehído.

En el año 1925, Henry Dreyfus de la compañía Celanese, diseñó una planta piloto para la carbonilación del metanol. Posteriormente, en el año 1963, la compañía Alemana BASF introdujo el uso de cobalto como catalizador.

Otto Hromatka y Heinrich Ebner (1949) diseñaron un tanque con un sistema de agitación y suministro de aire para la fermentación aeróbica, destinado a la producción de vinagre. Este implemento, con algunas adaptaciones, sigue en uso.

En 1970 la compañía Norteamericana Monsanto, usó un sistema de catalizadores basado en el rodio para la carbonilación del metanol.

Posteriormente, la compañía BP en 1990, introduce el procedimiento Cativa con el uso del catalizador iridio para el mismo fin. Este método resultó ser más eficiente y menos agresivo ambientalmente que el método de Monsanto.

1.2 DISPONIBILIDAD COMERCIAL DE ÁCIDO ACÉTICO

El Ácido Acético está disponible comercialmente en varias concentraciones:

- Ácido Acético glacial (99,7 % de ácido acético, siendo el agua la principal impureza)
- Ácido Acético de grado reactivo (contiene generalmente 36 % de Ácido Acético en peso).
- Soluciones acuosas comerciales (usualmente presentan 28, 56, 70, 80, 85, y 90 % de Ácido Acético).

1.2.1 Principales exportadores de Ácido Acético

En 2018, el **Ácido Acético** fue el producto número 1069 más comercializado del mundo, con un comercio total de 2.79 BUSD. Entre 2017 y 2018, las exportaciones de **Ácido Acético** crecieron un 69.7 %, de 1.64 BUSD a 2.79 BUSD. El comercio de **Ácido Acético** representa el 0.015% del comercio mundial total.

Entre 2017 y 2018, las exportaciones de ácido acético crecieron más rápidamente en Bélgica-Luxemburgo (239 MUSD), China (238 MUSD), Malasia (160 MUSD), China Taipéi (151 MUSD) y Singapur (130 MUSD).

En 2018, los principales exportadores de **Ácido Acético** fueron Estados Unidos (589 MUSD), China (429 MUSD), Bélgica-Luxemburgo (359 MUSD), Malasia (304 MUSD) y Reino Unido (263 MUSD). Tal como se observa en la TABLA I – 1

TABLA I - 1 Principales exportadores de Ácido Acético

Exportadores	Participación en valor en las exportaciones del mundo, % en 2014	Participación en valor en las exportaciones del mundo, % en 2015	Participación en valor en las exportaciones del mundo, % en 2016	Participación en valor en las exportaciones del mundo, % en 2017	Participación en valor en las exportaciones del mundo, % en 2018
EE.UU.	32.20	32.50	32.80	30.30	21.10
China	15.20	9.94	5.64	11.60	15.40
Malasya	29.60	7.65	8.43	8.78	10.90
Corea del Sur	4.46	4.47	5.01	5.08	4.14
Arabia Saudita	5.93	2.16	1.92	2.39	1.12
China Taipéi	7.30	7.21	5.30	1.85	6.50
Singapur	9.60	6.81	8.29	7.50	6.12
Irán	6.13	1.38	1.40	2.14	1.60
Serbia					2.28
Reino Unido					9.43
Luxemburgo					12.9

Fuente: Elaboración propia de OEC, (the observatory of economic complexity), 2020

En el GRAFICO I - 1 se puede apreciar a los principales exportadores de Ácido Acético desde el año 2014 hasta el 2018, según OEC,2020.

GRAFICO I - 1 Principales exportadores de Ácido Acético



Fuente: Elaboración propia de OEC, 2022.

Según el estudio realizado por Observatorio de la Complejidad Económica OEC por sus siglas en inglés, Estados Unidos estuviera dirigiendo la exportación de *Ácido Acético* generando un movimiento económico de 589 MUSD en el año 2018.

1.2.2 Principales Importadores de *Ácido Acético*

En la TABLA I -2 se muestra a los principales importadores de *Ácido Acético* en el año 2018:

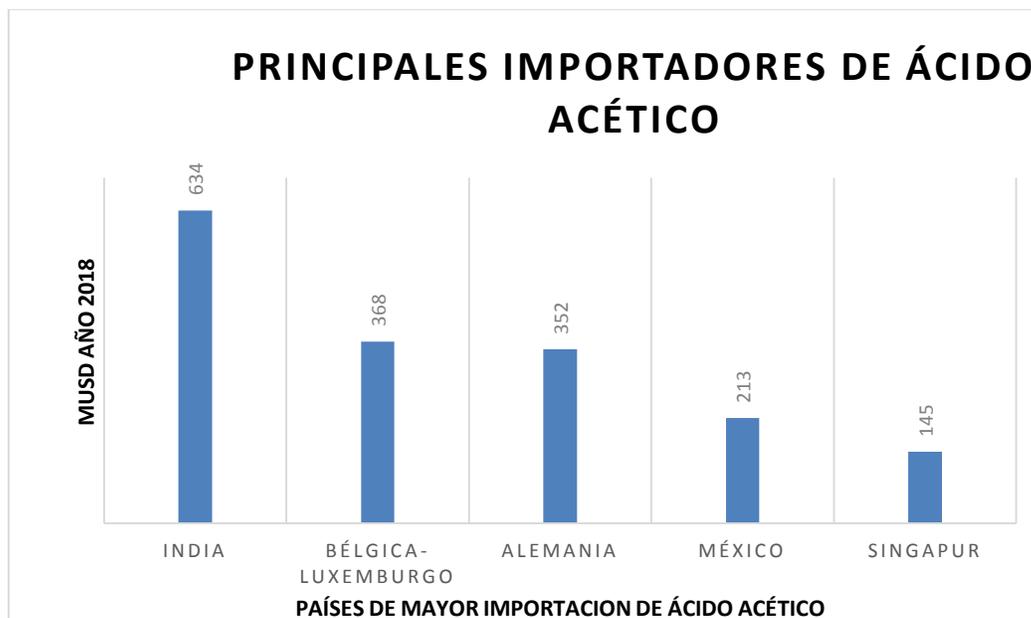
TABLA I - 2 Principales Importadores de *Ácido Acético*

Principales Importadores de <i>Ácido Acético</i>	Millones de dólares (MUSD) año 2018
India	634
Bélgica- Luxemburgo	368
Alemania	352
México	213
Singapur	145

Fuente: Elaboración propia de Veritrade, 2020.

En el GRÁFICO I -2 se observa a India como el mayor importador de *Ácido Acético*, generando 634 MUSD en el año 2018.

GRAFICO I - 2 Principales Importadores de *Ácido Acético*



Fuente: Elaboración propia de Veritrade, 2020.

1.2.3 Principales Importadores de Ácido Acético en Bolivia

Bolivia es un país con muy pequeñas industrias productoras de sustancias químicas, con un monto económico difícil de precisar con exactitud, debido a que la producción de productos químicos en Bolivia es muy limitada, el país se ve obligado a importar la mayor parte de sustancias químicas que se requiere para el mantenimiento y desarrollo de actividades productivas, entre ellas industrias, minería, agricultura y otras. Entre ellas se encuentra el Ácido Acético glacial, como se puede apreciar en la TABLA I – 3.

TABLA I - 3 Principales Importadores de Ácido Acético en Bolivia

Total Importado (USD)	Cantidad Importada (Kg)	Precio Unitario (USD/Kg)	Importadores	Registros
1 238.658	1 161.219	1,07	17	70

Fuente: Elaboración propia de Veritrade, 2021.

1.2.4 Valor CIF Importados USD de Ácido Acético en Bolivia

En la TABLA I – 4 se muestra el Comercio de Ácido Acético registrado en los últimos 5 años hasta el año 2018.

TABLA I - 4 Valor CIF Importados USD de Ácido Acético en Bolivia

AÑO	USD
2014	320.703,00
2015	272.137,20
2016	145.665,80
2017	301.711,30
2018	198.440,30

Fuente: Elaboración propia de Veritrade, 2020

En el GRÁFICO I -3 se puede observar que la máxima importación de Ácido Acético según el valor CIF importados a Bolivia fue el año 2014, generando un movimiento económico de 320.703,00 USD

GRAFICO I - 3 Valor CIF Importados USD de Ácido Acético en Bolivia

Fuente: Elaboración propia, 2020

1.2.5 Principales países de origen de Ácido Acético Importado a Bolivia

La cantidad de sustancias químicas producidas por las diferentes fábricas a nivel mundial, ha crecido exponencialmente en la última década y la globalización ha dado lugar a que estos productos sean transportados y distribuidos a lo largo y ancho de todos los países del mundo. Tal como se muestra en la TABLA I – 5.

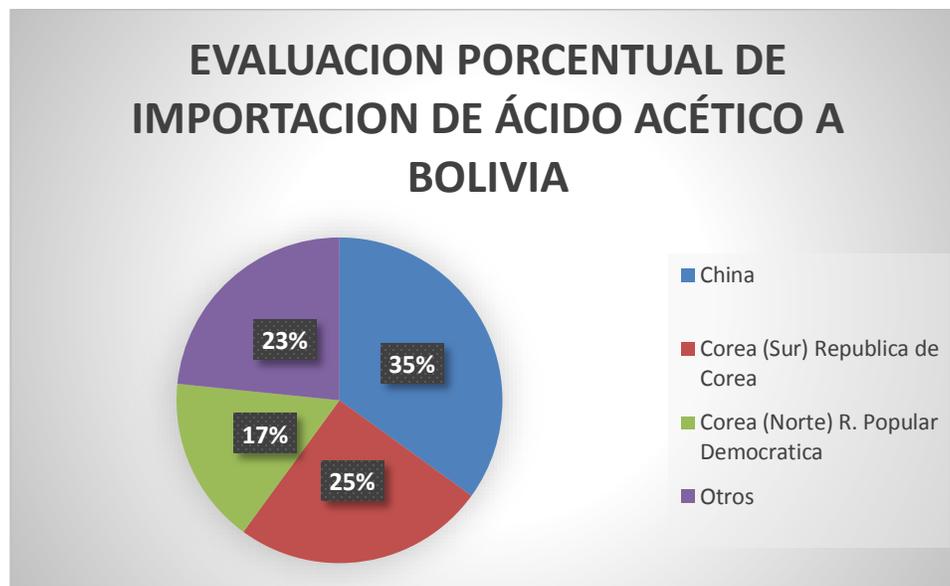
TABLA I - 5 Principales países de origen de Ácido Acético Importado a Bolivia

PAISES DE ORIGEN DE ÁCIDO ACÉTICO	MOVIMIENTO ECONOMICO (USD)	EVALUACION PORCENTUAL %
China	406.916,00	35,00
Corea (Sur) República de Corea	291.573,00	25,10
Corea (Norte) R. Popular Democrática	192.808,00	16,60
Otros	21.754,00	23,40

Fuente: Veritrade, 2020.

El GRÁFICO I – 4 muestra que un 35 % de Ácido Acético que ingresa a Bolivia proviene de la República de China generando un movimiento económico de 406.916,00 USD.

GRAFICO I - 4 Principales países de Origen de Ácido Acético Importado a Bolivia



Fuente: Elaboración propia de Veritrade, 2020

El país de la república popular de China es considerado una potencia por el cual no pasa desapercibida la exportación de ácido acético hacia nuestro país.

1.2.6 Principales Consumidores de Ácido Acético en Bolivia

Los productos químicos en Bolivia son principalmente utilizados por los sectores minero, manufacturero, industrial, agrícola, cosmetología y en menor proporción en los elementos de uso humano entre los que se cita los medicamentos y los aditivos de consumo en alimentación. Tal como se muestra en la TABLA I – 6.

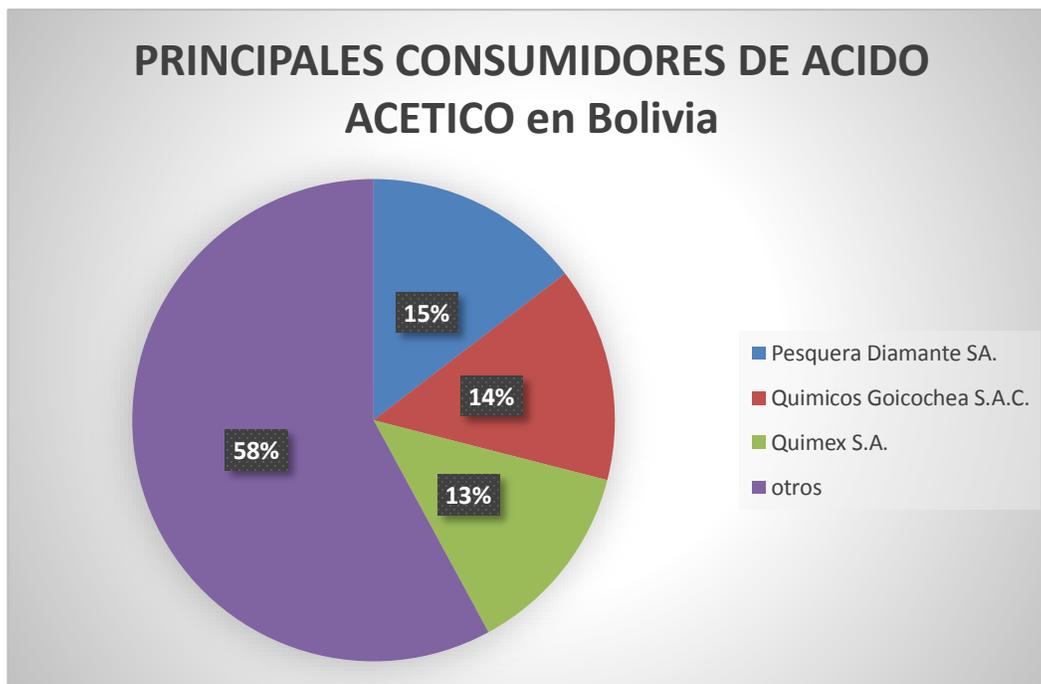
TABLA I - 6 Principales consumidores de Ácido Acético en Bolivia

ADQUIRIENTES DE ÁCIDO ACÉTICO EN BOLIVIA	MOVIMIENTO ECONOMICO USD	EVALUACIÓN PORCENTUAL %
Pesquera Diamante SA.	2. 949,31	14,60
Químicos Goicochea S.A.C.	2.907,54	14,40
Quimex S.A.	2.655,86	13,10
otros	10 .207,27	57,90

Fuente: Veritrade, 2020.

La industria Pesquera Diamante SA. Genera un movimiento económico de 2.949,31 USD en la adquisición de Ácido Acético en Bolivia. En el GRÁFICO I – 5 se puede apreciar su evaluación porcentual.

GRAFICO I - 5 Principales Consumidores de Ácido Acético en Bolivia



Fuente: Elaboración propia de Veritrade, 2020.

Pesquera Diamante S.A. en su producción de Colágeno que optimiza su extracción con el proceso de hidrólisis ácida utilizando Ácido Acético por el cual es el máximo consumidor de Ácido Acético en Bolivia.

Seguido de Químicos Goicochea dedicado al rubro de la cosmética y belleza integral en el cual se utiliza Ácido Acético por sus propiedades funguicidas.

1.2.7 Perspectiva del mercado global de Ácido Piroleñoso

En la TABLA I – 7 se puede observar los Principales fabricantes de Ácido Piroleñoso desde 2014 hasta la fecha

TABLA I - 7 Principales proveedores de Ácido Piroleñoso

PROVEEDOR DE ÁCIDO PIROLEÑOSO	PRESENTACION DE ENVASE	CANTIDAD POR ENVASE (ml)	CANTIDAD POR CAJA(Kg)	PRECIO UNITARIO (USD)	DETALLE
Alternativas ecológicas	Botella rectangular	800		14,33	Empresa privada Boliviana, situada en Tiquipaya-Cbba.
	Botella rectangular	500		7,88	
Dois houten Co.	Botella rectangular, 1 caja (28 Botellas)	506		20,00	Compañía Japonesa occidental, situada en Nagura-cho, Nagata-ku, Ciudad de Kobe, Prefectura de Hyogo.
	Botella redonda, 1 caja (12 Botellas)	1050		32,10	
Lovesoot, Naratanka	1 caja (28 Botellas)		15	220,00	Compañía japonesa
Aoki-bussan,	5 cajas (140 Botellas)		15	880,00	Compañía Japonesa Sakaemachidori, Chuo-ku , Kobe
Seirogan Co.Ltda	2 Cajas (24 Botellas)		13	308,60	Empresa líder Japonesa que aprovecha los alquitranes para la medicina natural
Tagrow Co. Ltda.	5 Cajas (60 Botellas)		13	664,30	Compañía situada en Tianjin China

Fuente: Elaboración propia, recopilado de trademap, 2020.

Estas son algunas de las empresas y compañías que están implementando ácido piroleñoso en su producción, en cuanto a la variación de los precios se pudo rescatar que se debe a la pureza en su presentación, en el tipo de madera utilizada para el producto, como también en la comercialización del mismo, puesto que el enfoque de la utilización del Ácido Piroleñoso

Llega desde el uso cosmetológico, fertilizante natural, como aprovechamiento de los residuos alquitranosos para la medicina natural.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo General

Obtener experimentalmente Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso a escala de laboratorio.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar la materia prima.
- Seleccionar y ejecutar el proceso tecnológico para la obtención experimental de Ácido Acético.
- Seleccionar las variables de operación para la obtención de Ácido Acético.
- Determinar el rendimiento del proceso de extracción seleccionado.
- Determinar las características físicas y químicas del Líquido Piroleñoso y Ácido Acético como sub producto.

1.4 JUSTIFICACIÓN

- Se analizará la posibilidad de optar por industrias alternativas eco amigable, donde se estudiarán a la especie, el contenido de humedad y el tamaño de la madera para el proceso de obtención de Líquido Piroleñoso, mismo que está siendo considerado como un fertilizante natural orgánico y por lo que agro industrias están proyectando implementar en el mercado.
- Con la ejecución de la presente investigación se generarán los datos pertinentes sobre Temperatura y tiempo que necesita el proceso de destilación en seco, con el propósito de obtener un producto final de calidad. Estos resultados generados, aportarán el conocimiento técnico no solo en la destilación en seco, sino en el mejoramiento del Reactor Pirolítico para la obtención de otros sub productos, en base a la normativa técnica vigente, e incentivar a la apertura de una línea de investigación.
- Se busca generar un valor agregado a la materia prima, de ejecutarse causaría varios impactos positivos en la economía del sector agropecuario, en este sentido radica la importancia económica de generar proyectos que contribuyan con diferentes aspectos

que la sociedad demanda como ser la protección al medio ambiente, la calidad del suelo para producir los alimentos naturales del valle central, la calidad del agua al no verse tan contaminada por agroquímicos esparcidos, la calidad del aire, etc.

