



**Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química**

**“EVALUACIÓN DE UN MÉTODO EXPERIMENTAL DE
GENERACIÓN DE DATOS A NIVEL DE LABORATORIO PARA
EL ESTUDIO DEL SISTEMA TERNARIO ACEITE ESENCIAL DE
TERPENOS DEL FRUTO DE NARANJA (Limoneno) – ETANOL -
HEXANO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO A DOS TEMPERATURAS Y
640 mm Hg.”**

Marisol Amado Rodas

Asesorada por Ing. César Alfonso García Guerra

Guatemala, septiembre de 2005

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

“EVALUACIÓN DE UN MÉTODO EXPERIMENTAL DE GENERACIÓN DE DATOS A NIVEL DE LABORATORIO PARA EL ESTUDIO DEL SISTEMA TERNARIO ACEITE ESENCIAL DE TERPENOS DEL FRUTO DE NARANJA (Limoneno) – ETANOL - HEXANO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO A DOS TEMPERATURAS Y 640 mm Hg.”

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA

POR

Marisol Amado Rodas

ASESORADA POR ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, SEPTIEMBRE DE 2005

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

“EVALUACIÓN DE UN MÉTODO EXPERIMENTAL DE GENERACIÓN DE DATOS A NIVEL DE LABORATORIO PARA EL ESTUDIO DEL SISTEMA TERNARIO ACEITE ESENCIAL DE TERPENOS DEL FRUTO DE NARANJA (Limoneno) – ETANOL - HEXANO EN EQUILIBRIO LÍQUIDO A DOS TEMPERATURAS Y 640 mm Hg.”

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 20 de julio de 2005.

Marisol Amado Rodas

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	
VOCAL II	Lic. Amahán Sánchez Álvarez
VOCAL III	Ing. Julio David Galicia Celada
VOCAL IV	Br. Kenneth Issur Estrada Ruiz
VOCAL V	Br. Elisa Yazminda Vides Leiva
SECRETARIO	Inga. Marcia Ivonne Véliz Vargas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Sydney Alexander Samuels Milson
EXAMINADOR	Ing. Orlando Posadas Valdez
EXAMINADOR	Ing. Manuel Gilberto Galván Estrada
EXAMINADOR	Ing. Víctor Herbert De León Morales
SECRETARIO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

DEDICATORIA

Dedico este trabajo de investigación a:

DIOS.

MIS PADRES.

Edgar Amado Sáenz y Eleonora Rodas Jérez de Amado.

MI HERMANA, TÍAS Y ABUELOS.

MIS AMIGOS.

AGRADECIMIENTOS

A mis maestros

Al Instituto Belga Guatemalteco

A la Universidad de San Carlos de Guatemala

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	XI
GLOSARIO	XIII
RESUMEN	XV
OBJETIVOS	XVII
HIPÓTESIS	XIX
INTRODUCCIÓN	XXI
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TEÓRICO	3
2.1 EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO	3
2.1.1. Selección del disolvente	3
2.1.1.1. Coeficiente de distribución, k_d	3
2.1.1.2. Selectividad	4
2.1.1.3. Insolubilidad del disolvente	4
2.1.1.4. Recuperabilidad	4
2.1.1.5. Densidad	5
2.1.1.6. Tensión interfacial	5
2.1.1.7. Reactividad y corrosividad	5
2.1.1.8. Viscosidad, presión de vapor, inflamabilidad, temperatura de congelación, coste y toxicidad	6
2.1.2. Sistemas Ternarios	6
2.1.3. Representación Gráfica	6
2.1.4. Efecto de la temperatura	9
2.1.5. Efecto de la presión	10
2.1.6. Tipos de equilibrio líquido-líquido	10

2.2.ACEITES ESENCIALES	12
2.2.1. Componente químico principal de los aceites esenciales	12
2.2.1.1.Hidrocarburos terpénicos	12
2.2.2. Método de Separación de componentes oxigenados de terpenos y sesquiterpenos	13
2.3.ACEITE DE TERPENOS DE ESPÉRIDES	14
2.4.PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS SOLVENTES A UTILIZAR	16
3. METODOLOGÍA	17
3.1.RECURSOS Y MATERIALES.	17
3.1.1. Localización.	17
3.2.Recursos Humanos.	18
3.3.Recursos materiales.	18
3.4.Equipo y cristalería.	18
3.5.Material de escritorio.	19
3.6.Metodología experimental.	20
3.6.1. Procedimiento	20
3.6.2. Método para la elaboración de la curva de solubilidad.	21
3.6.2.1.Determinación de la densidad	21
3.6.2.2.Determinación del índice de refracción	21
3.6.2.3.Análisis cromatográfico	21
3.6.2.4.Análisis estadístico	21
3.6.2.5.Generación de Datos	21
4. RESULTADOS	23

5.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	39
	CONCLUSIONES	47
	RECOMENDACIONES	49
	BIBLIOGRAFÍA	51
	APÉNDICE 1: DATOS ORIGINALES	55
	APÉNDICE 2: DATOS CALCULADOS	67
	APÉNDICE 3: MUESTRA DE CÁLCULO	73
	APÉNDICE 4: ANEXOS	81