- En vista que el Ácido Acético tiene diferentes procesos de obtención, en donde en su mayoría vienen en presentaciones de vinagre donde se está proyectando gran crecimiento mundial en los últimos años. En este sentido se demostraría que el Ácido Acético puede obtenerse mediante el proceso de destilación, rompiendo esa brecha tradicionalmente conocida como es el proceso de fermentación.

CAPITULO II

MARCO TEORICO

2. MARCO TEÓRICO

2.1 MATERIA PRIMA

2.1.1 Generalidades de la Madera de Churqui

Se trata de una especie leñosa presente en las quebradas y valles secos del macizo andino central sudamericano y es quizás la especie que se encuentra a mayor altitud. En la mayor parte de su distribución se la conoce como churqui (en Salta, Argentina, churqui jujeño; en Tarija, Bolivia, churqui blanco). Esos nombres vulgares aluden al carácter hórrido de la especie: en quechua, chur = producir molestia; ki = cortar, herir; khishka = espina; takko, taku = algarrobo, árbol. En Salta también se la conoce como algarrobito o algarrobillo. En Tarija (Bolivia), Salta y también Jujuy, se da el nombre de churqui a *Vachellia caven*.

2.1.1.1 Características del Churqui

Es un árbol capaz de soportar periodos prolongados de sequía. Dado su amplio rango de hábitat existen muchas subespecies y variedades de hasta 6 m. de altura, de copa redondeada, corteza castaño oscura con profundas grietas oblicuas. Hojas bipinnaticompuestas, caducas. Flores amarillas, muy pequeñas y perfumadas dispuestas en inflorescencias esféricas compactas con un pedúnculo corto de entre 4 y 18mm.

El fruto es una chaucha leñosa castaño oscura, gruesa, de entre 4 y 7 cm de largo con el extremo punzante. Las semillas son verdosas, duras, de aproximadamente 6mm de diámetro. Su principal característica son sus espinas blancas que llegan a medir hasta seis centímetros de largo y lo defienden de daños de depredadores y sus abundantes ramas sinuosas, que le dan un aspecto rústico.

Su especie soporta heladas a -5 °C, su necesidad de agua es bajo, necesita mucho sol y su crecimiento es rápido y expansible. En el departamento de Tarija, Bolivia, estudios preliminares reflejan poblaciones dominantes en áreas abandonadas después de siembra en terrenos en descanso en barbechos, terrenos baldíos, áridos, colonizan rápido, se encuentran poblaciones desde 400 msnm hasta 3000 msnm.

La floración ocurre en primavera-verano (septiembre-enero). Donde suele ser abundante y más o menos constante. Puede tener dos producciones de fruto: verano y otoño (marzo y mayo).

Los usos de esta planta son variados. En Chile, es usada como alimento para ovejas destinadas a la producción de lana, mientras que, en Bolivia, es usada para la alimentación del ganado caprino.

Algunos la utilizan de manera ornamental, pero su uso preferencial es en el área de la perfumería y la farmacéutica, debido a sus propiedades cicatrizantes y aromáticas. Asimismo, su madera es usada como carbón vegetal.

En la Figura 2 – 1 se muestra una representación gráfica de la especie de churqui *Vachellia caven*.

FIGURA 2 – 1 Árbol de Churqui (especie *Vachellia Caven*)



Fuente: Bolivia Agraria, 2022.

2.1.1.2 Taxonomía del Churqui

El churqui es de la especie *Vachellia caven*, el espinillo, caven, o espino (nombres comunes de varias otras especies), es un árbol o arbusto de hoja caduca de la familia de las fabáceas (*Fabaceae*), presente en Argentina, Bolivia, Chile, Paraguay, Uruguay y el sur de Brasil.

En la Tabla II – 1 se observa la clasificación taxonómica del Churqui.

TABLA II – 1 Taxonomía del Churqui (especie Vachellia Caven)

Reino: Plantae
División: Magnoliophyta
Clase: Magnoliopsida
Orden: Fabales
Familia: Fabaceae
Sub familia: Mimosoideae
Genero: Vachellia
Especie: Vachellia Caven

Fuente: Saggio sulla Storia Naturale del Chili, 2023.

2.1.2 Generalidades del Líquido Piroleñoso

El Líquido o Licor Piroleñoso es el condensado en bruto, de la destilación seca de la madera, y se compone principalmente de agua. “Es un líquido sumamente contaminante nocivo, corrosivo que debe ser tratado correctamente para obtener los sub productos para la venta”. (FAO, 2003).

Es importante destacar que, sea cual sea la madera o mezcla de maderas empleadas en la Pirolisis, la composición cualitativa del Líquido Piroleñoso es la misma, o sea; se encuentra los mismos constituyentes. (Navas, 2003).

(Petroff y Doat, 1978) mencionan lo siguiente, “El análisis cuantitativo, revela algunas diferencias puesto que los rendimientos totales en Piroleñosos no son idénticos para todas las especies”, (pág., 16).

La destilación seca es el calentamiento de materiales sólidos para producir productos gaseosos (que pueden condensarse en líquidos o solidos viscosos)

(Salchi, Blasina Morales, 2009) dan referencia al término de “Pirolisis que aplica a cualquier proceso de compuestos orgánicos de alto peso molecular se someten a un tratamiento térmico (200-800°C), en una atmosfera reductora, cuyo contenido en oxigeno no pasa del 20% para

la combustión” (pág. 36). De acuerdo a esta definición, quedan comprendidos procesos conocidos desde la Antigüedad, como la carbonización de la madera.

Urien (2013) menciona que el Ácido Piroleñoso “se obtiene por condensación de los gases generados durante el proceso de pirolisis. También se denomina aceites pirolíticos, bioaceites, aceites combustibles, líquidos de madera y destilado de madera”. (Pág., 7).

2.1.2.1 Composición química del Líquido Piroleñoso

Para la composición química del líquido piroleñoso podemos “aseverar que el líquido piroleñoso está constituido por dos fases:

- 1) Acido piroleñoso; que es una solución acuosa de coloración marrón con varios componentes a saber: ácido acético, metanol, alquitrán y otros constituyentes menores.
- 2) Alquitrán insoluble, es un producto de coloración negra, más denso y viscoso, que se separa del anterior por gravedad. Es un compuesto de carácter fenólico contiene ácido orgánico y compuestos oxigenados”. (López, pag.13).

Al dejarse en reposo, el Líquido Piroleñoso se separa en dos capas consistentes el alquitrán insoluble en el agua y la capa acuosa que contiene los otros productos químicos. Es así que la capa acuosa contiene los alquitranes solubles en agua que son un complejo de productos químicos alquitranosos, Ácido Acético, Metanol, Acetona, Metilacetona y pequeñas cantidades de ácidos más complejos y otras sustancias. Precisamente esta capa acuosa es objeto de nuestro estudio para obtener el Ácido Acético.

A continuación, en la TABLA II – 2 se presenta un resumen de los constituyentes mayoritarios presentes en el Líquido Piroleñoso y su proporción.

TABLA II - 2 Constituyentes mayoritarios del Líquido Piroleñoso

LIQUIDO PIROLEÑOSO 40-60 %			
Todos los valores en porcentaje de madera seca			
Ácido Piroleñoso 35-45%		Asfaltos 5-20 %	
<u>Componente</u>	%	<u>Componente</u>	%
Acetona	0,1- 0,15	Monofenoles	0,2-1
Acetato de metilo	0,1- 0,3	Guayacol	0,1-1
Acetato de etilo	0,1	Cresol	0,4-1
Metanol	0,5-1	Brea	4-9
Etanol	< 0,5	Resina(pino resinoso)	20-6
Ácido acético	1-5		
Ácido propionico	<0,1		
Ácido fórmico	<0,1		
Ácidos superiores	<0,2		

Fuente: Vergnet Villanueva (1984)

2.1.3 Rendimientos de la destilación en seco

(López, J., 2001) hace mención a Fundacao *centro Tecnológico de Minas Gerais* (1980), afirmando que como consecuencia de la disminución del rendimiento del carbón vegetal los rendimientos en líquidos y gases tienen tendencia a aumentar y que las edades de 8, 10, y 12 años de las especies investigadas no influenciaron en los rendimientos de carbón, gas condensable y gas no condensable.

Referente a trabajos sobre destilación en seco, (Taranco, et.al., 1991), determinó que destilando diez especies de madera de la zona del río Nanay en retorta y a temperatura comprendida entre 400 y 500°C, obtuvieron rendimientos promedios de 31,10% de carbón, 6,30% de alquitrán y 35,20% de ácido piroleñoso. Por otra parte, Remigio (1983), destilando cuatro maderas del Perú determinó un rendimiento promedio de carbón en 29,74%, alquitrán insoluble 17,24%, Ácido Piroleñoso 28%. Dávila y Najjar (1981), realizando la destilación seca en la especie capirona determinó un rendimiento de 43,90% en carbón, 45,67% en Ácido Piroleñoso y 11,57% de alquitrán; Lupuna 45% en carbón, 40% de Ácido Piroleñoso y 15,6% de alquitrán; Marupa 45% de carbón, 43% de Ácido Piroleñoso y 12% de alquitrán.

Meder (1986), cuantificando el rendimiento de carbón y el Líquido Piroleñoso de Machimango blanco determino 29,29% de carbón, y 54,85% de Líquido Piroleñoso, Rifari 26,76% de carbón y 52,23% de Líquido Piroleñoso; Huamanzamana, 24,47% de carbón y 51,02% de líquido piroleñoso. Afirma, además, que los rendimientos de carbón y de líquido piroleñoso de las especies estudiadas, son directamente proporcionales a sus densidades básicas.

Para su mejor comprensión de esta referencia se procede a tabular y graficar los rendimientos de la destilación en seco del Ácido Piroleñoso según las fuentes investigadas tal como lo muestra la TABLA II– 3.

TABLA II – 3 Rendimientos promedios en la destilación en seco

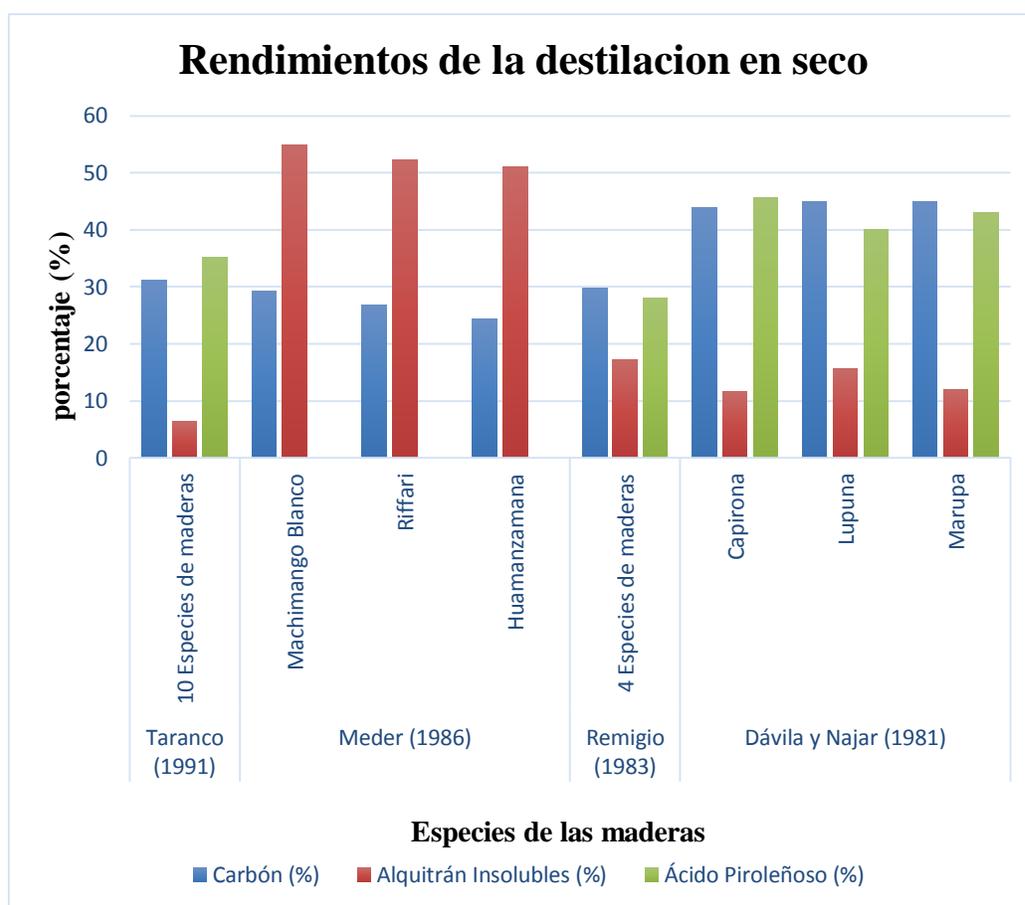
Fuente de Investigación	Especies de maderas	Carbón (%)	Alquitrán Insolubles (%)	Ácido Piroleñoso (%)
Taranco (1991)	10 Especies de maderas	31,10	6,30	35,20
Meder (1986)	Machimango Blanco	29,29	54,85	
	Riffari	26,76	52,23	
	Huamanzamana	24,47	51,02	
Remigio (1983)	4 Especies de maderas	29,74	17,24	28,00
Dávila y Najjar (1981)	Capirona	43,90	11,57	45,67
	Lupuna	45,00	15,60	40,00
	Marupa	45,00	12,00	43,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Se puede observar que el mayor rendimiento de Ácido Piroleñoso es de 45,67 %, mediante el método utilizado por Dávila y Najjar con la especie de madera Capirona cuya densidad es 0.76 (g/cm³).

Como también se destaca la especie de madera Machimango Blanco con un rendimiento de 54,85 %, pero el mismo se encuentra en forma de mezcla de Ácido Piroleñoso y Alquitranes Insolubles. En el GRAFICO II – 1 se muestra la incidencia de cada especie según las fuentes de Investigación.

GRAFICO II – 1 Rendimientos promedios de la destilación en seco



Fuente: Elaboración propia, 2021.

2.1.4 Factores Influyentes en la destilación en seco de la madera

Las características de la madera como materia prima tienen un efecto significativo sobre la elección y el comportamiento del equipo de carbonización, del método a seguir y de la cantidad de sub productos que se pueda obtener.

Los tres factores importantes son: las especies, el contenido de humedad y las dimensiones de la madera misma.

2.1.4.1 Especies

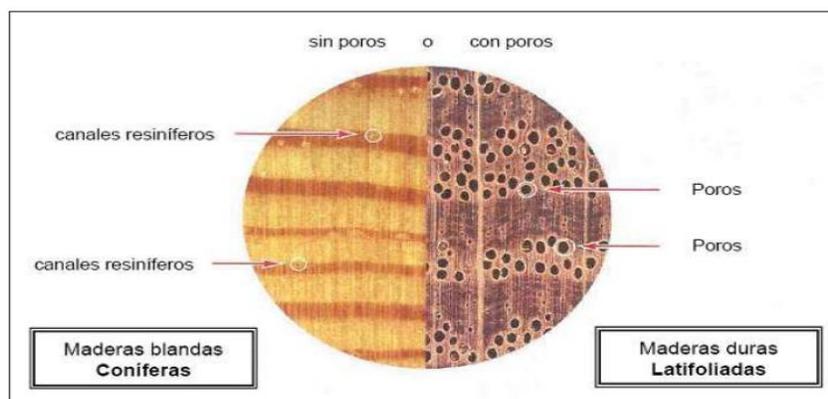
Por lo general todas las especies de madera pueden ser carbonizadas para producir carbón vegetal utilizable. Hay una variación en el contenido de cenizas en diferentes maderas, pero por lo general esto no es significativo. La corteza, sin embargo, tiene un contenido de ceniza alto y la estructura del carbón vegetal de corteza es demasiado friable (que se desmenuza fácilmente), como para que pueda ser útil en la mayoría de los usos. La corteza, por lo tanto, no debería ser usada en lo posible, o la cantidad de corteza que se carga con la madera debe ser mínima.

Las coníferas producen generalmente un carbón vegetal más blando, más friable que las latifoliadas, pero cuando hay una gran disponibilidad a precios convenientes, constituyen una buena materia prima y producen todo tipo de carbón vegetal.

Cuando es posible elegir una fuente leñosa, como cuando se hacen plantaciones para producir madera, se justifica elegir las especies y manejar su crecimiento para obtener carbón vegetal con óptimas propiedades. Las especies de eucalipto producen un carbón vegetal bueno y denso, y son las especies que se prefieren para plantaciones con este fin. Antes de plantar especies no ensayadas y poco conocidas, deben hacerse pruebas atentas.

En la FIGURA 2 – 2 se puede apreciar una diferencia importante entre estos dos grupos de maderas.

FIGURA 2 – 2 Diferencia entre especies de madera Coníferas y Latifoliadas



Fuente: (Rodríguez M. A., 2019).

2.1.4.2 Contenido de Humedad

La humedad, en la madera que se ha cerrado en el horno, tiene que ser evaporada consumiendo madera adicional y con ella se baja el rendimiento global. También se extiende el tiempo para completar el ciclo de carbonización aumentando así los costos. El volumen de la madera no estacionada es también mayor que el de la madera seca y la fracción rellena del horno es por lo tanto marginalmente reducida cuando se emplea madera verde. La madera se seca en el aire sin ningún costo energético. Los costos del secado al aire son principalmente financieros, más las pérdidas de madera por podredumbre de hongos y ataques de insectos. Es necesario llegar a un balance óptimo de tiempos en el secado, para que se elimine la mayor cantidad de humedad durante el período inicial cuando la pérdida de humedad es rápida. Los costos financieros son menores y la pérdida de madera por insectos y hongos es aún limitada. Alrededor de tres meses de secado es quizás óptimo, pero varía con el clima y con la clase de madera.

2.1.4.3 Tamaño de la madera

La velocidad de carbonización se relaciona estrechamente con el tamaño de la madera. Las piezas grandes de madera se carbonizan lentamente, puesto que la transferencia del calor en el interior de la madera es un proceso relativamente lento. El aserrín, por ejemplo, puede ser carbonizado muy rápidamente, pero la carbonilla en polvo, así producida, tiene bajo valor en el mercado. Por otro lado, los troncos de diámetro grande de especies densas se quiebran al carbonizar, dando carbón vegetal más friable del común.

2.1.5 Disponibilidad de materia prima (Líquido Piroleñoso)

En base a todos los procesos que se ha llevado a cabo a lo largo de la historia en la obtención de Ácido Acético de diferentes materias primas existe otra posibilidad más de su obtención a partir de la recuperación de subproductos químicos de los vapores liberados cuando se convertían las maderas latifoliadas en carbón vegetal que se obtiene artificialmente quemando madera apilada en ausencia de oxígeno para que su combustión sea parcial este proceso se conoce como pirolisis. El carbón vegetal se utilizó mucho como combustible, pues tiene más poder calorífico que la madera.

Estos vapores liberados pueden ser atrapados mediante un sistema de destilación en seco y el mismo se obtiene un condensado en bruto.

2.2 ÁCIDO PIROLEÑOSO COMO COMPONENTE DEL LÍQUIDO PIROLEÑOSO

El Ácido Piroleñoso obtenido de los humos de las carboneras, están integrados por un 80 a 90% de agua y muchos compuestos orgánicos; entre ellos, el Ácido Acético y el alcohol metílico. (Guevara, Ruiz, & águila, 2017). Los otros componentes, fuera del agua, son alquitranes de madera, tanto los solubles en agua como los insolubles, el Ácido Acético, el metanol, la acetona y otros complejos químicos en menores cantidades.

CELSI (1964), “asevera que los líquidos que destilan entre 170 a 270°C, son los más importantes y constituyen el Ácido Piroleñoso integrado por una mezcla de otros productos propales como alcohol metílico, acetona, y Ácido Acético. “Otro producto líquido, viscoso, pardo y negruzco es el alquitrán, en la retorta queda el carbón vegetal”. (López, pag.13).

2.2.1 Rendimientos del Ácido Piroleñoso

La economía de la recuperación de los subproductos depende del rendimiento de los componentes más valiosos, especialmente el Ácido Acético, pero también de la mezcla de metanol con acetona. El rendimiento varía mucho con la clase de madera destilada. Madera con un elevado contenido de pentosanos (densidad alta), como el haya europea (*Fagus spp*) da un alto rendimiento de destilaciones de madera, citados por varios autores, varían mucho. No solamente la clase de madera, pero también el tipo de planta, de elaboración, su eficiencia de condensación, la eficiencia de la refinación de los subproductos y otros, todos ellos influyen sobre los rendimientos. Es por ello de suma importancia, antes de hacer inversiones para la recuperación de subproductos, tener una cierta seguridad sobre qué clase de rendimientos pueden esperarse. Por ejemplo, una planta en Europa puede ser económica si trabaja con hayas y vecina a buenos mercados para el ácido acético puro. Pero una planta que trabaja con eucalipto o con mezcla de latifoliadas tropicales, lejos de los mercados para sus productos, y que obtenga sólo la mitad del rendimiento de ácido, puede ser bastante antieconómica. Por lo tanto, se necesitarán pruebas en escala real, para determinar qué rendimiento serán probables con la madera que realmente será carbonizada. Son esenciales los estudios de mercado y diseños cuidadosos de la planta. Como orientación, pueden tomarse como típicos los siguientes rendimientos de latifoliadas como se ve en la TABLA II - 4:

TABLA II – 4 Rendimiento de Ácido Piroleñoso

ÁCIDO ACÉTICO	50 kg
Metanol	16 "
Acetona y metilacetona	8 "
Alquitranes solubles	190 "
Alquitranes insolubles	50 "

Fuente: (estudio FAO, 2012).

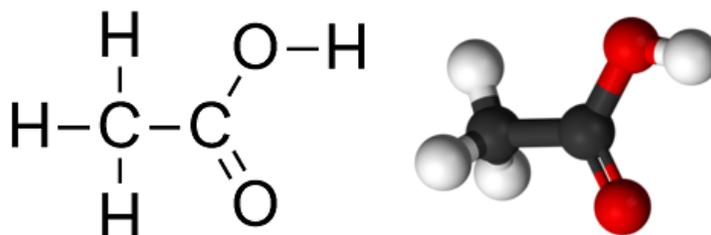
2.3 ÁCIDO ACÉTICO

El Ácido Acético o ácido etanoico es uno de los ácidos carboxílicos más utilizados tanto en la industria química como en la alimentaria, es un líquido orgánico incoloro cuya fórmula química es CH₃COOH. Cuando se disuelve en agua se obtiene una mezcla muy conocida llamada vinagre, utilizada como aditivo en los alimentos desde hace mucho tiempo.

El vinagre es una solución acuosa de Ácido Acético con una concentración al 5% aproximadamente.

Su fórmula basta para darse cuenta de que está formado por la unión de un grupo metilo (CH₃) y un grupo carboxilo (COOH), siendo el grupo carboxilo el que le confiere las propiedades ácidas a la molécula. Después del ácido fórmico, HCOOH, es uno de los ácidos orgánicos más simples, como se puede ver en la FIGURA 2 – 3.

FIGURA 2-3: Estructura molecular del Ácido Acético



Fuente: (Numero CAS, 2016)

En disolución acuosa, puede perder el protón del grupo carboxilo para dar su base conjugada, el acetato. Su pka es 4,8 a 25°C, lo cual significa, que al pH moderadamente ácido de 4,8.

La mitad de sus moléculas se habrán desprendido del protón. Esto hace que sea un ácido

débil y que, en concentraciones adecuadas, pueda formar disoluciones tampón con su base conjugada. La constante de disociación a 20°C es $K_a = 1,75 \cdot 10^{-5}$. Es de interés para la química orgánica como reactivo, para la química inorgánica como ligando, y para la bioquímica como metabolito (activado como acetil-coenzima A). También se utiliza como sustrato, en su forma activada, en reacciones catalizadas por las enzimas conocidas como acetiltransferasas y, en concreto, histona acetiltransferasas. (Suresh, Bala, 2003).

2.3.1 Características del Ácido Acético

El Ácido Acético (también llamado ácido metilcarboxílico o ácido etanoico), es un ácido orgánico de dos átomos de carbono, se puede encontrar en forma de ion acetato. Su fórmula es $\text{CH}_3\text{-COOH}$ ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$), siendo el grupo carboxilo el que le confiere las propiedades ácidas a la molécula. Este es un ácido que se encuentra en el vinagre, siendo el principal responsable de su sabor y olor agrio.

De acuerdo con la IUPAC se denomina sistemáticamente ácido etanoico.

2.3.2 Propiedades Físicas del Ácido Acético

El ácido etanoico tiene las siguientes propiedades físicas:

- Líquido higroscópico.
- Incoloro.
- Olor punzante (a vinagre).
- Punto de ebullición de 118,05°C.
- Punto de fusión de 16,6°C.

2.3.3 Propiedades Químicas del Ácido Acético

El ácido etanoico tiene las siguientes propiedades químicas:

- Soluble en agua, alcohol, éter, glicerina, acetona, benceno, y tetracloruro de carbono.
- Es disolvente prótico hidrófilo (polar), similar al etanol y al agua. Con una permitividad estática relativa moderada (constante dieléctrica) de 6.2, disuelve no solo compuestos polares como sales inorgánicas y azúcares, sino también compuestos no polares como aceites y solutos polares. Es miscible con polares y no polares disolventes tales como agua, cloroformo y hexano. Con alcanos superiores (comenzando con octano), el Ácido Acético no es miscible

en todas las composiciones y la solubilidad del Ácido Acético disminuye con n-alcanos más largos. Las propiedades de disolvente y miscibilidad del Ácido Acético lo convierten en un producto químico industrial útil, por ejemplo, como disolvente en la producción del tereftalato de dimetilo.

- Anhidro cristaliza a 17°C tomando un aspecto parecido al hielo, conocido como Ácido Acético glacial.

- Momento dipolar de 1,74 D

Podemos rescatar sus propiedades físicas y químicas en la TABLA II – 5.

TABLA II - 5 Propiedades físicas químicas del Ácido Acético.

Estado físico	Líquido higroscópico
Color	Incoloro
Olor	olor muy picante (vinagre)
Umbral olfativo	0,037 a 0,15 ppm
pH	1 M = 2,4 0,01 M = 3,4
Punto de fusión	16.6 °C
Punto de ebullición	118 °C
Punto de inflamación	43 °C
Tasa de evaporación	0,24 g/m ² a 25°C y viento a 4,5 m/s
Límites de explosión	5,4 % V/V Superior: 16 % V/V
Presión de vapor a 20°	11.4 mm Hg
Densidad relativa de vapor (aire=1)	2,07
Densidad relativa (agua=1)	1,05
Solubilidad en agua	Miscible
Solubilidad en otros disolventes	Soluble en alcohol, glicerina y éter. Insoluble en sulfuro de carbono
Coefficiente de reparto n-octanol/agua (Log pow)	-0,31 -0,17
Temperatura de auto inflamación	426 °C
Temperatura de descomposición	321.67 °C
Peligro de explosión	Por encima de 40 °C es muy peligroso, produce gases inflamables.
Viscosidad	1,22 cp
Coefficiente de reparto n-octanol/agua (Log pow)	Miscible

Fuente: Hoja de seguridad ácido acético MSDS, mayo, (2016)

2.3.4 Riesgos en la manipulación del Ácido Acético

Los peligros de las soluciones de Ácido Acético dependen de la concentración.

La TABLA II – 6 enumera la clasificación de la UE de soluciones de Ácido Acético:

TABLA II – 6 Clasificación del riesgo por manipulación del Ácido Acético

Concentración por peso (%)	Molaridad (mol/l)	Clasificación
10 – 25	1,67 – 4,16	Irritante (Xi)
25 – 90	4,16 – 14,99	Corrosivo (C)
> 90	> 14,99	Corrosivo (C), Inflamable (F)

Fuente: Directiva 67/548/ CEE (2015)

Como todo ácido debe ser manejado con cuidado, especialmente cuando se encuentra concentrado. Puede producir quemaduras en la piel cuando la exposición es prolongada. Algunos riesgos en la manipulación del ácido acético se pueden ver en la TABLA II – 7.

TABLA II - 7 Riesgos en la manipulación del Ácido Acético

INGESTIÓN	- Dolor de garganta. - Vómito, diarrea. - Dolor abdominal. - Sensación de quemazón en el tracto digestivo.
INHALACIÓN	- Dolor d garganta - Dificultad respiratoria -tos
PIEL	- Irritación. - Graves quemaduras.
OJOS	- Irritación. - Visión borrosa. - Quemaduras profundas.

Fuente: (Speight, G., 2002).

2.3.5 El Ácido Acético en la actualidad

El ácido acético, al ser un producto químico de base, tiene multitud de utilidades, la gran mayoría de ellas de corte industrial. De entre todas estas utilidades podemos destacar:

- Fabricación de sus respectivos esteres, principalmente los acetatos disolventes como el de vinilo y el de celulosa (principal aplicación)

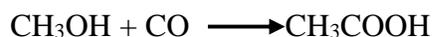
- Elemento clave en la síntesis de PTA (ácido tereftálico)
- Fabricación de anhídrido acético y cloroacético, así como acetatos metálicos.
- En industria textil es utilizado en tinturas y estampados.
- Utilizado también en la industria del fertilizante.
- Fabricación de vinagre sintético.
- En industria alimentaria se utiliza en la confitura de vegetales
- En la coagulación de pigmentos y colorantes.
- En síntesis orgánica se utiliza como disolvente (obtención de cloruro de acetyl)
- En fotografía es utilizado en el proceso de revelado.
- En general para la preparación de numerosos productos industriales y farmacéuticos.

Esta amplia gama de utilidades otorga a nuestro producto, a priori, una gran variedad de posibles compradores, tal y como corresponde a un producto orgánico de base. (Castro, et al., 2017).

2.3.6 Métodos de obtención de Ácido Acético

2.3.6.1 Carbonilación del Metanol

En este proceso, el metanol y el monóxido de carbono reaccionan para producir Ácido Acético, de acuerdo a la ecuación química:



El proceso de síntesis involucra al yodo metano como un intermediario, y sucede en tres pasos. Se necesita un catalizador, generalmente un complejo metálico, para la carbonilación en la etapa.

1. $\text{CH}_3\text{OH} + \text{HI} \rightarrow \text{CH}_3\text{I} + \text{H}_2\text{O}$
2. $\text{CH}_3\text{I} + \text{CO} \rightarrow \text{CH}_3\text{COI}$
3. $\text{CH}_3\text{COI} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_3\text{COOH} + \text{HI}$

2.3.6.2 Oxidación del acetaldehído

Previo a la comercialización del proceso Monsanto, la mayor parte del Ácido Acético era producido por oxidación del acetaldehído. Este permanece como segundo método más importante de fabricación, aunque no es competitivo con la carbonilación del metanol.

El acetaldehído puede ser producido por oxidación del butano o nafta ligera, o por hidratación del etileno.

Cuando el butano o la nafta ligera son calentados con aire en la presencia de varios iones metálicos, incluyendo los de manganeso cobalto y cromo; se forma el peróxido y luego se descompone para producir Ácido Acético según la ecuación química:



2.3.6.3 Destilación Simple y extracción con solvente orgánico

El Ácido Piroleñoso se lleva al destilador simple controlando la temperatura hasta 118°C que es la temperatura de ebullición del Ácido Acético.

Una vez que los vapores empiezan a separarse del licor soluble, pasan por el sistema de enfriamiento para luego condensarse a la temperatura requerida. Este proceso se lleva a cabo con todas las muestras obtenidas del Líquido Piroleñoso.

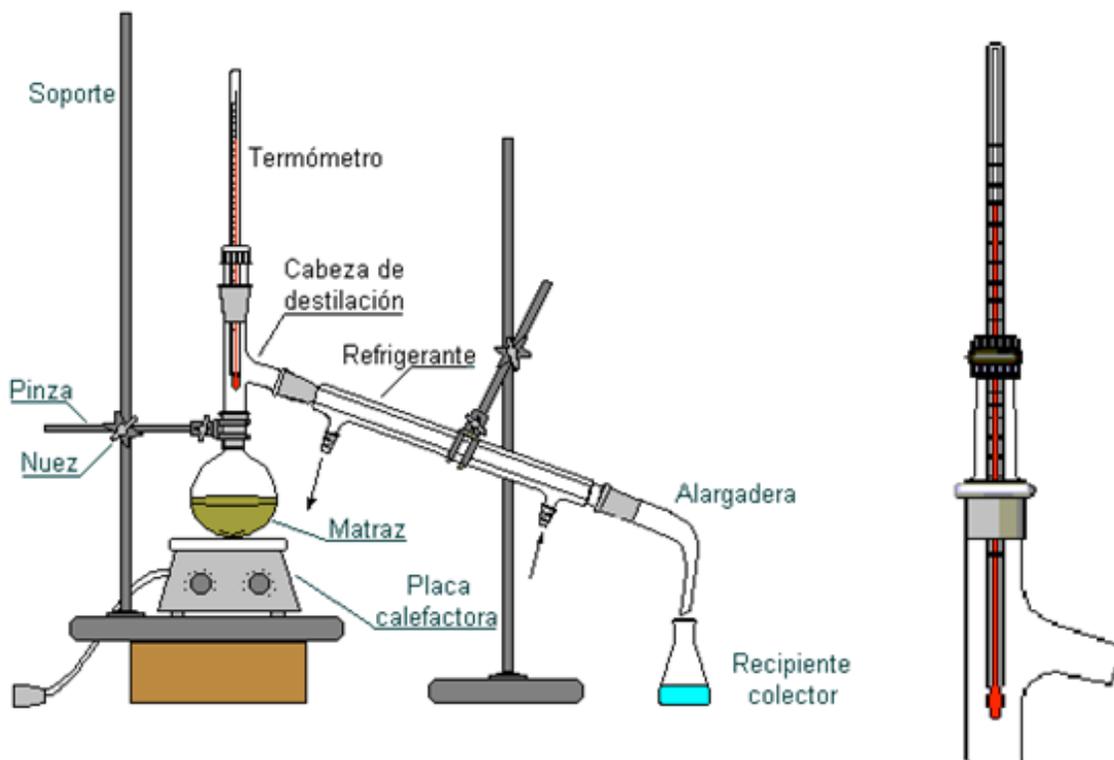
La mezcla del destilado contiene el producto deseado (Ácido Acético) más un producto secundario (agua). Los mismos no pueden ser separados mediante un proceso físico como el que hemos estado utilizando hasta el momento, la situación es que el Ácido Acético forma azeotropos con el agua.

La extracción en fase líquida es la operación de transferencia de materia en un sistema de dos fases líquidas. Los componentes de una disolución se separan al ponerse en contacto con otro líquido inmiscible o parcialmente miscible, distribuyéndose selectivamente entre las dos fases líquidas. Se denomina soluto al componente que se separa (Ácido Acético), disolvente al que se introduce para crear una nueva fase y separarlo (éter), y diluyente a aquél del que se quiere separar el soluto (agua).

Todo este proceso se lo lleva cabo en una ampolla de decantación una vez agitada la solución ternaria se espera a que se separen las dos fases. Pasado este tiempo tendremos una solución principal de Ácido Acético y éter.

Para la recuperación del disolvente volvemos al sistema de destilación simple controlado a 40°C (temperatura de ebullición del éter) quedando en nuestro balón de destilación Ácido Acético. En la FIGURA 2 – 4 se puede observar un equipo de destilación simple.