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Gráfica Triangular para representar composiciones ternarias, y un Diagrama Típico de equilibrio de tres fases en dicha gráfica triangular	7
2.	Líneas de Unión en un diagrama triangular	9
3.	Efecto de la temperatura en los equilibrios ternarios	10
4.	Diagramas de sistemas ternarios con dos pares parcialmente miscibles	11
5.	Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – hexano a 10 ± 5 °C	23
6.	Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – hexano a 25 ± 5 °C	24
7.	Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – etanol a 10 ± 5 °C	25
8.	Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – etanol a 25 ± 5 °C	26
9.	Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en hexano mediante la adición del solvente etanol a 10 ± 5 °C	27

10.	Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en etanol mediante la adición del solvente hexano a 10 ± 5 °C	28
11.	Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a 10 ± 5 °C	29
12.	Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en hexano mediante la adición del solvente etanol a 25 ± 5 °C	30
13.	Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en etanol mediante la adición del solvente hexano a 25 ± 5 °C	31
14.	Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a 25 ± 5 °C	32
15.	Comparación de las poblaciones de datos experimentales del equilibrio de inmiscibilidad para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a las dos temperaturas del estudio	33
16.	Distribución de los datos experimentales en el sistema A.E. limoneno hexano-etanol extrapolados a la gráfica bidimensional con respecto al cálculo del punto de pliegue para el sistema ternario A.E. limoneno – hexano – etanol a 10 ± 5 °C	34

17.	Distribución de los datos experimentales en el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol extrapolados a la gráfica bidimensional con respecto al cálculo del punto de pliegue para el sistema ternario A.E. limoneno – hexano – etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$	35
18.	Cromatograma del Aceite de terpenos del fruto de naranja (Empresa Extract S.A.)	81
19.	Panorámica del diagrama de equipo de la distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.	82
20.	Panorámica del diagrama de equipo de la distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.	83
21.	Panorámica del diagrama de equipo de agitación de la distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.	84
22.	Panorámica del diagrama de equipo de decantación de la distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.	85

TABLAS

I.	Características generales del aceite de terpenos del fruto de naranja	15
II.	Propiedades físicas del etanol	16
III.	Propiedades físicas del hexano	16
IV.	Valores de los coeficientes de distribución promedio obtenidos a partir del porcentaje de A.E. limoneno distribuido en la fase hexánica, dividido el porcentaje de A.E. limoneno distribuido en la fase etanólica.	36
V.	Cálculo para el análisis de varianza de dos factores, con varios grupos para la evaluación del grado de diferenciación significativa en el sistema A.E. limoneno – hexano – etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en hexano, a las dos temperaturas de estudio.	37
VI.	Cálculo para el análisis de varianza de dos factores, con varios grupos para la evaluación del grado de diferenciación significativa en el sistema A.E. limoneno – hexano – etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en etanol, a las dos temperaturas de estudio.	37
VII.	Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – hexano obtenidos a 10 ⁰ C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)	55
VIII.	Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – etanol obtenidos a 10 ⁰ C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)	56
IX.	Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – hexano obtenidos a 25 ⁰ C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)	57
X.	Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – etanol obtenidos a 25 ⁰ C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)	58

XI.	Valores de los índices de refracción obtenidos para cada una de las soluciones de aceite esencial de limoneno – etanol y aceite esencial de limoneno – hexano, respectivamente, a cada concentración nominal a las dos temperaturas analizadas.	59
XII.	Datos de los volúmenes del solvente 2 (hexano o etanol) agregados, mediante titulación, a alícuotas de 10 ml de la solución de aceite esencial de limoneno – hexano, y a alícuotas de 5 ml de la solución de aceite esencial de limoneno – etanol, en cada corrida, para una temperatura de 10 ± 5 °C	60
XIII.	Datos de los volúmenes del solvente 2 (hexano o etanol) agregados, mediante titulación, a alícuotas de 5 ml de las soluciones de aceite esencial de limoneno – hexano y aceite esencial de limoneno – etanol, en cada corrida, para una temperatura de 25 ± 5 °C	61
XIV.	Datos de los índices de refracción obtenidos para cada par de soluciones conjugadas (fase hexano y fase etanol) obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida a la temperatura de 10 ± 5 °C	62
XV.	Datos de los índices de refracción obtenidos para cada par de soluciones conjugadas (fase hexano y fase etanol) obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida a la temperatura de 25 ± 5 °C	63
XVI.	Datos de los índices de refracción medidos a cada fase formada por titulación con el solvente de adición (hexano o etanol), para cada solución a la temperatura de 10 ± 5 °C	64
XVII.	Datos de los índices de refracción medidos a cada fase formada por titulación con el solvente de adición (hexano o etanol), para cada solución a la temperatura de 25 ± 5 °C	65
XVIII.	Datos de las densidades promedio de las soluciones binarias de aceite esencial de limoneno – etanol y aceite esencial de limoneno – hexano, respectivamente, a las dos temperaturas analizadas.	67

XIX.	Datos de la composición porcentual de las mezclas ternarias formadas a partir de A.E. limoneno en hexano y A.E. limoneno en etanol a temperatura de 10 ± 5 °C respectivamente, necesarios para graficar la curva binodal.	68
XX.	Datos de la composición porcentual de las mezclas ternarias formadas a partir de A.E. limoneno en hexano y A.E. limoneno en etanol a temperatura de 25 ± 5 °C respectivamente, necesarios para graficar la curva binodal.	69
XXI.	Datos de las concentraciones de los pares de equilibrio (soluciones conjugadas) para el establecimiento de las líneas de unión, obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida, a la temperatura de 10 ± 5 °C	70
XXII.	Datos de las concentraciones de los pares de equilibrio (soluciones conjugadas) para el establecimiento de las líneas de unión, obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida, a la temperatura de 25 ± 5 °C	71
XXIII.	Datos del coeficiente de distribución para las mezclas ternarias A.E. limoneo – hexano – etanol a las temperaturas de estudio	72