FIGURA 2 – 4 Diagrama y montaje de una destilación simple



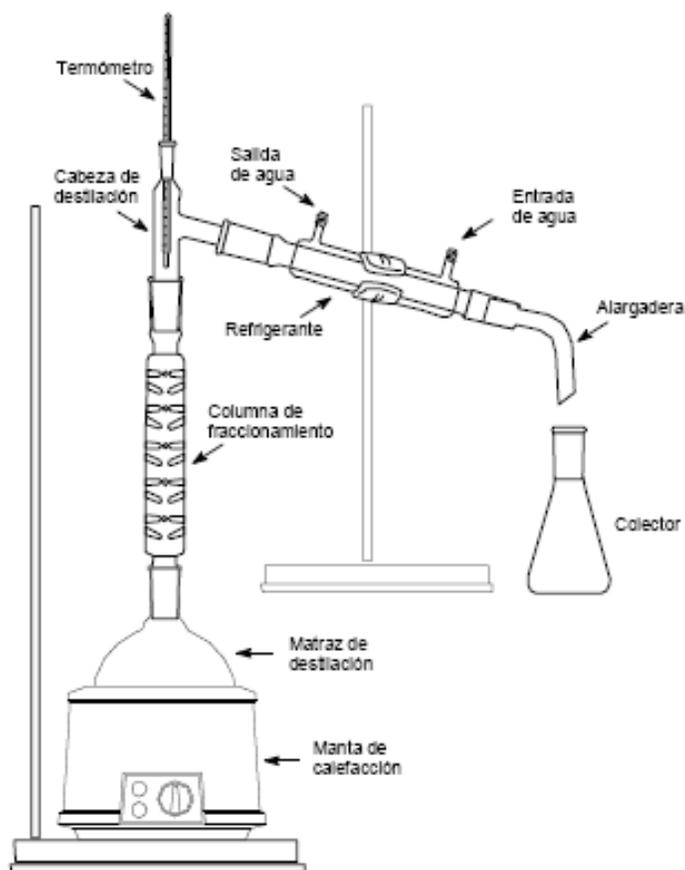
Fuente: (Química experimental de Biotecnología del tecnológico de monterrey, 2020).

2.3.6.4 Destilación Fraccionada

Equipo de destilación fraccionada en vidrio borosilicato. Se utiliza para la separación de sustancia miscible cuyos puntos de ebullición difieran en menos de 25°C.

La principal diferencia con el equipo de destilación simple es que, en este caso, entre el matraz esférico o de destilación y la pieza acodada se acopla una columna de fraccionamiento.

En la FIGURA 2 – 5 se muestra el diagrama y montaje de un equipo de destilación fraccionada.

FIGURA 2 – 5 Diagrama y montaje de una destilación fraccionada

Fuente: (Revista Química orgánica, preparaciones de destilaciones por diferentes métodos, 2020).

2.3.6.5 Destilación en el rotavapor

Un evaporador rotativo o mejor conocido como rotavapor/ rotavap es un dispositivo utilizado en laboratorios de análisis químicos para la eliminación de un solvente orgánico volátil proveniente de una mezcla de reacción o un proceso como la extracción líquido – líquido. Aunque esta operación, en principio, podría realizarse por destilación simple, el método más rápido y conveniente es el uso de un rotavapor para la destilación a presión reducida.

Básicamente, consiste en un motor eléctrico, que causa la rotación de un tubo unido. A continuación, se muestra en la FIGURA 2 – 6 el esquema del rotavapor que se encuentra en laboratorio de operaciones unitarias.

FIGURA 2 – 6 Esquema de un Rotavapor

Fuente: (Destilación Teórica, 2020).

2.4 SELECCIÓN DEL PROCESO EXPERIMENTAL

En cuanto a la selección del proceso experimental se determinó optar por el proceso de evaporación rotatoria, debido principalmente a la accesibilidad del equipo en el laboratorio de operaciones unitarias, puesto que esta fase experimental se desarrolla a escala de laboratorio siendo primordial demostrar que existe Ácido Acético en el licor o Líquido Piroleñoso.

Mencionado esta aclaración se muestra la TABLA II – 8 de ventajas y desventajas del proceso de destilación por evaporación rotatoria.

2.4.1 Selección del Proceso de destilación evaporación rotatoria

Para la selección del proceso de destilación por evaporación rotatoria se consideró las siguientes ventajas y desventajas tal como se muestra en la TABLA II – 8.

TABLA II - 8: Ventajas y desventajas del método de destilación por evaporación Rotatoria

PROCESO	VIABILIDAD	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Evaporación rotatoria	Es viable	<ul style="list-style-type: none"> -Es una extracción más pura, que garantiza un óptimo porcentaje del producto final. -No es necesario utilizar solvente en el proceso de extracción. -Es viable realizar en el laboratorio de química, puesto que el equipo es accesible. 	<ul style="list-style-type: none"> -Se extrae en tiempos mayores que en otro método. -Es un equipo delicado y costoso. - La calidad del producto no sería tan puro como lo esperado.
Titulación ácido base	Es viable	<ul style="list-style-type: none"> -Sea por destilación simple o fraccionada, en ambas es necesario llevar a cabo este proceso. -Es un proceso cuyo principio del método está bien determinado 	<ul style="list-style-type: none"> -Los resultados pueden no coincidir con la bibliografía esto varía de acuerdo a la pureza del licor piroleñoso. - Puede variar los resultados por no factorizar adecuadamente el NaOH
Medición del pH	Es viable	<ul style="list-style-type: none"> -Accesible en el laboratorio. 	<ul style="list-style-type: none"> -Los resultados no coincidan con los resultados obtenidos en la bibliografía.

Fuente: (Elaboración propia, 2020).

CAPITULO III

METODOLOGIA DE LA INVESTIGACION

3. METODOLOGIA DE INVESTIGACION

3.1 METODOLOGÍA UTILIZADA PARA LA OBTENCIÓN DE RESULTADOS

A continuación, se detalla la metodología empleada en el trabajo de investigación para la obtención de los resultados experimentales.

3.1.1 Análisis de la materia prima

Los análisis fueron realizados en laboratorios con la certificación adecuada

- Centro de análisis, investigación y desarrollo (CEANID).
- Laboratorio de operaciones unitarias (LOU) perteneciente a la carrera de Ingeniería Química de la U.A.J.M.S.

En la tabla III – 1 se detalla los parámetros fisicoquímicos determinados para el Líquido Piroleñoso.

TABLA III – 1 Parámetros fisicoquímicos determinados del Líquido Piroleñoso.

PARÁMETRO	TÉCNICA	MÉTODO	UNIDAD
Acidez Total (como ácido acético)	Volumetría	NB 322004-2004	(g/100 ml)
Cenizas	Gravimetría	NB 322007-2004	%
Contenido de alcohol	Alcoholimetría	NB 254-1978	(°GL)
pH (acidez iónica)	Potenciometría	NB 322010-2004	-

Fuente: Elaboración propia, 2021

3.1.2 Análisis del Ácido Acético

Los análisis fueron realizados en laboratorios con la certificación adecuada de:

- Centro de análisis, investigación y desarrollo (CEANID).
- Laboratorio de operaciones unitarias (LOU) perteneciente a la carrera de Ingeniería Química de la U.A.J.M.S.

En la TABLA III – 2 se detalla los parámetros fisicoquímicos determinados para el Ácido Acético.

TABLA III – 2 Parámetros fisicoquímicos determinados en el Ácido Acético

PARÁMETRO	TÉCNICA	MÉTODO	UNIDAD
Acidez Total (como Ácido Acético)	Volumetría	NB 322004-2004	(g/100 mL)
Acidez fija (como Ácido Acético)	Volumetría	NB 322004-2004	(g/100 mL)
Acidez Volátil (como Ácido Acético)	Cálculo	-	(g/100 mL)
pH (acidez iónica)	Potenciometría	NB 322010-2004	-

Fuente: (Elaboración propia, 2021).

3.2 DISEÑO FACTORIAL

3.2.1 Diseño factorial Destilación en seco

Un diseño factorial con dos factores consiste en experimentar con todos los tratamientos que se obtienen al combinar cada nivel de un factor con los niveles de otro (Peña, D. 2002).

El diseño factorial para la primera destilación (Destilación en seco), es de dos factores a dos niveles cada uno de los factores con dos repeticiones, por lo tanto, se tendrá un número de experimentos de:

$$2^2 = 4 * 2 \text{ repeticiones} = 8 \text{ experimentos}$$

Las variables identificadas son las siguientes: Tiempo y Temperatura de destilación y la variable respuesta vendría a ser el rendimiento.

- **Tiempo:** Según (Brown, 1989), nos enfatiza la necesidad de controlar el tiempo en un rango de 150 – 210 minutos para caracterizar la concentración de ácido acético en la muestra de ácido piroleñoso con el fin de mejorar su rendimiento.
- **Temperatura:** De igual forma Brown citado por (Vásquez, 1989) asevera que las trazas menores a 250 °C contienen gases no condensables, vapor de agua, CO₂, etc.

Mientras que las temperaturas comprendidas entre 250 a 350°C contienen trazas con menores cantidades de agua y mayor enriquecimiento en ácido acético, Así mismo, (FAO, 1983) señala que un parámetro que regula la composición química del carbón vegetal durante la destilación es la temperatura; al aumentar esta variable, disminuye el rendimiento del carbón porque aumenta el rendimiento del líquido y los gases que destila la madera, por lo tanto, también disminuye el contenido de material volátil.

- **Rendimiento:** Bravo, citado por Ordaz (2003) y FAO (1983), señalan que un mayor contenido de holocelulosa aumenta la producción de destilados, disminuyendo el rendimiento de carbón y la lignina aumenta la producción de carbón. Las hemicelulosas son los compuestos responsables de la mayor formación de ácido acético durante la descomposición térmica (Oliveira, citado por Santos et al. 2010), por tanto, podemos concluir que el rendimiento se ve afectado por la densidad de la madera y la cantidad de hemicelulosa presente en las muestras. El mismo se determinó mediante las expresiones utilizadas por Taranco, Cabudivo y Da Cunha (1991), Rivera (1987), Remigio (1983) y Fundacao Centro Tecnológico de Minas Gerais (1982).

ECUACION 3 – 1 Rendimiento en peso (Líquido Piroleñoso)

$$R = \frac{P_2}{P_1} * 100$$

Donde:

R: Rendimiento de Líquido Piroleñoso, en porcentaje

P₁: Peso de la carga de madera, en Kg.

P₂: Peso del Líquido Piroleñoso, en Kg.

En la TABLA III – 3 se detallan los niveles de las variables identificadas para la destilación en seco del Líquido Piroleñoso.

TABLA III – 3 Niveles de las variables para la Destilación en seco del Líquido Piroleñoso

Variables	Unidad de medida	Dominio experimental	
		Nivel (1)	Nivel (2)
Temperatura de destilación	Grados Celsius (°C)	250	350
Tiempo de destilación	Minutos (min)	210	150

Fuente: (Elaboración propia, 2020).

En la TABLA III-4 y en la TABLA III – 5 se muestra la matriz, plan de experimentos y las combinaciones de las variables en sus dos niveles a realizar para cada una de las muestras para la destilación en seco del Líquido Piroleñoso.

TABLA III – 4 Matriz y Plan de experimentos para la Destilación en seco del Líquido Piroleñoso

PRUEBA	Matriz de experimentos		Plan de experimentación	
	Variable	Variable	Temperatura	Tiempo
	A	B	(°C)	(min)
1	-	-	250	150
2	-	+	250	210
3	+	-	350	150
4	+	+	350	210

Fuente: (Elaboración propia, 2020).

TABLA III – 5 Combinaciones de las variables para la destilación en seco del Líquido Piroleñoso

N° Muestras	A _{ij}	B _{ij}	Respuesta I (V)	Respuesta II (V)
1	-	-	A ₁₁ B ₁₁	A ₁₂ B ₁₂
2	-	+	A ₂₁ B ₁₁	A ₂₂ B ₁₂
3	+	-	A ₁₁ B ₂₁	A ₁₂ B ₂₂
4	+	+	A ₂₁ B ₂₁	A ₂₂ B ₂₂

Fuente: (Elaboración propia, 2020).

Donde:

i: Nivel

j: Repetición

A: Tiempo (min)

B: Temperatura (°C)

(R): Rendimiento del Líquido Piroleñoso (%).

Hipótesis Nula

$$H_0 = A_{11} = A_{21} = A_{12} = A_{22} = 0$$

$$H_0 = B_{11} = B_{21} = B_{12} = B_{22} = 0$$

$$H_0 = A_{11}A_{11} = A_{21}B_{11} = A_{11}B_{21} = A_{21}B_{21} = A_{12}B_{12} = A_{22}B_{12} = A_{12}B_{22} = A_{22}B_{22} = 0$$

Hipótesis Experimental

$H_1 = A_{11}B_{11} \neq A_{21}B_{11} \neq A_{11}B_{21} \neq A_{21}B_{21} \neq A_{12}B_{12} \neq A_{22}B_{12} \neq A_{12}B_{22} \neq A_{22}B_{22} =$ No todas las interacciones A_{ij}B_{ij} son 0

Hipótesis: El tiempo y la Temperatura influyen significativamente en la obtención de Líquido Piroleñoso.

En la Tabla III – 6 se detallan las interacciones durante la etapa de destilación en seco del Líquido Piroleñoso.

TABLA III – 6 Interacciones de las variables en la destilación en seco de Líquido Piroleñoso

N° Muestras	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Rendimiento (%)
M1	250	150	35,43
M2	250	210	49,60
M3	350	150	58,82
M4	350	210	66,24
M5	250	150	37,19
M6	250	210	48,45
M7	350	150	58,37
M8	350	210	67,92

Fuente: (Elaboración propia, 2021).

Tomando en cuenta el rendimiento de 67,92 % en la primera fase experimental; resalta la muestra M8 donde se obtuvo mayor volumen de Líquido Piroleñoso con una temperatura de 350 °C en un tiempo promedio de 210 minutos, y de acuerdo a este resultado se obtuvo una cantidad de 2100 (l) de Líquido Piroleñoso a partir de 68 (kg) de madera seca de churqui en 7 días tomando en cuenta las pausas, correcciones de volumen, correcciones de peso de las muestras de madera, enfriamiento del reactor, partida del punto de ignición. Por tanto, si la destilación fuera de manera constante con la carga definida de madera, el tiempo sería de 1 día en obtener 2 litros de Líquido Piroleñoso.

Para la caracterización química se realizó una re-destilación del Líquido Piroleñoso de esta manera se determinó los principales componentes químicos existentes en la solución.

3.2.2 Destilación de Ácido Acético por evaporación rotatoria

Con el resultado respuesta de la destilación en seco del Líquido Piroleñoso se dio continuidad a la destilación por evaporación rotatoria, manteniendo constantes el tiempo de 25 (min) y la temperatura de 118 (°C).

Las variables identificadas son las siguientes:

- **Acidez titulable:** Se utiliza este método para determinar la cantidad total de ácido en una muestra del Líquido Piroleñoso por titulación usando una solución de Hidróxido de Sodio (titulante).
- **pH:** Es el parámetro complementario para la obtención de Ácido Acético y de esta forma asegurar que la serie de experimentos lleguen a su objetivo demostrativo principal.
- **Rendimiento:** Se determinó la masa del Ácido Acético (mac) la cual fue referida a la masa total del Líquido Piroleñoso, para hallar su rendimiento (Rac %) mediante la siguiente formula:

ECUACION 3 – 2 Rendimiento del Ácido Acético

$$Rac = \frac{mac}{lp} * 100$$

Donde:

Rac %: rendimiento del Ácido Acético (%)

mac: masa de Ácido Acético (g)

lp: masa del Líquido Piroleñoso al 100 % (g)

3.3 DESCRIPCION DE LOS MATERIALES Y EQUIPOS UTILIZADOS EN EL PROCESO DE DESTILACION EN SECO Y DESTILACION POR EVAPORACION ROTATORIA

El desarrollo de la parte experimental del presente proyecto de investigación aplicada obtención de Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso. Se prosiguió de la siguiente manera:

- En la primera fase, se obtuvo el Líquido Piroleñoso, dicha obtención se realizó en los ambientes del Laboratorio de Operaciones Unitarias, puesto que fue necesario diseñar y construir el reactor pirolítico.
- En la segunda fase, se realizó la obtención del Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso en los ambientes del Laboratorio de Operaciones Unitarias (L.O.U) perteneciente a la carrera de Ingeniería Química de la U.A.J.M.S.
- En la tercera fase, se hizo una prueba experimental visual sobre el enraizado en las plantas al ser tratados con Líquido Piroleñoso de manera que respondemos a la caracterización de sus propiedades enraizadoras y fungicidas.

3.3.1 Descripción de los equipos empleados en la realización de la parte experimental

Los equipos empleados para la realización de la parte experimental fueron los siguientes.

3.3.1.1 Reactor pirolítico

Se diseñó un reactor pirolítico para la captación de gases condensables provenientes de la madera de churqui, según las dimensiones específicas de la madera. Además, que para este proceso se tomó en cuenta un proceso combinado aeróbico y anaeróbico, el mismo que consta de unos respiradores y un condensador, tal como se muestra en la FIGURA 3 – 1 (ver Anexo B Especificaciones técnicas del equipo TABLA – 1b).

FIGURA 3 – 1 Reactor pirolítico



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.3.1.2 pH metro

El pH metro o potenciómetro es un sensor utilizado en el método electroquímico para medir el pH de una disolución la determinación de pH (potencial de hidrogeno) Es la medida de acidez o de alcalinidad de una sustancia, es decir que es la concentración de iones de hidrogeno y ácidos débiles los cuales van a formar una valoración numérica. Por ejemplo, los números a partir de 0 a 7 indican las soluciones acidas y del 7 a 14 son las soluciones alcalinas, por lo tanto, si una sustancia es más acida su pH cercano será 0 y si es más alcalina su pH estará cerca al número 14. El equipo utilizado se muestra en la FIGURA 3 – 2. (Ver Anexo B Especificaciones técnicas del equipo TABLA - 2b).

FIGURA 3 – 2 pH metro



Fuente: Materiales de laboratorio, 2021.

3.3.1.3 Balanza Analítica Electrónica

Se utilizó una balanza con un mayor rango de medida.

Tal como se muestra en la FIGURA 3 – 3. (Ver Anexo B Especificaciones técnicas del equipo TABLA -3b).

FIGURA 3 – 3 Balanza Analítica Electrónica



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.3.1.4 Secador infrarrojo termo control

Con este equipo se determina la humedad de manera rápida, fue utilizado para determinar el porcentaje de agua presente en las muestras de madera del churqui, tal como se observa en la FIGURA 3 - 4 (Ver Anexo B Especificaciones técnicas del equipo TABLA - 4b).

FIGURA 3 – 4 Secador infrarrojo termo control



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.3.1.5 Destilador por evaporación rotatoria

Este equipo es conocido comúnmente como rotavapor se utilizó para la destilación del Ácido Acético de esta manera se pudo controlar con mayor eficiencia la temperatura y el tiempo de destilación, tal como se muestra en la FIGURA 3 – 5. (Ver Anexo B Especificaciones técnicas del equipo, TABLA – 5b).

FIGURA 3 – 5 Destilador por evaporación rotatoria



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.3.2 Descripción de los Materiales utilizados en la realización de la parte experimental.

Los materiales empleados para la realización de la parte experimental se detallan en la TABLA III-7.

TABLA III – 7 Material de Laboratorio

MATERIAL	ESPECIFICACIONES	CANTIDAD
Bureta	50 (mL)	1
Pipeta	10 (mL)	1
	1 (mL)	1
Vaso de precipitación	250 (mL)	1
Matraz Erlenmeyer	250 (mL)	1
Matraz aforado	250 (mL)	1
Matraz de fondo redondo	500 (mL)	2
Probeta	100 (mL)	1
embudo	50 (mm)	1
Varilla	-	1
Envases de vidrio	250 (ml)	16
Tubos de ensayo	-	2
mortero	-	1

MATERIAL	ESPECIFICACIONES	CANTIDAD
Pizeta	500 (mL)	1
Papel filtro	Pliegue	1
Soporte universal	-	1
Pinza doble nuez	-	1
Embudo de plástico	200 (mm)	1
Envases recolectores	250 (mL)	2
Gradilla	-	1
Envases desechables	150 (mL)	8

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.3.3 Descripción de los Reactivos empleados en la realización de la parte experimental

Para la valoración ácido –base mediante titulación se emplearon los reactivos detallados en la TABLA III-8.

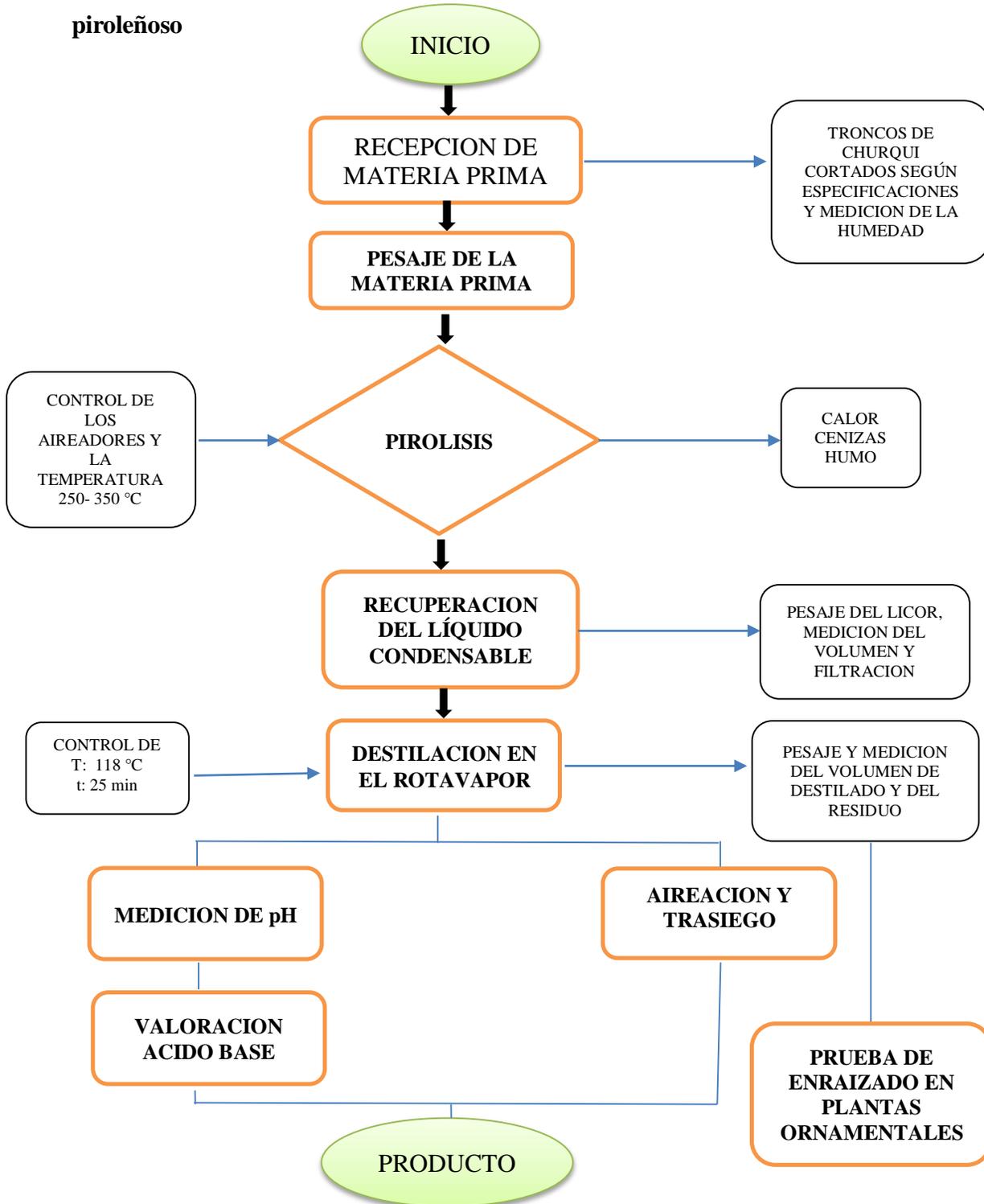
TABLA III – 8 Reactivos usados en laboratorio

REACTIVOS	CANTIDAD	CONCENTRACION
Hidróxido de Sodio (0.01N)	1 (L)	0,01 N
Fenolftaleína	100 (mL)	0,1 %
Agua destilada	8 (L)	

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.4 DESCRIPCION DEL METODO DE INVESTIGACION

Diagrama de flujo III – 1 Proceso de obtención de ácido acético a partir del Líquido piroleñoso



Fuente: Elaboración propia, 2021.

3.5 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE ÁCIDO ACÉTICO A PARTIR DEL LÍQUIDO PIROLEÑOSO

3.5.1 Recepción de la materia prima

Se realizó la selección de maderas latifoliadas de especie dura existentes en la región y se determinó que el churqui o algarrobo era la mejor opción tomando las siguientes consideraciones:

- Existe en abundancia en la región.
- Es de fácil adquisición.
- Es la especie comúnmente utilizada para la obtención de carbón vegetal.

En la FIGURA 3 – 6 se muestra la recepción de la materia prima de una localidad cercana.

FIGURA 3 – 6 Recepción de materia prima



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.2 Pesado de la materia prima (madera)

Es necesario realizar el pesaje de la materia prima que se introduce al reactor pirolítico, tal como se muestra en la FIGURA 3 – 7, para posteriormente poder hacer los cálculos respectivos y tener un detalle más exacto de la cantidad de licor que se destila.

FIGURA 3 – 7 Pesado de la madera y corte



Fuente: Elaboración propia, 2020.

En la TABLA III – 9 se tabula los datos del peso de las muestras de madera en gramos y kilogramos.

TABLA III – 9 Peso de las muestras de madera

MUESTRA	PESO DE LA MADERA (kg)	PESO DE LA MADERA (g)
M1	9,50	9500
M2	9,30	9300
M3	9,25	9250
M4	9,60	9600
M5	9,70	9700
M6	9,65	9650
M7	9,80	9800
M8	9,85	9850
M8	9,85	9850

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.3 Determinación de la humedad de la materia prima (madera de churqui)

Para determinar la humedad de la principal materia prima, se tomó una muestra de madera de churqui (en gramos) y se secó en el secador infrarrojo termo control, puesto que es más confiable y acelera el proceso de deshidratación de la muestra, lanzando un dato del 33% de Humedad, como se puede ver en la FIGURA 3 - 8.

FIGURA 3 – 8 Determinación de la humedad del churqui



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.4 Pirolisis

Una vez que se pesó la materia prima se procede a encender el reactor, es un proceso delicado puesto que emite demasiado humo, se recomienda realizar este proceso en un espacio abierto y lejos de la ciudad o caso contrario en un lugar alto, una vez encendido el reactor se controla con un termómetro la temperatura de 250°C y 350°C respectivamente así, como también los tiempos de 150 minutos (2 hora y 30 minutos) y de 210 minutos (3 horas y 30 minutos), paulatinamente; se activa los aireadores ubicados en los laterales del reactor ya que es un proceso aeróbico, posteriormente se enfría externamente el condensador y al final del mismo se coloca un filtro de esponja para reducir el paso de hollín, y destilar un Licor Piroleñoso más limpio, pasado el tiempo de combustión se mide el volumen del condensado, el peso del carbón obtenido y se cuantifica los resultados para realizar el balance de materia correspondiente.

En la FIGURA 3 – 9 se puede apreciar cómo se llevó a cabo la pirolisis de la madera y la obtención de las primeras gotas del condensado en seco del Líquido Piroleñoso.

FIGURA 3 – 9 Pirólisis de la materia prima (madera de churqui)



Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.5 Obtención del Ácido Piroleñoso

Una vez obtenido el líquido condensable es necesario tapar el recipiente que lo contiene y guardar el mismo por dos semanas, esto para lograr que la fase orgánica (Alquitranes insolubles muy pesados) precipite de forma natural, esto es importante para separar la fase acuosa ya que es de esta fase de la que se obtiene el Ácido Acético, cabe destacar que por medio del filtro se obtuvo mayor cantidad de Ácido Piroleñoso. Posteriormente se realiza un re filtrado antes de iniciar la destilación en el rotavapor.

En la FIGURA 3 – 10 se puede apreciar una de las destilaciones en seco del reactor pirolítico de Ácido Piroleñoso, decantando brea en la parte inferior, posteriormente se pesó la muestra en la balanza analítica del laboratorio de operaciones unitarias.

FIGURA 3 – 10 Ácido Piroleñoso



Fuente: Elaboración propia, 2020.

En la TABLA III – 10 se puede observar los datos obtenidos.

TABLA III - 10 Peso del Líquido Piroleñoso

N° Muestras	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Peso de la madera (g)	Volumen del ácido piroleñoso (mL)	Peso del ácido piroleñoso (g)	Peso del carbón y cenizas (g)	Gases/vapor de agua perdidos (g)
M1	250	150	9500	348	349,23	5500	3651
M2	250	210	9300	341	342,10	5700	3258
M3	350	150	9250	339	339,01	5950	2961
M4	350	210	9600	352	353,12	5620	3627
M5	250	150	9700	356	357,22	5600	3743
M6	250	210	9650	354	355,25	5650	3645
M7	350	150	9800	359	360,00	5800	3640
M8	350	210	9850	361	362,41	5750	3738

Fuente: Elaboración propia, 2021.

3.5.6 Destilación del Ácido Acético en el rotavapor

Para hacer las destilaciones en el rotavapor se pesó las muestras a un volumen constante de 100 (mL) por muestra y se llevó con sumo cuidado al rotavapor, donde se utilizó aceite de girasol semi refinado (P_{eb} 232 °C) para el baño de fluido calentado puesto que el rotavapor fue programado a una Temperatura de 118°C por un tiempo de 25 min. Tal como se muestra en la FIGURA 3 – 11.

FIGURA 3 – 11 Destilación en el rotavapor



Fuente: Elaboración propia, 2020.

En la tabla III – 11 Se puede observar la cantidad del re destilado y los pesos correspondientes.

TABLA III – 11 Datos de la destilación del Ácido Acético en el rotavapor

N° Muestras	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Volumen del Líquido Piroleñoso (mL)	Volumen del redestilado (mL)	Volumen del residuo (mL)
M1	118	25	100	51,00	41,00
M2	118	25	100	55,00	43,00
M3	118	25	100	54,50	42,00
M4	118	25	100	56,00	37,00
M5	118	25	100	73,00	27,00
M6	118	25	100	54,50	41,00
M7	118	25	100	63,50	33,00
M8	118	25	100	61,50	35,00
M9 replica	118	25	100	71,00	25,00
M10 replica	118	25	100	62,00	37,00
M11 replica	118	25	100	59,00	40,00
M12 replica	118	25	100	64,00	33,00
M13 replica	118	25	100	60,50	35,00
M14 replica	118	25	100	63,00	34,00
M15 replica	118	25	100	61,00	36,00
M16 replica	118	25	100	57,00	41,00

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.7 Aireación y trasiego

En esta fase de la parte experimental se identificó una variable que no había sido contemplada que es el olor del producto.

El producto presenta un olor punzante a vinagre, y una combinación de aromas fenólicos como el guayacol (olor a quemado) que se encuentra disuelto en las muestra, por lo que fue necesario hacer una aireación para que se volatilice el guayacol, se realizaron dos trasiegos más debido a que el aroma a quemado se quedaba impregnado en el envase, este factor fue difícil eliminarlo por completo. Sin embargo a pesar de que presenta un olor a quemado, a medida que va pasando el tiempo, el mismo va desapareciendo gradualmente.

En la FIGURA 3 – 12 se observan las muestras del 1 al 16 en el proceso de aireación.

FIGURA 3 – 12 Aireación, trasiego de re destilado



Fuente: Elaboración propia, 2020.

En la TABLA III – 12 se tabula los datos de la masa del Líquido Piroleñoso antes de ser introducido en el rotavapor, así mismo se pesó la masa del Ácido Acético y del residuo en el balón, realizando pruebas de la existencia de alcoholes como el metanol a 64.7 °C y de las cetonas a 58° C aproximadamente según datos de la bibliografía, se pudo apreciar que las muestras de Líquido Piroleñoso analizadas carecen de estos componentes, por tanto, se determinó tomar la Temperatura de 118°C directamente, siendo esta la temperatura de ebullición del Ácido Acético.

TABLA III – 12 Datos en masa de la destilación en el rotavapor

N° Muestras	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Masa del Líquido Piroleñoso (g)	Masa del Ácido Acético (g)	Masa del residuo (g)
M1	118	25	101,29	51,77	47,37
M2	118	25	101,41	54,60	44,08
M3	118	25	101,39	54,09	42,89
M4	118	25	101,29	56,42	38,24
M5	118	25	101,88	73,20	27,14
M6	118	25	100,13	54,10	41,68
M7	118	25	101,46	64,23	33,12
M8	118	25	101,31	62,20	34,99
M9 replica	118	25	100,79	71,29	25,12
M10 replica	118	25	100,20	61,53	35,97
M11 replica	118	25	101,19	60,10	34,88
M12 replica	118	25	101,06	64,39	33,23
M13 replica	118	25	100,79	61,28	34,80
M14 replica	118	25	100,36	63,52	33,32
M15 replica	118	25	100,13	60,93	34,25
M16 replica	118	25	101,00	57,48	38,34

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.8 Medición del pH

Se realizó la medición y tabulación del pH para asegurarse de la obtención de la solución acida comprendidas entre los rangos que aconseja bibliografía. En la FIGURA 3 – 13 se muestra el ensayo del pH.

FIGURA 3 – 13 Medición del pH



Fuente: Elaboración propia, 2020.

En la TABLA III – 13 se puede apreciar los datos obtenidos del pH de las muestras del re destilado.

TABLA III – 13 Datos del pH de las muestras del re destilado

N° Muestras	Volumen del redestilado (mL)	pH
M1	51,00	3,40
M2	55,00	3,50
M3	54,50	3,50
M4	56,00	3,70
M5	73,00	3,60
M6	54,50	3,50
M7	63,50	3,70
M8	61,50	3,60
M9 replica	71,00	3,60
M10 replica	62,00	3,40
M11 replica	59,00	3,60
M12 replica	64,00	3,50
M13 replica	60,50	3,70
M14 replica	63,00	3,40
M15 replica	61,00	3,60
M16 replica	57,00	3,50

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.5.9 Valoración ácido – base

Para acondicionar a los valores establecido de acidez total dentro del diseño factorial se realizó una valoración ácido base mediante titulación. (Ver Anexo C Técnica empleada para valoración ácido – base). Tal como se puede ver en la FIGURA 3 – 14.

FIGURA 3 – 14 Valoración ácido – base



Fuente: Elaboración propia, 2020.

En la tabla III – 14 se detalla los datos obtenidos de la valoración ácido - base.

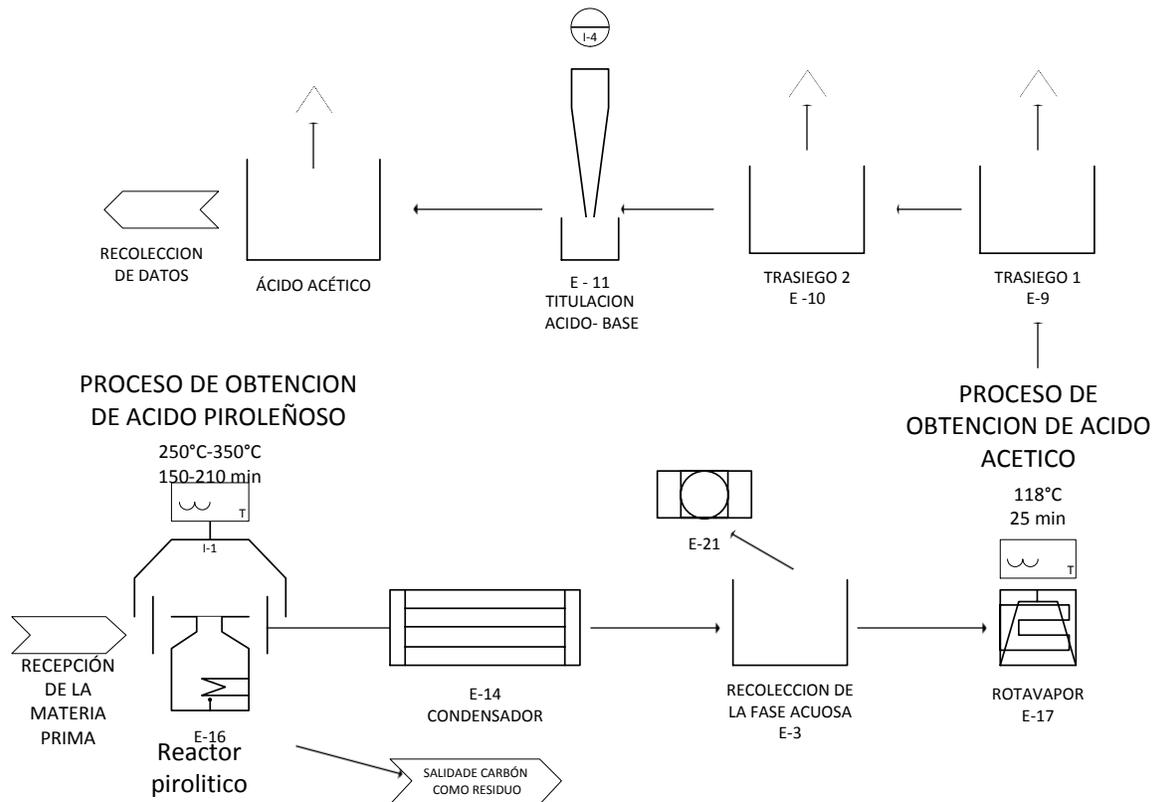
TABLA III – 14 Acidez total titulable

N° Muestras	Acidez total titulable
M1	4,88
M2	5,48
M3	5,10
M4	5,33
M5	6,00
M6	5,55
M7	5,78
M8	5,70
M9 replica	5,18
M10 replica	5,63
M11 replica	5,33
M12 replica	5,48
M13 replica	5,70
M14 replica	5,78
M15 replica	6,00
M16 replica	6,08

Fuente: Elaboración propia, 2020.