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Descripción
X	Media Aritmética
X_i	Dato de la i-ésima observación
N	Número de observaciones
$^{\circ}\text{C}$	Grados Celsius
%	Porcentaje
Sol	Solución
ρ	Densidad (g/ml)
V	Volumen (ml)
P	Peso (g)
C	Concentración (porcentaje por peso)
x	Fracción volumen (porcentaje por peso nominal)
n	Índice de refracción
R	Coefficiente de refracción
Mt	Masa total de la mezcla ternaria
A.E. limoneno	Aceite esencial de terpenos del fruto de naranja (limoneno)

GLOSARIO

Aceite esencial	Son sustancias odoríferas de naturaleza oleosa obtenidos casi exclusivamente del reino vegetal, generalmente se presentan como líquidos a temperaturas ordinarias y son muy volátiles sin descomposición. Los aceites esenciales se obtienen de diversas partes de la planta
Alcoholato	Solución constituida de alcohol más aceite esencial.
Coalescencia	Es cuando dentro de la mezcla ternaria, todavía no se forman las dos fases, pero se encuentra en suspensión la solución.
Composición porcentual	El porcentaje de masa de cada elemento en el sistema.
Concentración	Cantidad de soluto por unidad de volumen o masa de disolvente o de solución.
Cromatografía de gases	Es un medio para la separación, caracterización y análisis cuantitativo de los aceites esenciales
Curva de coalescencia	Línea de equilibrio para el sistema ternario, también llamada curva binodal, que indica el límite de las composiciones de las mezclas de los tres componentes del sistema, para las cuales el sistema es bifásico.
Espérides	Nombre común que se le da a la familia de los cítricos.

Extracción por arrastre de vapor	Es el arrastre de sustancias o principios aromáticos volátiles con vapor de agua para que luego de condensadas, se pueden separar y recolectar las dos fases: agua y aceite esencial
Miscibilidad	Capacidad de un líquido para mezclarse con otro líquido (o disolverse en él).
Punto de pliegue	Es un punto de la curva en la cual la composición del soluto tanto en la fase de alimentación como en la fase de extracto es la misma.
Soluto	La fase dispersa (disuelta) de una solución.
Solvente	Líquido capaz de disolver otros materiales, (sólidos, líquidos o gases), para formar una solución.
Terpenos	Nombre común aplicado a determinados hidrocarburos que se encuentran en los aceites volátiles obtenidos de ciertas plantas
Volatilidad	Facilidad de los compuestos de escapar de la fase líquida a la fase gaseosa

RESUMEN

El presente trabajo de graduación se realizó con el objetivo de caracterizar el equilibrio ternario del sistema A.E. limoneno – hexano – etanol a dos temperaturas. Dentro del presente trabajo se incluye información bibliográfica acerca de temas referentes al equilibrio ternario y extracción líquido-líquido, así como la metodología empleada para la obtención de los resultados.

Las isotermas de equilibrio de inmiscibilidad para el sistema A.E. limoneno – hexano – etanol, se obtuvieron a temperaturas de 25 y 10 °C a partir de soluciones binarias de:

- a) A.E. limoneno – hexano mediante adición del solvente etanol.
- b) A.E. limoneno - etanol mediante adición del solvente hexano.

Para obtener estos datos, fue necesario correlacionar la información experimental del índice de refracción en función de la concentración porcentual en peso de soluto-hexano y soluto-etanol, a dos temperaturas diferentes.

Como resultado de esta investigación, se llegó a determinar estadísticamente que no existe diferencia significativa de los datos experimentales obtenidos en ambas isotermas, con un grado de significancia del 95% para las dos temperaturas de estudio.

Para la temperatura de 10 °C, se determinó que la composición del punto de pliegue es de 62% A.E. limoneno, 33% etanol y 5% hexano, y el coeficiente de distribución promedio fue de 4.80 ± 0.54 .

Para la temperatura de 25 °C, se determinó que la composición del punto de pliegue es de 54% A.E. limoneno, 40% etanol y 6% hexano, y el coeficiente de distribución promedio fue de 5.40 ± 0.38 .

OBJETIVOS

- **General**

Evaluar un método experimental para la generación de datos a nivel de laboratorio del sistema líquido-líquido en equilibrio del componente activo del aceite esencial de terpenos del fruto de naranja, limoneno-etanol-hexano.

- **Específicos**

1. Correlacionar la información experimental del índice de refracción, en función de la concentración porcentual en peso de soluto-etanol, a dos temperaturas diferentes.
2. Correlacionar la información experimental del índice de refracción, en función de la concentración porcentual en peso de soluto-hexano, a dos temperaturas diferentes.
3. Determinar los valores experimentales de concentraciones en equilibrio de inmiscibilidad para el sistema ternario aceite esencial-etanol-hexano, a partir de soluciones de aceite esencial en hexano por adición de solvente etanol.
4. Determinar los valores experimentales de concentraciones en equilibrio de inmiscibilidad para el sistema ternario aceite esencial-etanol-hexano, a partir de soluciones de aceite esencial en etanol por adición de solvente hexano.
5. Evaluar estadísticamente la existencia de diferencia significativa e interpretación de los datos experimentales obtenidos con un nivel de significancia del 95% para las dos temperaturas de estudio.