3.6 DETALLE DEL DIAGRAMA DE FLUJO PARA EL PROCESO DE OBTENCION DE ACIDO ACETICO A PARTIR DEL LIQUIDO PIROLEÑOSO

Diagrama de flujo III-2 Proceso de obtención de Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso



E-16	E-3	E-17	E-19
Reactor pirólítico	Recipiente de recolección del Líquido Piroleñoso	Equipo de destilación rotatoria	Recipiente receptor del Líquido Piroleñoso
E-14	E-9-10	E-11	E-12
condensador	Recipiente de trasiego	Equipo de titulación ácido-base	Recipientes de recolección de Ácido Acético

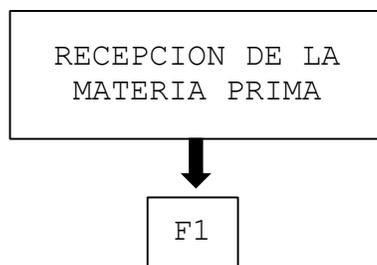
Clave	
pH	Filtración
Temperatura °C	Valoración del Ácido Acético

Fuente: Elaboración propia 2020.

3.7 BALANCE DE MATERIA PARA EL PROCESO DE OBTENCION DE ACIDO ACETICO A PARTIR DEL LIQUIDO PIROLEÑOSO

Se realizó el balance de materia del tratamiento que mejor rendimiento mostró, a continuación, se ven los detalles.

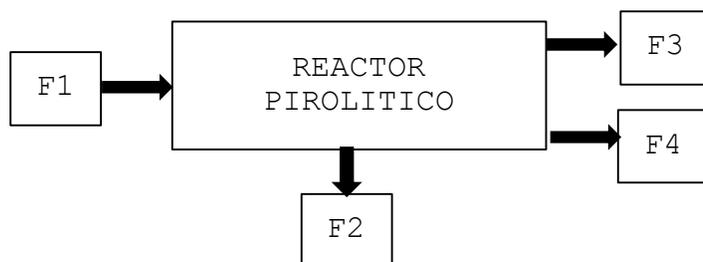
3.7.1 Recepción de la materia prima



Donde:

F1= 9850 (g) madera de churqui

3.7.2 Líquido condensable



Donde:

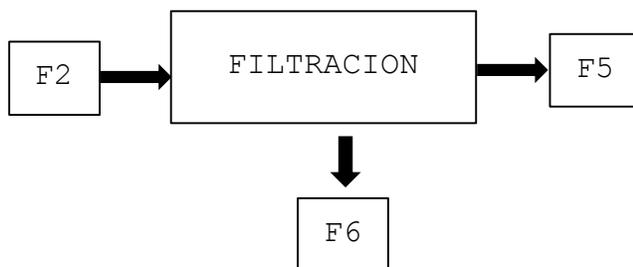
F2: 362,41 (g) de Líquido Piroleñoso condensable

F3: 5750 (g) de Carbón como residuo

F4: 3740 (g) de gases no condensables, brea

De este proceso rescatamos **F2** con 362,41 (g) de Líquido Piroleñoso capturados como humo Líquido o también conocido como Licor condensable, siendo el siguiente proceso de filtración y separación de fase acuosa y alquitranoso del Líquido Piroleñoso.

3.7.3 Proceso de filtración del Líquido Piroleñoso condensable



Donde:

F5: 356,41 (g) de Líquido Piroleñoso filtrado

F6: 6 (g) cenizas, fase alquitranoso, brea.

Balance general

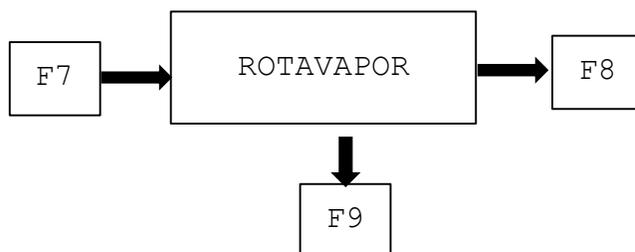
$$\mathbf{F5 = F2 - F6}$$

$$\mathbf{F5 = 362,41[g] - 6 [g]}$$

$$\mathbf{F5 = 356,41 [g]}$$

Siendo así **F5** el proceso de estudio con 356,41 (g) de Líquido Piroleñoso (fase acuosa) listos para pasar a la segunda fase de la destilación por evaporación rotatoria.

3.7.4 Proceso de destilación por evaporación rotativa



Donde:

De **F5:** 356,41 (g) se sacó una alícuota de 100 (mL) en peso sería 101,88(g)

F7: 101,88 (g) de Líquido Piroleñoso que ingresa al rotavapor

F8: 73,20 (g) de Ácido Acético condensable

F9: 27,142(g) de Líquido Piroleñoso no condensable como residuo

Se calcula un parámetro de cuanto Ácido Acético existe en **F5**

$$73,20 \text{ (g) de Ácido Acético} * \frac{356,41 \text{ (g) de liquido condensable}}{101,88 \text{ (g)}} = 255,77 \text{ (g)}$$

3.7.5 Cálculo del rendimiento obtenido

Se procedió con 101,88 (g) de Líquido Piroleñoso se obtuvo 73,20 (g) de Ácido Acético por tanto su rendimiento es:

$$R = \frac{73,20}{101,88} \times 100 = 71,85\%$$

Siendo su rendimiento 71,85% en una alícuota de 100 ml.

De la misma manera podemos sacar el rendimiento en la muestra de Líquido Piroleñoso de 362,41 (g) de Líquido Piroleñoso, del mismo se obtiene 255,77 (g) de Ácido Acético.

$$R = \frac{255,77}{362,41} \times 100 = 70,57\%$$

El rendimiento obtenido es de 70,57 % en el proceso de obtención de Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso.

De tal motivo obtenemos el rendimiento a partir de la madera de churqui.

$$R = \frac{255,77}{9850} \times 100 = 2,60\%$$

Siendo el mismo de 2, 60% el rendimiento de obtención de Ácido Acético a partir de la madera de churqui.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIONES

4. RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1 CARACTERIZACION FISICOQUIMICA DE LA MATERIA PRIMA (MADERA DE CHURQUI)

La parte que se utilizó para la obtención de Ácido Acético son ramas de madera de churqui ricos en hemicelulosa, puesto que en esta parte de la madera se tiene los compuestos responsables de la mayor formación de Ácido Acético durante la descomposición térmica.

La hemicelulosa se encuentra en las paredes celulares vegetales, las maderas duras contienen el 30% más de hemicelulosa a comparación de las maderas blandas, siendo así su incidencia en las ramas de cualquier árbol de especie dura, como el churqui que tiene un promedio de humedad del 33% y una densidad aparente que se clasifica según la especie del churqui que el mismo comprende desde 770 – 730 (Kg/m³).

En la TABLA IV – 1 se muestra los pesos y rendimientos (promedios) y la expresión en porcentajes de la descomposición de la madera de churqui.

TABLA IV – 1 Peso y rendimiento en porcentaje de la madera de churqui

Peso y rendimiento en porcentaje de la madera de churqui		
Productos obtenidos	Peso en (Kg)	Porcentaje (%)
Líquido Piroleñoso (fase acuosa)	23,55	30,70
Carbón y cenizas	36,26	47,30
Gases/vapor de agua perdidos brea	16,84	22,00
Total	76,65	100

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Los resultados mostraron que el porcentaje de la obtención de carbón es el máximo reportado en la literatura con un 47,30 %, así mismo obteniendo un 30,72% en Líquido Piroleñoso según bibliografía este dato estuviera en el rango medio de obtención de Líquido Piroleñoso, lo que hace a la madera de churqui rentable para la obtención de Líquido Piroleñoso.

Se realizó un análisis de características físicas y taxonómicas de la madera Churqui (*vachellia caven*), donde los resultados se detallan en la TABLA IV – 2.

TABLA IV-2 Caracterización físicas y mecánicas de la madera de Churqui

PARÁMETRO	TÉCNICA/ MÉTODO DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADO
Taxonomía	NB: 101010: 2008	-	Vachellia caven
Densidad Aparente	NB: 101006:2005	(Kg/m ³)	730 - 770
Humedad	NB: 101005:2006	%	33
Dureza	NB/COPANT 465:2007	Escala monnin	9,50 muy dura

Fuente: Elaboración propia, 2022.

4.2 RENDIMIENTOS DEL LÍQUIDO PIROLEÑOSO

Se realizó un análisis fisicoquímico del Líquido Piroleñoso. Los resultados se detallan en la TABLA IV-3.

TABLA IV-3 Caracterización fisicoquímica del Líquido Piroleñoso.

PARÁMETRO	TÉCNICA/ MÉTODO DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADO
Acidez Total (como ácido acético)	NB 322004-2004	(g/100 ml)	0,72
Cenizas	NB 322007-2004	%	0,33
Contenido de alcohol	NB 254-1978	(°GL)	nd
pH (acidez iónica)	NB 322010-2004	-	5,20

Elaboración propia, 2021.

4.2.1 Velocidad de calentamiento en la destilación seca

Existen también otros factores de importancia en la formación de Líquido Piroleñoso como la velocidad o tasa de calentamiento, según lo señalado por CETEC, citado por Santos et al. (2010), Gómez y Wolfgang (2008), Gonzales (2002) y Pacheco (2005) esta influye en los rendimientos de productos, teniéndose como regla general que mayores velocidades de calentamiento genera un menor rendimiento de carbón vegetal y aumento de productos volátiles que enriquecen la fase líquida y gaseosa. Para el Líquido Piroleñoso se tiene que mayores velocidades de calentamiento provocan una mayor formación de alquitrán insoluble, por ello, con la finalidad de minimizar la influencia generada por la variación de las velocidades de calentamiento en la composición y rendimientos gravimétricos de los productos de destilación seca, estas fueron controladas, manteniéndolas similares en cada una de las etapas de destilación en todos los experimentos realizados. Sin embargo, es importante resaltar que al tener la retorta a la leña como fuente de calentamiento externo, las tasas de calentamiento no pudieron ser controladas con exactitud. En la TABLA IV – 4 se puede observar lo siguiente:

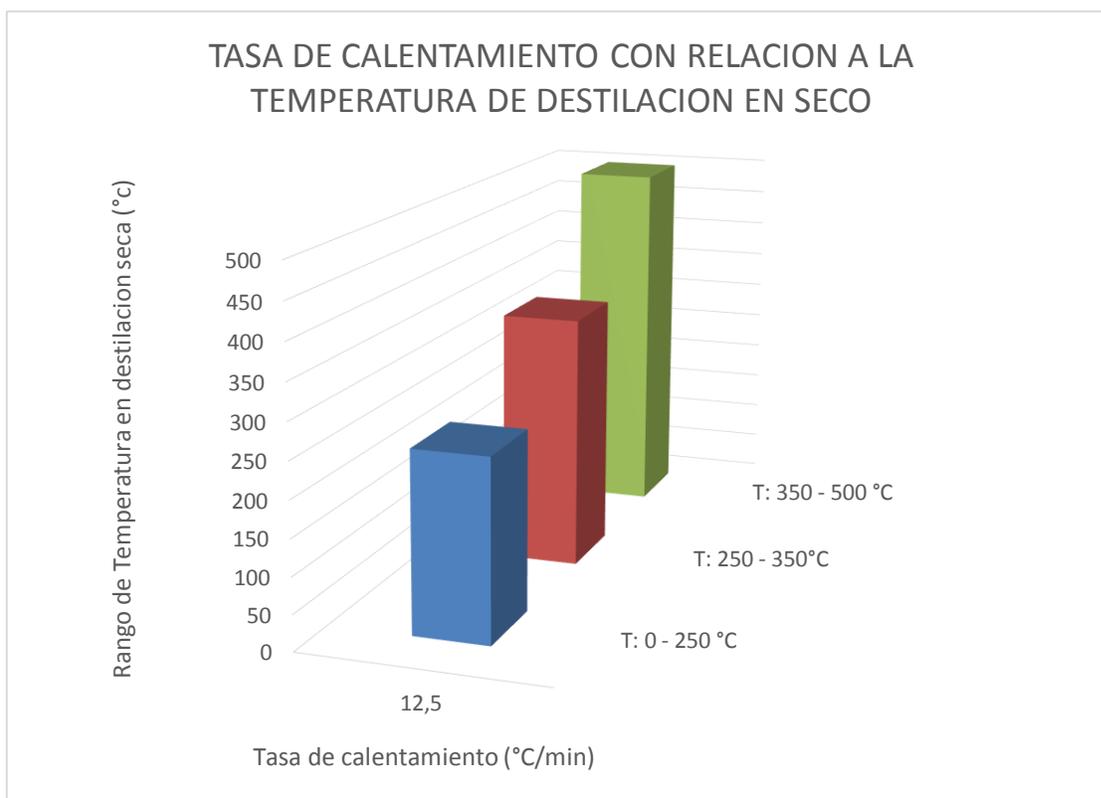
TABLA IV – 4 Tiempo y velocidad de calentamiento por rangos de temperatura, aplicados en los diferentes tratamientos.

	Tratamiento 1		Tratamiento 2		Tratamiento 3		Tratamiento 4	
Rango de Temperatura en destilación seca	Tiempo de destilación (min)	Tasa de calentamiento (°C/min)	Tiempo de destilación (min)	Tasa de calentamiento (°C/min)	Tiempo de destilación (min)	Tasa de calentamiento (°C/min)	Tiempo de destilación (min)	Tasa de calentamiento (°C/min)
0 – 250°C	20	12,50	25	10,02	25	11,30	30	9,70
250 – 350°C	45	3,62	47	3,47	55	3,17	56	3,03
350 – 500°C					40	1,25	36	1,39

Fuente: Elaboración propia, 2020.

En el GRAFICO IV – 1 podemos observar la variación de la tasa de calentamiento con relación a la temperatura de la destilación seca frente a sus diferentes tratamientos.

GRAFICO IV – 1 Tasa de calentamiento con relación a la temperatura de destilación en seco



Fuente: Elaboración propia, 2020.

La mayor formación de Líquido Piroleñoso se dio en la etapa de carbonización propiamente dicha, entre 275 °C y 450 °C, dado la mayor degradación térmica de los componentes (holocelulosa, celulosa y lignina). Sin embargo, su formación se inició desde la primera etapa “etapa de secado” 0 - 150 °C con la pérdida de humedad y pequeñas cantidades de Ácido Acético; en la etapa de pre carbonización entre 150-275 °C también hay formación de licor dado que las partes inestables de las hemicelulosas empiezan a reaccionar. En las observaciones de los experimentos se corroboró que la mayor fracción de Líquido Piroleñoso se produjo en el rango de temperatura correspondiente a la etapa de carbonización.

4.2.2 Resultados en la etapa de destilación en seco

Los resultados obtenidos en la etapa de destilación en seco se observan en la TABLA IV- 5.

TABLA IV – 5 Resultados en la etapa de destilación en seco

N°	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Peso de la madera (g)	Volumen del ácido piroleñoso (mL)	Peso del ácido piroleñoso (g)	Peso del carbón y cenizas (g)	Gases/vapor de agua perdidos (g)	Rendimiento del Líquido Piroleñoso (%)
M1	250	150	9500	348	349,23	5500	3651	35,43
M2	250	210	9300	341	342,10	5700	3258	49,60
M3	350	150	9250	339	339,01	5950	2961	58,82
M4	350	210	9600	352	353,12	5620	3627	66,24
M5	250	150	9700	356	357,22	5600	3743	37,19
M6	250	210	9650	354	355,25	5650	3645	48,45
M7	350	150	9800	359	360,00	5800	3640	58,37
M8	350	210	9850	361	362,41	5750	3738	67,92

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Se puede apreciar que en los 8 ensayos realizados, la muestra M8 demostró un mejor rendimiento con 67,92 % para el mismo se prosiguió con un tiempo de 210 minutos a una temperatura de 350 °C, obteniendo un volumen de 361 (mL) siendo una buena cantidad de Líquido Piroleñoso.

4.2.3 Análisis estadístico del diseño factorial en la etapa de destilación en seco

Con el análisis de varianza ANOVA se determina la influencia de los factores Temperatura y Tiempo con sus respectivas interacciones sobre la variable respuesta que es el Rendimiento total del Líquido Piroleñoso. Los datos introducidos al programa SPSS de acuerdo al diseño experimental se muestran en la TABLA IV - 6.

TABLA IV – 6 Datos para el análisis de varianza

N° Muestras	FACTORES		Variable respuesta
	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Rendimiento
			(%)
M1	250(-1)	150(-1)	35,43
M2	250(-1)	210(1)	49,60
M3	350(1)	150(-1)	58,82
M4	350(1)	210(1)	66,24
M5	250(-1)	150(-1)	37,19
M6	250(-1)	210(1)	48,45
M7	350(1)	150(-1)	58,37
M8	350(1)	210(1)	67,92

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Cada factor posee un nivel superior (1) y un nivel inferior (-1), el mismo que se aclara en el diseño de experimentos.

4.2.4 Resultados Estadísticos SPSS para la destilación en seco

Se realizó un Análisis de Varianza Invariante, para poder determinar la influencia de los factores verificando sí todos los factores y sus combinaciones son significativos respecto a la variable respuesta. Los factores inter- sujetos se muestran en la TABLA IV – 7 con la codificación de cada nivel.

TABLA IV-7 Factores inter-sujetos (variable respuesta Rendimiento)

Factores		N
°C	-1,00	4
	1,00	4
min	-1,00	4
	1,00	4

Fuente: IBM – SPSS, 2021.