HIPÓTESIS

Es posible realizar una evaluación experimental a nivel de laboratorio para la generación de datos de equilibrio de inmiscibilidad en el estudio del sistema ternario en equilibrio del aceite esencial de terpenos del fruto de naranja (limoneno) – agua- hexano a dos temperaturas y 640 mm Hg

HIPÓTESIS ESTADÍSTICA

Para variable respuesta distribución porcentual en equilibrio de inmiscibilidad:

Hipótesis Nula

Ho: no existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados para la construcción del domo de distribución al equilibrio de inmiscibilidad del sistema entre las temperaturas de estudio.

$$\mu_{M1} = \mu_{M2}$$

Donde:

μ_{M1} = concentración de aceite esencial en cada solvente a temperatura T1 °C.

μ_{M2} = concentración de aceite esencial en cada solvente a temperatura T2 °C.

Hipótesis Alterna

Ha: Existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados para la construcción del domo de distribución al equilibrio de inmiscibilidad del sistema, entre las temperaturas de estudio.

$$\mu_{M1} \neq \mu_{M2}$$

Donde:

μ_{M1} = concentración de aceite esencial en cada solvente a temperatura T1 °C.

μ_{M2} = concentración de aceite esencial en cada solvente a temperatura T2 °C.

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo tiene como objetivo evaluar un método experimental a nivel de laboratorio para la generación de datos del sistema ternario limoneno-hexano-etanol a dos temperaturas diferentes.

La extracción líquida, llamada algunas veces extracción con disolventes, es la separación de una solución líquida por contacto con otro líquido insoluble. Si las sustancias que componen la solución original se distribuyen de manera distinta entre las fases líquidas, se puede lograr cierto grado de separación, que puede incrementarse mediante la interacción por contactos múltiples o agitación.

Los sistemas ternarios en equilibrio heterogéneo se representan gráficamente sobre diagramas bidimensionales; la gráfica sobre triángulo equilátero proporciona la representación más completa.

El estudio de este sistema ternario se basó en la interpretación del contenido de soluto al equilibrio mediante correlatividad de la variable respuesta por técnicas de cromatografía, picnometría y refractometría y así se determinó las concentraciones al equilibrio del sistema ternario. Estos tipos de técnicas han sido utilizados en trabajos de graduación anteriores para determinar las concentraciones en equilibrio a partir de las correlaciones de índice de refracción contra concentración de soluto en cada solvente.

El presente trabajo es un análisis de un sistema ternario en equilibrio y que tiene el título de: “Evaluación de un método experimental de generación de datos, a nivel de laboratorio para el estudio del sistema ternario, aceite esencial de terpenos del fruto de naranja (limoneno) – etanol - hexano en equilibrio líquido a dos temperaturas y 640 mm Hg.”

1. ANTECEDENTES

El proyecto de investigación se realizó en el Laboratorio de ensayos fisicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería y en el Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química, contando con el apoyo de la Unidad de Análisis Instrumental, UAI de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia. El fundamento teórico del proyecto lo sustentaron las investigaciones de tesis de graduación de Ingeniería Química sobre sistemas ternarios anteriormente realizadas.

Durante el año 2002 se realizó la investigación de la **Ingeniera Ligia Marilú Rivas Méndez para el sistema acetona-agua-hexano, asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra** y cuyo título es “**Evaluación de un método experimental de obtención de datos que permitan caracterizar el equilibrio ternario del sistema agua-hexano-acetona a dos temperaturas**”. En esta investigación se determinó que el sistema agua-hexano-acetona pertenece a la clasificación de sistemas ternarios tipo I (con formación de un par de líquidos parcialmente miscibles) dentro del rango de temperaturas de $28 \pm 7^\circ\text{C}$.

Durante el año 2002 se realizó la investigación de la **Ingeniera Olinda Margarita López Velásquez para el sistema etanol-agua-hexano, asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra** y cuyo título es “**Evaluación de un método experimental de generación de datos para el estudio del sistema ternario etanol-hexano-agua a dos temperaturas diferentes**”. En dicha investigación se llegó a determinar que el punto de pliegue experimental obtenido para el sistema etanol-hexano-agua a 23°C es: 22% agua, 71% etanol, 7% hexano y a 43°C es 23% agua, 68% etanol y 9% hexano.

Durante el año 2003 realizó el **Ing. Marco Vinicio Pajarito Ángel**, la **investigación asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra** y cuyo título es **“Evaluación de un método experimental de generación de datos para el estudio del sistema ternario isopropanol-hexano-agua en equilibrio líquido de inmiscibilidad, a tres temperaturas y a 640 mm Hg”**. En la investigación se determinó que existe una diferencia significativa entre las isotermas de temperatura de 10⁰C y 50⁰C para el sistema de isopropanol-hexano-agua, a partir de las curvas binoidales al equilibrio de inmiscibilidad y de los puntos de pliegue obtenidos.

Durante el año 2003 realizó el **Ing. Ramiro Antonio Prado Córdova**, la **investigación asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra y la Inga. Telma Maricela Cano** y cuyo título es **“Evaluación del efecto de la concentración de cloruro de sodio en el sistema cuaternario agua-glicerol-1-butanol-cloruro de sodio sobre la distribución de equilibrio del glicerol para determinar la factibilidad de un proceso alternativo de recuperación de glicerina en una planta de saponificación”**. En la investigación se determinó que el efecto del factor glicerol sobre el coeficiente de distribución del glicerol en el sistema cuaternario agua-glicerol-1-butanol-cloruro de sodio, es tal que alcanza un mínimo cuando el porcentaje de glicerol es de 5% luego del cual se incrementa al aumentar la cantidad de glicerol en el sistema.

A la fecha se está realizando el trabajo de investigación del **estudiante José Luis Alfaro Soto**, **asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra** y cuyo título es **“Evaluación de un método experimental de generación de datos par el estudio del sistema ternario aceite esencial de eucaliptol (1-8 cineol)-agua-hexano en equilibrio líquido a dos temperaturas y 640 mm Hg”**. Con este trabajo se realizará una comparación de los datos experimentales que los dos estudios pretenden obtener como lo son las relaciones entre monoterpenos “oxigenados” respecto a monoterpenos “no oxigenados” entre pares de solventes inmiscibles.

2. MARCO TEÓRICO

2.1.EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

Treybal (16) describe que la extracción líquida, llamada algunas veces extracción con disolventes, es la separación de los componentes de una solución líquida mediante su distribución en dos fases líquidas inmiscibles.

El objetivo es purificar uno o varios compuestos, o bien, efectuar una recuperación más económica de un componente por otros procedimientos. Para separar uno o más de los componentes de una mezcla, ésta debe estar en contacto con otro soluto.

La extracción líquido-líquido es una alternativa cuando la separación por destilación es ineficiente o muy difícil de llevar a cabo, debido a la semejanza de los valores de las temperaturas de ebullición de las mezclas que se desean separar.

2.1.1 Selección del disolvente

Según Gomis (5) las características más importantes de los disolventes, con miras a su selección para un proceso de extracción son las siguientes:

2.1.1.1 Coeficiente de distribución, k_j

Se define como:

$$k_j = y_j / x_j$$

Aunque no es necesario que este coeficiente sea mayor que la unidad, valores mayores son deseables, ya que implican que se requiere menos disolvente para llevar a cabo la operación.

2.1.1.2 **Selectividad**

La efectividad de un disolvente a los efectos de separación de los componentes i , j de una cierta mezcla, vendrá expresada por el valor de la concentración relativa de los mismos en las fases extracto y refinado, es decir, por el valor de la relación:

$$\alpha_{ij} = (y_i/x_i)/(y_j/x_j) = k_i/k_j$$

en el sistema de que se trate. Para que la separación sea posible esta selectividad debe ser distinta de uno, y cuanto más distinta de la unidad sea, más fácil será la separación. De este parámetro dependerá el número de etapas necesarias para una separación dada.

2.1.1.3 **Insolubilidad del disolvente**

Cuanto mayor sea la insolubilidad del disolvente y del componente mayoritario del refinado, que no se desea extraer, más fácil resultará la operación de extracción.

2.1.1.4 **Recuperabilidad**

Puesto que siempre habrá que recuperar el disolvente para su reutilización, y ordinariamente tal recuperación se realiza por rectificación, resultará indispensable que el disolvente no forme azeótropos con los componentes del sistema y, a ser posible, que las volatilidades relativas de éstos respecto a aquél sean lo más alejadas posible de la unidad. Es conveniente que las sustancias que

se encuentren en menor cantidad en el extracto fueran las más volátiles. De ser el disolvente el que debe volatilizarse, debe procurarse que su calor latente sea lo menor posible.

2.1.1.5 Densidad

Evidentemente, resulta indispensable que las densidades de las fases en equilibrio sean distintas para que sea viable la extracción. La operación se desarrollará más fácilmente cuanto mayor sea la diferencia de densidades. Así pues se seleccionarán aquellos disolventes con densidad lo más distinta posible a la mezcla a extraer.

2.1.1.6 Tensión interfacial

Cuanto mayor sea la tensión superficial entre las fases extracto y refinado con mayor facilidad coalescerán sus emulsiones y con mayor dificultad se conseguirá su mutua dispersión. Normalmente la etapa más lenta es de coalescencia y separación de fases, la mezcla se puede favorecer aplicando energía mecánica (agitación), por ello se suelen preferir disolventes que proporcionen altas tensiones interfaciales.

2.1.1.7 Reactividad y corrosividad

Los disolventes deben ser químicamente estables, es decir, inertes tanto respecto a los componentes del sistema, como respecto a los materiales de construcción de las instalaciones.

2.1.1.8 Viscosidad, presión de vapor, inflamabilidad, temperatura de congelación, coste y toxicidad

Todas estas propiedades deben tenerse en cuenta y deben ser lo más bajas posible, para facilitar el manejo y almacenamiento de los disolventes.

2.1.2. Sistemas Ternarios

Levine (8) describe que de acuerdo a la regla de las fases de Gibbs, cuando se observa una sola fase en un sistema de tres componentes como el que se estudiará, los grados de libertad ($f = c - p + 2 = 3 - 1 + 2 = 4$) son 4. Por lo tanto, para describirlo completamente habrá que fijar 4 variables del sistema en general son temperatura, presión y dos variables de composición, ya que sólo dos fracciones molares bastan para definir la composición.