4.2.4.1 Variable respuesta Rendimiento del Líquido Piroleñoso (%)

A continuación, en la TABLA IV-8 se puede observar el análisis de varianza para la variable dependiente o variable respuesta Rendimiento total del Líquido Piroleñoso.

TABLA IV - 8 Análisis de varianza ANOVA Pruebas de los efectos inter-sujetos

Variable dependiente: Rendimiento %

Origen	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	1047,32 ^a	3	349,11	375,13	<,001
Intersección	22262,61	1	22262,61	23922,21	<,001
Temperatura	813,66	1	813,66	874,31	<,001
Tiempo	224,72	1	224,72	241,47	<,001
Temperatura * Tiempo	8,95	1	8,95	9,61	,036
Error	3,72	4	,93		
Total	23313,66	8			
Total corregido	1051,05	7			

a. R al cuadrado = ,996 (R al cuadrado ajustada = ,994)

Fuente: IBM – SPSS, 2021.

A partir de este análisis es posible señalar a las variables significativas con una confianza del 95% es decir, variables que poseen una cola de significancia menor a 5% que es lo mismo decir un 0,05.

Para el caso las variables significativas están constituidas la temperatura y el tiempo iniciales con un valor de 0,01 y la interacción **Temperatura* tiempo** con un valor de 0.036.

4.2.4.2 Análisis de regresión

El modelo de regresión establece el modelo matemático que relaciona las variables más significativas con la variable respuesta.

Para el análisis de regresión se introduce el SPSS las variables de Temperatura y tiempo.

TABLA IV- 9 Variables entradas/eliminadas^a

Modelo	Variables entradas	Variables eliminadas	Método
1	min, °C ^b		. Introducir

Fuente: IBM – SPSS, 2021.

- a. Variable dependiente: Rendimiento del ácido piroleñoso %
 b. Todas las variables solicitadas introducidas.

TABLA IV – 10 Resumen del modelo^b

Modelo	R	R cuadrado	R cuadrado ajustado	Error estándar de la estimación	Cambio en R cuadrado	Estadísticos de cambio			Sig. Cambio en F
						Cambio en F	gl1	gl2	
1	,994 ^a	,99	,98	1,59	,988	204,91	2	5	<,001

Fuente: IBM – SPSS, 2021.

- a. Predictores: (Constante), min, °C
 b. Variable dependiente: Rendimiento del ácido piroleñoso %

La proporción de datos en los cuales es posible predecir el rendimiento del Ácido Piroleñoso en función a la temperatura y el tiempo que en porcentajes nos da un mayor a 98%.

TABLA IV - 11 ANOVA^a

Modelo		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
1	Regresión	1038,38	2	519,19	204,91	<,001 ^b
	Residuo	12,67	5	2,53		
	Total	1051,05	7			

Fuente: IBM – SPSS, 2021.

- a. Variable dependiente: Rendimiento del ácido piroleñoso %
 b. Predictores: (Constante), min, °C

En el análisis de la varianza nos muestra que el P valor es menor a 0,05 por tanto si es posible construir un modelo de regresión lineal con las variables identificadas.

TABLA IV – 12 Coeficientes^a

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes estandarizados			95,0% intervalo de confianza para B	
	B	Desv. Error	Beta	t	Sig.	Límite inferior	Límite superior
1 (Constante)	52,75	,56		93,73	<,001	51,31	54,20
°C	10,09	,56	,88	17,92	<,001	8,64	11,53
min	5,30	,56	,46	9,42	<,001	3,85	6,75

a. Variable dependiente: Rendimiento del ácido piroleñoso %

Fuente: IBM – SPSS, 2021.

A partir de los coeficientes proporcionados en la tabla III-11 la ecuación matemática de la regresión es la siguiente:

$$\% \text{Rendimiento} = 52,75 + 10,09(^{\circ}C) + 5,30(\text{min})$$

TABLA IV – 13 Estadísticas de residuos^a

	Mínimo	Máximo	Media	Desv. Desviación	N
Valor pronosticado	37,37	68,14	52,75	12,18	8
Desv. Valor pronosticado	-1,26	1,26	,00	1,00	8
Error estándar de valor pronosticado	,98	,98	,98	,00	8
Valor pronosticado corregido	37,47	69,28	52,75	12,21	8
Residuo	-1,94	1,63	,00	1,34	8
Desv. Residuo	-1,22	1,03	,00	,84	8
Residuo estud.	-1,54	1,30	,00	1,07	8
Residuo eliminado	-3,10	2,61	,00	2,15	8
Residuo eliminado estud.	-1,89	1,42	-,07	1,23	8
Distancia Mahal.	1,75	1,75	1,75	,00	8
Distancia de Cook	,00	,47	,20	,20	8
Valor de influencia centrado	,25	,25	,25	,00	8

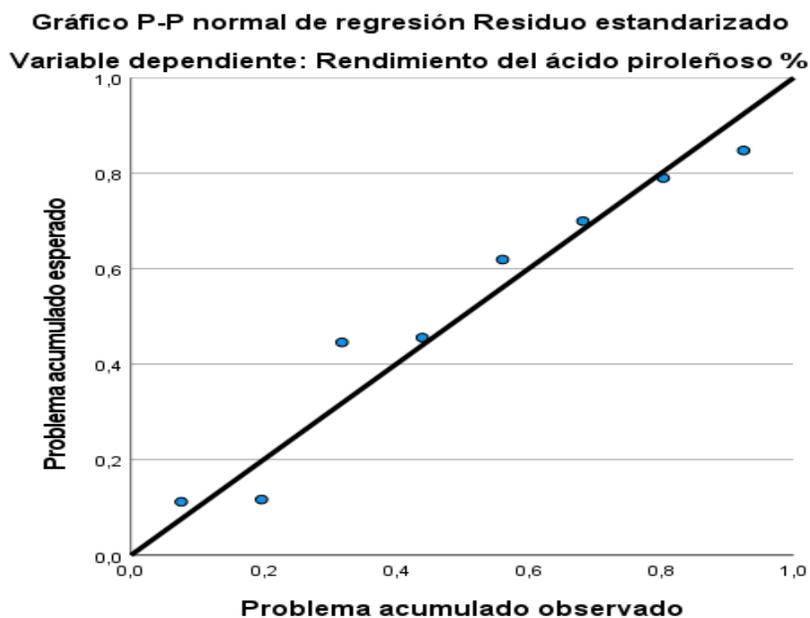
Fuente: IBM – SPSS, 2021.

a. Variable dependiente: Rendimiento del ácido piroleñoso %

Con el modelo matemático escogido expresado en el GRAFICO IV - 2 se ajusta la posición de los puntos respecto al modelo.

Algunos puntos no se ajustan del todo al modelo matemático, sin embargo, según el análisis anova no es muy significativo el desajuste, motivo por el cual el modelo escogido es correcto.

GRAFICO IV – 2 P-P Normal de regresión residuo tipificado



Fuente: IBM – SPSS, 2021.

En la TABLA IV – 14 se observa la diferencia entre el Rendimiento observado y el del modelo matemático.

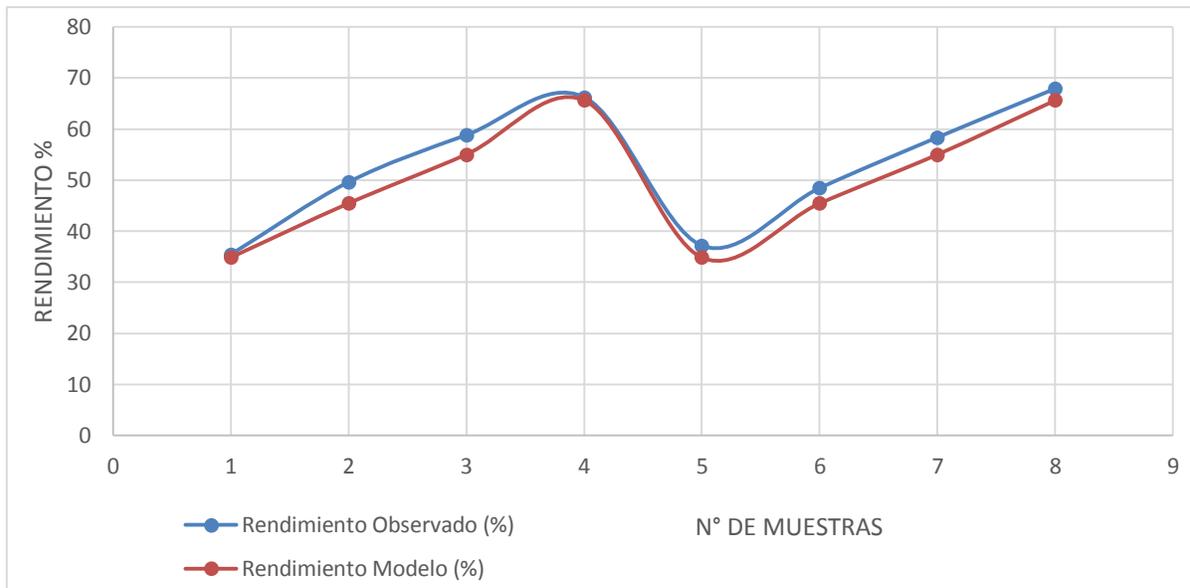
TABLA IV-14 Diferencia entre el Rendimiento observado y el Rendimiento del modelo matemático

N° Muestras	Temperatura	Tiempo	Rendimiento Observado	Rendimiento Modelo Matemático	Diferencia entre el rendimiento Observado y el rendimiento Modelo
	(°C)	(min)	(%)	(%)	(%)
M1	(-1)	(-1)	35,43	34,86	0,57
M2	(-1)	-1	49,60	45,46	4,14
M3	-1	(-1)	58,82	55,03	3,79
M4	-1	-1	66,24	65,63	0,61
M5	(-1)	(-1)	37,19	34,86	2,33
M6	(-1)	-1	48,45	45,46	2,98
M7	-1	(-1)	58,37	55,03	3,34
M8	-1	-1	67,92	65,63	2,29

Fuente: Elaboración propia, 2021.

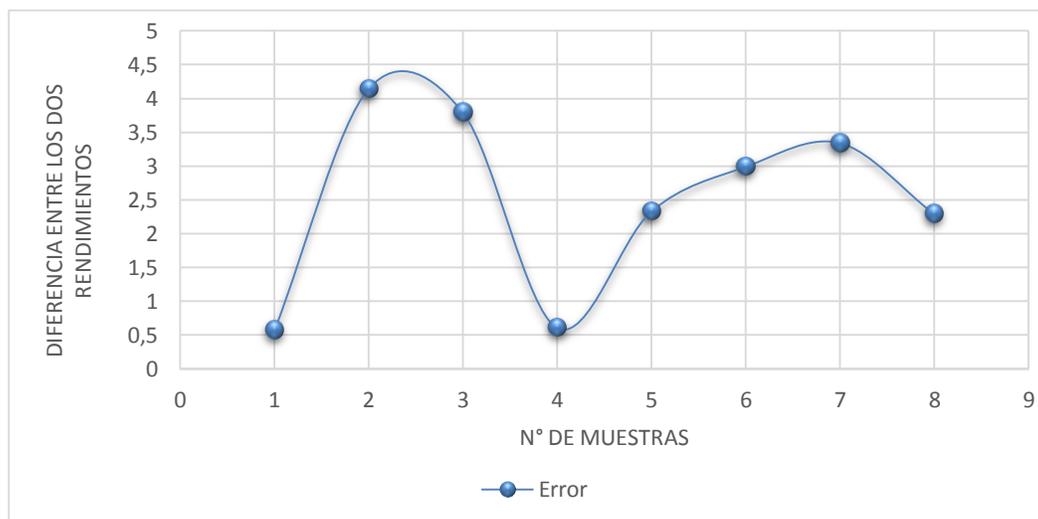
En el GRAFICO IV – 3 se puede apreciar que la variación entre los dos rendimientos no es significativo. Por tanto el modelo matemático escogido y el método de destilación por evaporación rotatoria fueron correctos.

GRAFICO IV-3 Diferencia entre el Rendimiento observado y el Rendimiento del modelo matemático



Fuente: Elaboración propia, 2021.

GRAFICO IV-4 Error Diferencia entre el Rendimiento observado y el Rendimiento del modelo matemático



Fuente: Elaboración propia, 2021

4.3 RENDIMIENTO DEL ACIDO ACETICO

4.3.1 Variación de PH

Las mediciones de pH se realizaron en tres tiempos diferentes:

- Después de la destilación en el rotavapor.
- Posterior al primer trasiego realizado en la primera aireación pasado los 3 días de la destilación.
- Posterior al segundo trasiego realizado en la segunda aireación pasado los 7 días de la destilación.

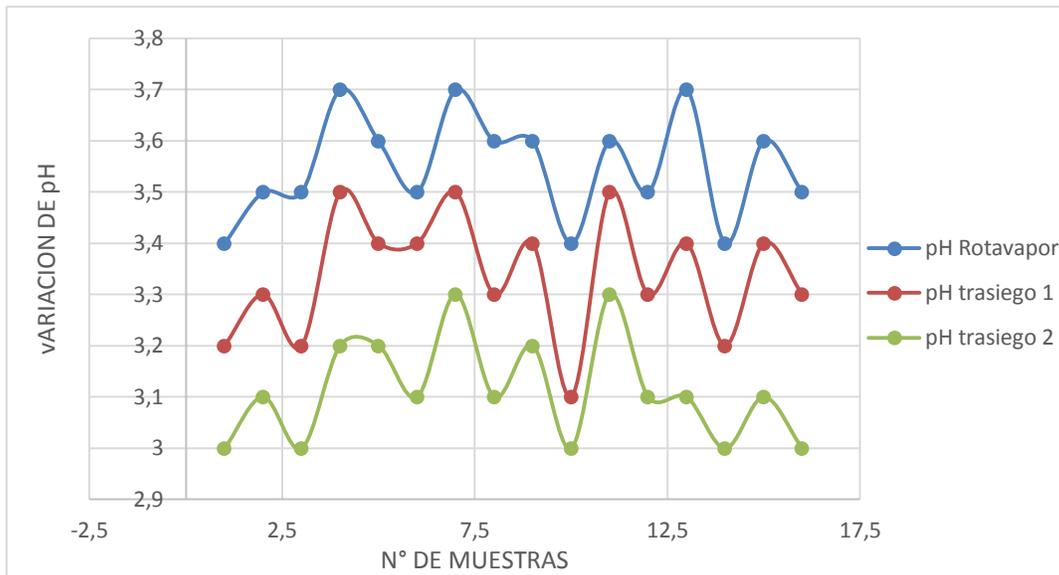
Se tabuló los datos de la variación del pH, como se puede observar en la TABLA IV-15, además del GRAFICO IV – 5 que muestra el comportamiento de la variación del pH.

TABLA IV – 15 Variación de pH del Ácido Acético

Muestra	pH	pH	pH
	rotavapor	trasiego 1	trasiego 2
1	3,40	3,20	3,00
2	3,50	3,30	3,10
3	3,50	3,20	3,00
4	3,70	3,50	3,20
5	3,60	3,40	3,20
6	3,50	3,40	3,10
7	3,70	3,50	3,30
8	3,60	3,30	3,10
9 replica	3,60	3,40	3,20
10 replica	3,40	3,10	3,00
11 replica	3,60	3,50	3,30
12 replica	3,50	3,30	3,10
13 replica	3,70	3,40	3,10
14 replica	3,40	3,20	3,00
15 replica	3,60	3,40	3,10
16 replica	3,50	3,30	3,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

GRAFICO IV – 5 Comportamiento de la variación del pH - Tiempo



Fuente: Elaboración propia, 2021.

Se puede apreciar una ligera variación del pH conforme pasa el tiempo, esto debido a que el Ácido Acético es una solución Hidroscópico, por tanto absorbe el agua del ambiente.

4.3.2 Variación de la acidez

La acidez al igual que el pH fue mostrando una variación conforme pasó el tiempo, esto debido a que se realizó los trasiegos en la TABLA IV–16 se puede observar este comportamiento.

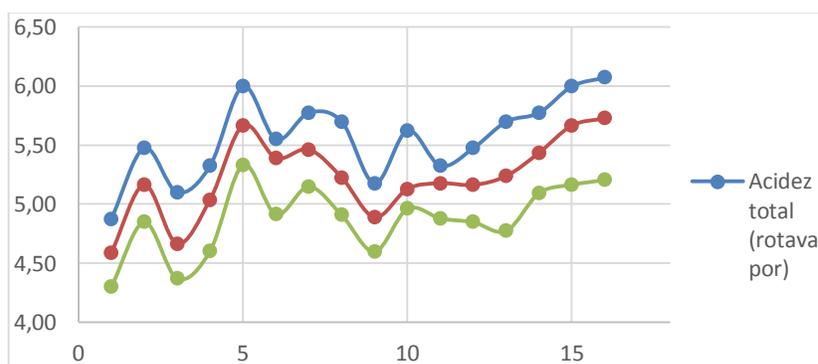
TABLA IV – 16 Variación de la acidez

MUESTRA	acidez total (expresado como ácido acético) Rotavapor %	acidez total (expresado como ácido acético) trasiego 1 %	acidez total (expresado como ácido acético) trasiego 2 %
1	4,88	4,59	4,30
2	5,48	5,16	4,85
3	5,10	4,66	4,37
4	5,33	5,04	4,61
5	6,00	5,67	5,33
6	5,55	5,39	4,92
7	5,78	5,46	5,15
8	5,70	5,23	4,91
9 replica	5,18	4,89	4,60
10 replica	5,63	5,13	4,96
11 replica	5,33	5,18	4,88
12 replica	5,48	5,16	4,85
13 replica	5,70	5,24	4,78
14 replica	5,78	5,44	5,10
15 replica	6,00	5,67	5,17
16 replica	6,08	5,73	5,21

Fuente: Elaboración propia, 2021.

En el GRAFICO IV – 6 se puede apreciar de mejor manera esta variación de acidez y el comportamiento que tuvo conforme pasó el tiempo.

GRAFICO IV – 6 Comportamiento de la variación de la Acidez – tiempo



Fuente: Elaboración propia, 2021.

4.3.3 Resultados en la etapa de destilación por evaporación rotatoria

En la TABLA IV – 17 se puede observar los resultados de la obtención de Ácido Acético mediante la destilación por evaporación rotatoria.