2.1.3. Representación Gráfica

Laidler (7) define que la técnica más conveniente para graficar un diagrama de fases de este tipo fue propuesta por Hendrik William Bakhuis Roozeboom (1854-1907). La composición se determina basándose en el hecho de que, desde cualquier punto dentro de un triángulo equilátero, la suma de las distancias perpendiculares a cada lado es igual a la altura del triángulo. La altura se iguala al 100% y se divide en diez partes iguales. Se forma una red de pequeño triángulos equiláteros dibujando líneas paralelas a los tres lados a través de las diez divisiones iguales.

Gomis (5) define que cada vértice representa el 100% en peso de un componente, mientras que las bases opuestas a éstos, representan proporciones del 0% de este componente.

Los compuestos puros se ubican en los vértices del triángulo. Los lados del triángulo representan composiciones de mezclas binarias entre pares de componentes por ejemplo, en la figura 1a, la línea AC representa % en masas de mezclas de A y C.

Las líneas paralelas a un lado del triángulo representan las concentraciones del componente que se encuentra en el vértice opuesto.

Figura 1 Gráfica triangular para representar composiciones ternarias, y un Diagrama típico de equilibrio de tres fases en dicha gráfica triangular.

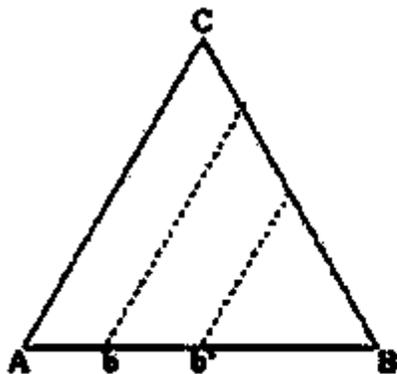


Fig. 1a

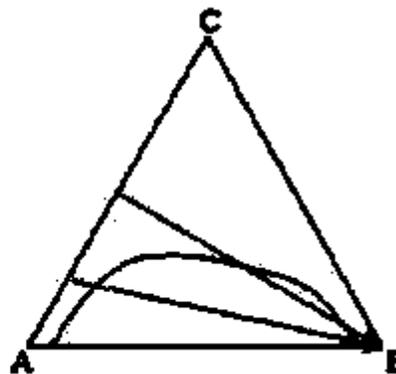


Fig. 1b

Como se observa en la figura 1b, por agregado de un tercer componente, se pasa de un sistema monofásico en coalescencia a uno bifásico inmiscible o viceversa, se ha cruzado la línea límite ó curva de coalescencia del sistema en uno u otro sentido. La curva de coalescencia representa el límite entre la región homogénea o de una solo fase (emulsión) y la heterogénea o la de dos fases.

Por lo tanto, cuando comienza a agregarse un tercer componente a una mezcla binaria, las composiciones totales de los sistemas que se forman, se van ubicando a lo

largo de una recta que une la composición de partida con el vértice del tercer componente (figura 1b).

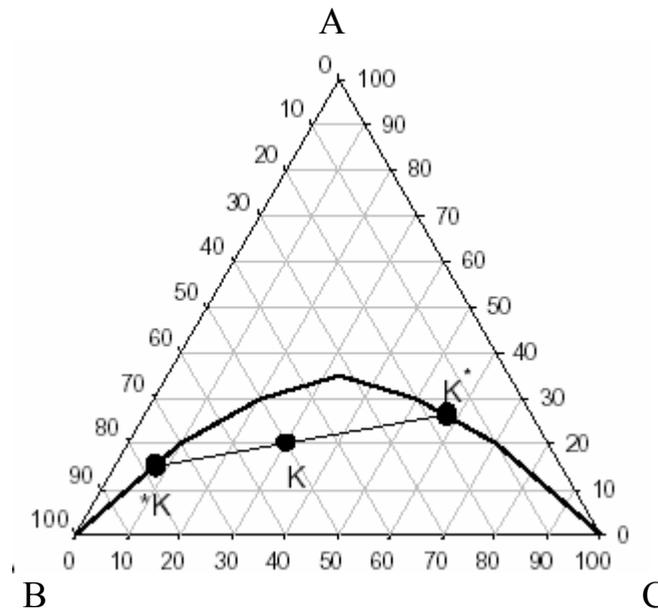
Las rectas que unen las composiciones de dos capas conjugadas o en equilibrio (línea K, figura 2) sobre la curva de saturación se denominan líneas “de enlace o conexión”. El componente A puede considerarse que se autodistribuye entre las dos capas conjugadas.

Las líneas de enlace se hacen cada vez más cortas a medida que aumenta la cantidad de A en la mezcla. Las composiciones de las capas conjugadas se acercan la una de la otra y, finalmente, se hacen idénticas. A este punto se le conoce como “punto de pliegue”. Por encima de este punto y fuera de la curva, sólo puede existir una capa.

El punto de pliegue no se halla necesariamente en la cúspide de la curva, sino que puede encontrarse, y así es a menudo, cerca de la cúspide y a un lado u otro del punto medio de la curva. El solvente más afín distribuye el punto de pliegue hacia su sector. El punto de pliegue es aquel en que la composición concreta de soluto corresponde a una razón definida de los componentes B y C. Para pasar por el punto de pliegue, hay que añadir A a la mezcla binaria de B y C que corresponde a dicha composición.

Figura 2

Líneas de Unión en diagrama de equilibrio de tres fases.

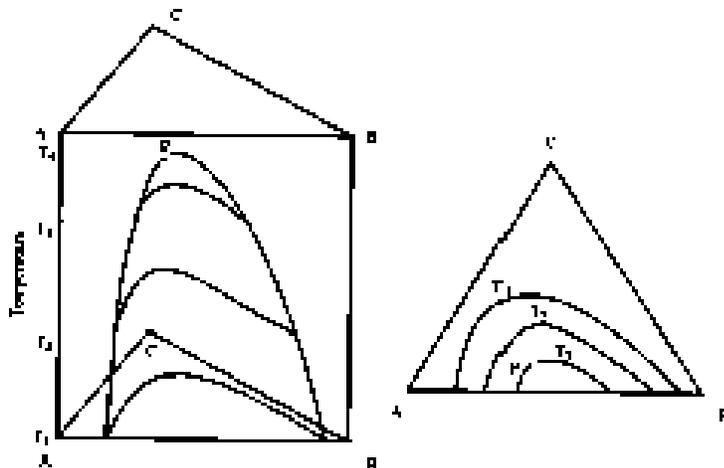


2.1.4. Efecto de la temperatura

Perry (13) define que para mostrar claramente este efecto es necesario una figura tridimensional como la figura 3, donde se representa la temperatura en la arista vertical y las composiciones en las aristas de la base de un prisma triangular.

Para la mayoría de sistemas de este tipo la solubilidad mutua de A y B aumenta al hacerlo la temperatura y por encima de una temperatura T_4 , temperatura crítica de solubilidad, son totalmente miscibles. Este aumento de la temperatura afecta notablemente al equilibrio, tal como puede apreciarse en la proyección sobre la base, mostrada en la parte derecha de la figura 3. No sólo varían las regiones de solubilidad, sino que las pendientes de las rectas de reparto pueden alterarse notablemente. También se pueden presentar otros tipos de comportamiento más complejos con la temperatura, como por ejemplo el inverso al descrito.

Figura 3 Efecto de la temperatura en los equilibrios ternarios.



2.1.5. Efecto de la presión

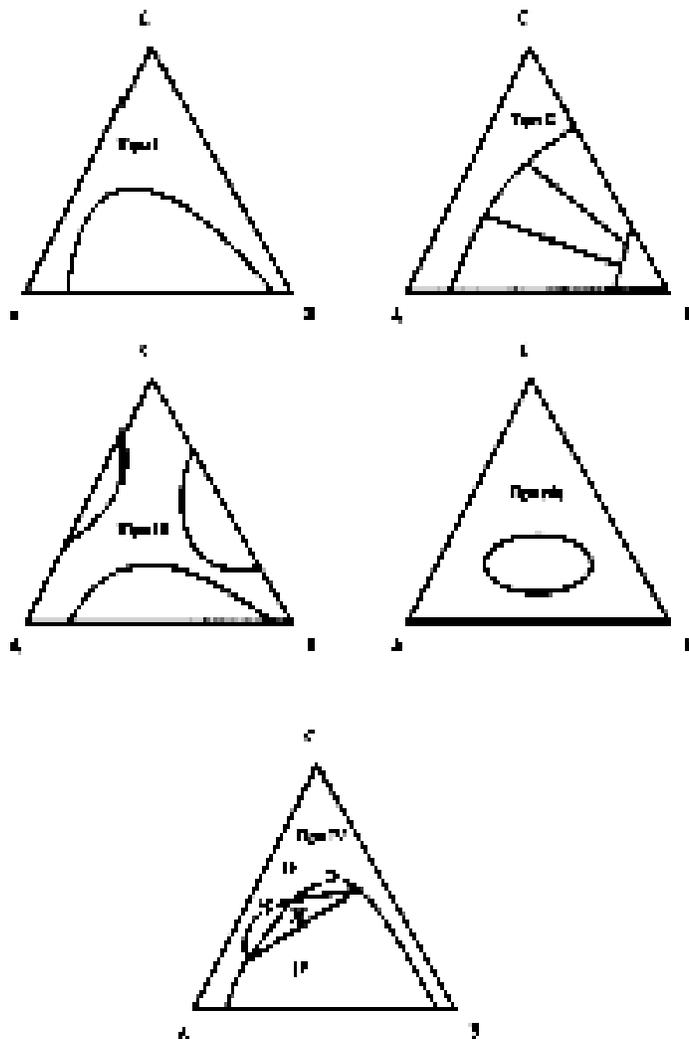
Gomis (5) define que excepto a presiones muy elevadas, la influencia de la presión en el equilibrio líquido-líquido es muy pequeña y puede ser ignorada. Se considera que todos los diagramas que se han descrito y que se utilizan en este tipo de cálculos se han realizado a presiones suficientemente altas como para mantener el sistema condensado, es decir muy por encima de las presiones de vapor de las soluciones. Si la presión fuese menor, el equilibrio líquido-líquido se vería interrumpido y aparecería una región de equilibrio líquido-vapor.