TABLA IV – 17 Resultado en la etapa de destilación del Ácido Acético

Muestra	pH Rotavapor	pH Trasiego 1	pH Trasiego 2	acidez total (expresado como ácido acético) Rotavapor %	acidez total (expresado como ácido acético) Trasiego 1 %	acidez total (expresado como ácido acético) Trasiego 2 %	Rendimiento masa Hac/licor %
1	3,40	3,20	3,00	4,88	4,59	4,30	51,11
2	3,50	3,30	3,10	5,48	5,16	4,85	53,84
3	3,50	3,20	3,00	5,10	4,66	4,37	53,35
4	3,70	3,50	3,20	5,33	5,04	4,61	55,70
5	3,60	3,40	3,20	6,00	5,67	5,33	71,85
6	3,50	3,40	3,10	5,55	5,39	4,92	54,03
7	3,70	3,50	3,30	5,78	5,46	5,15	63,31
8	3,60	3,30	3,10	5,70	5,23	4,91	61,39
9 replica	3,60	3,40	3,20	5,18	4,89	4,60	70,72
10 replica	3,40	3,10	3,00	5,63	5,13	4,96	61,40
11 replica	3,60	3,50	3,30	5,33	5,18	4,88	59,39
12 replica	3,50	3,30	3,10	5,48	5,16	4,85	63,72
13 replica	3,70	3,40	3,10	5,70	5,24	4,78	60,79
14 replica	3,40	3,20	3,00	5,78	5,44	5,10	63,30
15 replica	3,60	3,40	3,10	6,00	5,67	5,17	60,85
16 replica	3,50	3,30	3,00	6,08	5,73	5,21	56,91

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Se realizó mediciones de los factores más representativos en la muestra como el pH que se destiló del rotavapor y posteriormente cuando se realizó los trasiegos 1 y 2, además de la acidez total expresado como Ácido Acético de igual manera la solución destilada del rotavapor y posteriormente de los trasiegos 1 y 2, por último se hizo los cálculos correspondientes para determinar el rendimiento de los ensayos 1 al 16, llegando a la conclusión que existe un mínimo de variación entre los ensayos. Siendo los más destacados la muestra M5 con un rendimiento del 71, 85 % seguido de la muestra M9 con un rendimiento del 70,72 % y la muestra M12 con un rendimiento de 63,12 %.

En la TABLA IV – 18 se puede observar los resultados obtenidos del informe de laboratorio de la destilación por evaporación rotatoria del Ácido Acético otorgado por el ceañid, el mismo se puede verificar en el ANEXO A, Informes de Laboratorio.

TABLA IV – 18 Resultados obtenidos del informe de laboratorio al concluir la destilación por evaporación rotatoria del Ácido Acético

PARAMETRO	TECNICA/ METODO DE ENSAYO	UNIDAD	RESULTADO
Acidez fija (como Ácido Acético)	NB 322004:03	%	0,01
Acidez total (como Acido Acético)	NB 322004:04	%	9,53
Acidez volátil	NB 322004:04	-	9,52
pH (20°C)	NB 338006:2009	-	3,70

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Si se compara los rangos del pH de la muestra M5 se puede destacar que el parámetro oscila entre 3,60 – 3,40 – 3,20 similar al resultado del informe de laboratorio de 3,70.

4.4 PRUEBA EXPERIMENTAL VISUAL SOBRE EL ENRAIZADO EN PLANTAS ORNAMENTALES AL SER TRATADOS CON LÍQUIDO PIROLEÑOSO.

Según F. Álvarez, et.al; la concentración de Ácido Piroleñoso varía para la utilización sobre las plantas según la aplicación que le demos, por ejemplo:

- Si se utiliza como enraizador y bioestimulante para el suelo, se recomiendan de 2 a 2.5 litros del Ácido Piroleñoso en 200 litros de agua.
- Como fertilizante foliar, se recomienda elaborar una solución madre de 400 a 500 ml, de ácido piroleñoso por 200 litros de agua.
- Para los cultivos hortícolas establecidos, se usa de 100 a 250 ml de la solución madre anterior en 20 litros de agua, aplicados al follaje cada 8 días.
- Para cultivos frutales: se aplica al follaje 250 ml de solución madre en 20 litros de agua, cada 8 a 15 días.
- Como nematicida, se debe mezclar 2 litros de Ácido Piroleñoso en 100 litros de agua.

En base a esta información se decidió proceder con la fase experimental, puesto que teníamos que verificar el efecto fertilizante en las plantas; en este caso sobre *Plectranthus verticillatus*, coloquialmente llamada **planta del dinero**. Para ello hicimos pruebas visuales a diferentes concentraciones como ser 5:100, 10:100, 15:100, 20:100, 25:100, 30:100, 35:100, 40:100 (volumen de Líquido Piroleñoso (mL)/ volumen de agua (mL)) y una muestra neutra como patrón de comportamiento los mismos medimos el tiempo de enraizado, para determinar una concentración óptima de uso del ácido piroleñoso, siendo así la concentración **15:100** en dar un efecto inmediato de principio de enraizado a las 16 horas después de su aplicación, tal como lo muestra la FIGURA 4 – 1.

FIGURA 4 – 1 Prueba experimental visual sobre el enraizado en plantas ornamentales al ser tratado con ácido piroleñoso.



Fuente: Elaboración propia, 2021.

4.5 CALCULO DEL RENDIMIENTO EN ETAPA DE DESTILACION EN SECO Y DESTILACION POR EVAPORACION ROTATORIA

4.5.1 Cálculo del rendimiento en la etapa de destilación en seco

Se procedió con 9,85 (kg) de madera donde se obtuvo 6,70 (kg) de Líquido Piroleñoso por tanto su rendimiento es:

$$\eta_{\text{RENDIMIENTO EN LA DESTILACION EN SECO}} = \frac{6,70 \text{ (kg)} * 100}{9,85 \text{ (kg)}} = 67,92\%$$

El rendimiento obtenido es de 67,92 % en el proceso de destilación en seco.

4.5.2 Cálculo del rendimiento en la etapa de destilación por evaporación rotatoria

Se procedió con 101,885 (g) de ácido piroleñoso se obtuvo 73,200 (g) de Ácido Acético por tanto su rendimiento es:

$$\eta_{\text{RENDIMIENTO EN LA DESTILACION POR EVAPORACION ROTATORIA}} = \frac{73,200 \text{ (g)} * 100}{101,885 \text{ (g)}} = 71,85\%$$

El rendimiento obtenido en el proceso de destilación por evaporación rotatoria de Ácido Acético es de 71,85 % en una alícuota de 100 mL.

4.5.3 Cálculo del rendimiento total

De la misma manera podemos sacar el rendimiento en la muestra de Líquido Piroleñoso de 362,405 (g) de Líquido Piroleñoso, del mismo se obtiene 255,77 (g) de Ácido Acético.

$$\eta_{\text{RENDIMIENTO TOTAL}} = \frac{255,77 \text{ (g)} * 100}{362,405 \text{ (g)}} = 70,57\%$$

El rendimiento total obtenido es de 70,57 % en el proceso de obtención de Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso.

4.6 DETERMINACION DE COSTOS PARA LA ELABORACION DEL PROYECTO

La determinación de los costos se detalla a continuación en las siguientes tablas.

TABLA IV – 19 Detalle de Costos de la materia prima, insumos y reactivos

ÍTEM 1	Descripción	Unidad	Cantidad	Costo Total (Bs)
Materia prima	Madera de churqui	kg	68	50,00
Insumos	Agua para enfriamiento del reactor pirolítico	L	80	15,00
	Agua destilada	L	35	140,00
Reactivos	Hidroxido de sodio	L	1	260,00
	Fenolftaleina	mL	100	70,00
	Carbón activado	g	250	200,00
SUB TOTAL 1				735,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

TABLA IV – 20 Detalle de Costos del ensamblaje del Reactor Pirolítico

ÍTEM 2	Descripción	Unidad	Cantidad	Costo Total (Bs)
Turril	Plancha de grosor 0,9 mm	pza	1	50,00
Estaño	para soldadura	barra	2	70,00
Ácido Muriático	Reactivo para soldadura	mL	100	30,00
Remaches		doc	5	15,00
Tubería	Plancha galvanizada 0,5 mm espesor	m	5	125,00
Plancha Galvanizada	0,05 mm de espesor	m ²	1	30,00
Tubín	Acero 0,9 mm de espesor	m	3	16,00
Electrodos	para soldadura	kg	1	25,00
Visagras	de 1/2 pulgada	plg	2	10,00
Maquina para soldar	Inversor	pza	1	700,00
SUB TOTAL 2				1.071,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

TABLA IV – 21 Detalle de Costos de materiales de Laboratorio

ÍTEM 3	Descripción	Unidad	Cantidad	Costo Total (Bs)
Bureta	50 mL	pza	1	300,00
Pipeta	10 mL	pza	1	16,00
	1 mL	pza		11,50
Vaso de precipitación	250 mL	pza	1	52,00
Matraz Erlenmeyer	250 mL	pza	1	62,00
Matraz aforado	250 mL	pza	1	90,00
Probeta	100 mL	pza	1	60,00
embudo	50 mm	pza	1	42,00
Varilla	-	pza	1	31,00
Envases de vidrio	250 mL	pza	16	160,00
Tubos de ensayo	-	pza	2	9,00
mortero	-	pza	1	85,00
rotavapor	equipo de destilación por evaporación rotatoria	pza	1	4.830,00
pHmetro	0 - 14	pza	1	350,00
Termometro	0 - 200 °C	pza	1	90,00
	0 - 500 °C	pza	1	250,00
Pizeta	500 (mL)	pza	1	70,00
Papel filtro	Pliegue	pza	1	4,00
Soporte universal	-	pza	1	365,00
Pinza doble nuez	-	pza	1	260,00
Embudo de plástico	200 (mm)	pza	1	10,00
Envases recolectores	250 (mL)	pza	2	10,00
Gradilla	-	pza	1	61,00
Envases desechables	150 (mL)	pza	8	20,00
SUB TOTAL 3				7.238,50

Fuente: Cotización distribuidora San Lucas SRL., 2023

TABLA IV – 22 Detalle de Costos de Análisis de Laboratorio

ÍTEM 4	Descripción	Cantidad	Costo Total (Bs)
Análisis de Líquido Piroleñoso	Acidez total	1	105,00
	Ceniza		
	Grado alcoholico		
	pH		
Análisis de Ácido Acético	Acidez fija	1	105,00
	Acidez total		
	Acidez volátil		
	pH		
SUB TOTAL 4			210,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

TABLA IV – 23 Detalle de Costos de materiales de apoyo

ÍTEM 5	UNIDAD	CANTIDAD	COTO TOTAL (Bs)
Internet	hora	500	900,00
Hojas Boom tamaño carta	resma	2	65,00
Impresión	Hojas	1500	850,00
Anillado	pza	8	50,00
Consultoria	mano de obra por mes	6	9.500,00
transporte	dia	200	200,00
otros			700,00
SUB TOTAL 5			12.265,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

TABLA IV – 24 Detalle de Costos Totales

	DETALLE	SUBTOTAL (BS)
SUB TOTAL 1	Detalle de Costos de materia prima, insumos y reactivos	735,00
SUB TOTAL 2	Detalle de Costos del ensamblaje del Reactor Pirolítico	1071,00
SUB TOTAL 3	Detalle de costos de materiales de laboratorio	7.238,50
SUB TOTAL 4	Detalle de Costos de Análisis de Laboratorio	210,00
SUB TOTAL 5	Detalle de materiales de apoyo	12.265,00
TOTAL		21.519,50

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Al realizarse la sumatoria de los costos totales en la tabla IV-24 se llega a la determinación que el costo necesario para llevar a cabo la presente investigación será de 21.519,50 Bs aproximadamente.

4.7 DETERMINACIÓN DEL COSTO UNITARIO DEL PRODUCTO ÁCIDO ACÉTICO RECUPERADO

TABLA IV – 25 Detalle de Costos de la materia prima, insumos y reactivos

Ítem 1	Descripcion	Costo total (Bs)
Materia prima	Madera de churqui	50,00
	Agua para enfriamiento del reactor pirolitico	15,00
Insumos	Agua destilada	140,00
	Hidroxido de sodio	260,00
	Fenolftaleina	70,00
	Carbón activado	200,00
Otros	Energia electrica	200,00
Total		935,00

Fuente: Elaboración propia, 2021.

Para la determinación del costo unitario se tomaron en cuenta la cantidad de dinero invertido en materia prima e insumos de acuerdo a la cantidad de Ácido Acético producido en la parte experimental.

Se realizó 8 tratamientos para la obtención del Líquido Piroleñoso haciendo un total de 2800 mL de recuperados aproximadamente y según la inversión de costos de materia prima e insumos para el Líquido Piroleñoso que fue de 65,00 Bs, se determina que de acuerdo a la inversión el precio unitario de Líquido Piroleñoso será de 23,20 Bs por litro.

Mientras que se realizó 16 tratamientos de los cuales en total se obtuvo 1700 mL de Ácido Acético recuperados aproximadamente y según la inversión de costos de materia prima e insumos para el Ácido Acético que fue de 935,00 Bs, se determina que de acuerdo a la inversión el precio unitario de Ácido Acético será de 55,00 Bs por cada 100 mL.

CAPITULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

En el presente trabajo de investigación, se obtuvo Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso a nivel de Laboratorio, mediante el proceso de destilación en seco y destilación por Evaporación Rotatoria, utilizando como materia prima la madera de Churqui (*especie Vachellia caven*).

Se utilizaron ramas de churqui con un largo máximo de 40 cm para que la combustión sea óptima, y un promedio de 7 a 15 cm de diámetro puesto que el mismo es rico en Líquido Piroleñoso.

Se realizó análisis taxonómicos y mecánicos a la madera de churqui como ser el contenido de humedad, taxonomía, el tamaño de la madera, dureza, densidad aparente.

Se determinó las características Físicas y Químicas más sobresalientes y significativas para el Líquido Piroleñoso como ser la acidez, ceniza, grado alcohólico, pH, densidad, temperatura de destilación. De la misma forma se determinó las características físicas y Químicas para el Ácido Acético como ser, acidez fija, acidez total, acidez volátil, pH, olor, punto de ebullición.

En cuanto a la selección del proceso tecnológico, se determinó optar por el proceso de destilación por Evaporación Rotatoria para la obtención del Ácido Acético, debido principalmente a la accesibilidad del equipo en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, así mismo su extracción es directa y más puro, garantizando un óptimo porcentaje del producto final.

Se realizó un acondicionamiento en el reactor pirolítico para mejorar el rendimiento en la combustión de la madera de churqui, concluyendo que un proceso aeróbico es más controlado que un proceso anaeróbico.

Se determinó que del 100% de la madera de churqui destilada en un reactor pirolítico el 30,73% es Líquido Piroleñoso, 47,30% es Carbón y cenizas, el 21,90% son gases/vapor de aguas perdidas.

Los parámetros tomados en cuenta para el diseño factorial en la destilación en seco fueron: el tiempo 150 – 210 (min) y la Temperatura de 250 – 350 °C, y como variable respuesta el

Rendimiento del Líquido Piroleñoso; mostrando como resultado óptimo al tratamiento M8 con una temperatura de 350°C en un tiempo promedio de 210 minutos favoreciendo al rendimiento del Líquido Piroleñoso con 67,92%.

Se realizó un análisis estadístico de los factores de la destilación en seco, teniendo como resultado que las variables temperatura* tiempo son factores de significancia en esta etapa. Se concluye que la mayor formación de Líquido Piroleñoso se dio en la etapa de carbonización propiamente dicha, entre 275 °C y 450 °C, dando la mayor degradación térmica de los componentes (holocelulosa, celulosa y lignina). Teniéndose como regla general que mayores velocidades de calentamiento genera un menor rendimiento de carbón vegetal y aumento de productos volátiles que enriquecen la fase líquida y gaseosa.

La muestra M5 de Ácido Acético obtenida del Líquido Piroleñoso en la etapa de destilación por evaporación rotatoria, presentó un rango de pH 3,20 a 3,60 una acidez total (expresado en Ácido Acético) de 5,33 a 6,00 % con un rendimiento de 71,85% siendo el mejor rango entre la destilación y los 2 trasiegos.

Por tanto, el rendimiento del proceso es el siguiente:

- Rendimiento en la etapa de destilación en seco de 67,92% de Líquido Piroleñoso.
- Rendimiento en la etapa de destilación por evaporación rotatoria de 71,85% de Ácido Acético.
- Rendimiento total de todo el proceso con un 60,57% de Ácido Acético a partir del Líquido Piroleñoso.

Se realizó una prueba experimental visual sobre el enraizado en plantas ornamentales al ser tratados con Líquido Piroleñoso, y se concluyó que es un excelente producto como acelerador en enraizado de plantas con un tiempo record de 16 horas en mostrar el crecimiento de raíces secundarias y pelos absorbentes de nutrientes, con una concentración de 15:100.

Se determinó el costo unitario tomando en cuenta la cantidad de dinero invertido en materia prima e insumos de acuerdo a la cantidad de Líquido Piroleñoso producido en la parte experimental, donde el precio unitario de Líquido Piroleñoso será de 23,20 Bs por litro y el precio unitario de Ácido Acético será de 55,00 Bs por cada 100 ml.

5.2 RECOMENDACIONES

- Se recomienda tener cuidado al momento realizar la destilación en seco puesto que se trata de gases inflamables, lo mejor es contar con un ambiente abierto y un poco alejado de la ciudad que cuente con un afluente de agua para refrigerar el condensador.
- Para la mejora del proceso de destilación en seco, en hornos tipo retorta se recomienda el ingreso de los gases no condensables liberados al sistema, a fin de cerrar el circuito y mejorar el uso de la energía, disminuyendo el consumo de leña como fuente externa de energía.
- Es conveniente realizar un estudio completo de todos los componentes del Líquido Piroleñoso y hacer una comparación con otras especies de madera, de esta manera abrir una línea de investigación que favorezcan a los sectores de producción y comercialización de carbón puesto que ellos tendrían la ventaja de expandir su negocio.
- Incluir en posteriores estudios la velocidad de calentamiento como factor independiente y evaluar su influencia en los rendimientos gravimétricos de productos de destilación seca.
- Realizar un análisis microbiológico del Líquido Piroleñoso sobre el efecto nematocida en plantas de distintas variedades.
- Realizar un análisis termo gravimétrico en el proceso de destilación, para conocer con exactitud cómo se va incrementando el rendimiento de productos, principalmente del Líquido Piroleñoso, en las diferentes etapas.