2.1.6. Tipos de equilibrio líquido-líquido

Existen distintos tipos de equilibrio líquido-líquido. Treybal los clasificó de acuerdo con el número de componentes parcialmente miscibles o fases presentes. Así los

tipos I, II y III corresponden a uno, dos y tres pares de componentes parcialmente miscibles, tal y como se muestra en la figura 4, donde también se muestran el tipo isla y el tipo IV que dan lugar a tres fases líquidas en equilibrio con solo dos pares de componentes parcialmente miscibles.

Figura 4 Diagramas de sistemas ternarios con dos pares parcialmente miscibles.



2.2. ACEITES ESENCIALES

Cairo (2) define que los aceites esenciales son metabolitos secundarios generalmente muy complejos que contienen una o más sustancias volátiles de origen vegetal, obtenido por un proceso de arrastre con vapor de agua, expresión o destilación. Los aceites esenciales los producen especialmente las plantas aromáticas, ya que aunque la mayor parte de las plantas los contienen, son éstas las que concentran una mayor cantidad. Es una mezcla compleja de sustancias miscibles entre sí e inmiscibles en agua. Los aceites esenciales de plantas aromáticas, flores y frutos son apreciados por ser naturales extraídos directamente de las plantas una vez recolectados cada uno en la época que corresponda y en el lugar donde se cultiven. Los aceites esenciales utilizados en aromaterapia proceden de una gran variedad de partes de la planta: hierbas, flores, hojas, madera, semillas, cáscara de frutos, raíces, tubérculos y rizomas.

2.2.1. Componentes principales en los aceites esenciales

Hidrocarburos terpénicos:

Los terpenos son una clase de sustancias químicas que se hallan en los aceites esenciales, resinas y otras sustancias aromáticas de muchas plantas, como por ejemplo los pinos y muchos tipos de cítricos. Algunos de los terpenos más usuales son el limoneno, felandreno, camfeno, cariofileno.

Wingrove (18) define que los terpenos se clasifican de acuerdo con el número de subunidades de isopreno (2-metilbutadieno-1,3) que contienen. Los monoterpenos constan de dos unidades isoprenicas (10 átomos de carbono), los sesquiterpenos contienen 3 unidades (15 átomos de carbono), los diterpenos constan de 4 unidades (20 átomos de carbono), los triterpenos tienen 6 unidades (30 átomos de carbono) y los tetraterpenos poseen 8 unidades isoprenicas (40 átomos de carbono). Los que pueden

carecer o no de oxígeno son hidrocarburos de tipo monoterpénicos o sesquiterpénicos

1. Otras división de los terpenos es:

Monoterpenos: α y β -pineno, canfeno, limoneno, mirceno, p-cimeno, etc.

Sesquiterpenos: β -cariofileno, α -farneseno, germacraneno, camazuleno, etc.

Monoterpenoles: α -terpineol, borneol, citronelol, geraniol, linalol, nerol, etc.

Sesquiterpenoles: espatulenol, fenchol, nerolidol, etc.

Ésteres terpénicos: acetatos de nerilo, geranilo y bornilo, 1,8-cineol (eucaliptol), etc.

Óxidos terpénicos: óxido de cariofileno.

2.2.2. Método de Separación de componentes oxigenados de terpenos y sesquiterpenos

Fenaroli (4) dice que un método de separar componentes oxigenados de terpenos y sesquiterpenos consiste en la variación de solubilidad de las fracciones en un solvente en particular como el alcohol acuoso, dimetilsulfóxido, etc. Este método frío tiene la desventaja de ser muy lento y que requiere mucho trabajo. Por otro lado, se utiliza un equipo simple y poco combustible es utilizado para que se de la separación básica. Como la solubilidad depende de la temperatura, la temperatura de extracción debe ser controlada. Otra ventaja es que los aceites no están sujetos a altas temperaturas como en la destilación, lo cual provoca degradación en el sabor de aceites de terpenos o sesquiterpenos, particularmente en los aceites de cítricos.

Este método con algunas variaciones tecnológicas ha sido utilizado por varios años, especialmente en los aceites de naranja, limon, lima, mandarina, toronja, uvas, etc.

El método en frío se basa en la mezcla y agitación de los componentes y luego ponerlo a reposar para que las fases se separen por gravedad. Dicha separación se puede

llevar a cabo en columnas de separaciones. La temperatura de agitación puede ser la temperatura ambiental y puede controlarse por la circulación de agua alrededor de la chaqueta de la columna.

2.3.ACEITE DE TERPENOS DE ESPÉRIDES

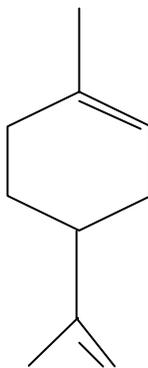
Parry (12) define que el limoneno se encuentra en la naturaleza en los aceites del limón y de la naranja, también se encuentra en menor cantidad en otros aceites esenciales.

Cáceres (3) define que el naranjal es un árbol leñoso de 3-10 m de alto, tronco grueso, erecto, corona compacta, corteza suave, café, ramas verdes, espinas no muy puntiagudas de 2-8 cm de largo. Hojas compuestas siempre verdes, aromáticas, alternas, peciolo alado, ancho, 6-13 cm de largo, finalmente dentadas, con pequeñas glándulas de aceite. Flores muy olorosas, individuales o grupos en las axilas foliares, 3-4 cm de ancho, 5 pétalos blancos, separados, hasta 24 estambres, 5-12 % son masculinas. Frutos en baya, redondos u oblongo-ovalados, 7-8 cm de ancho, pericarpio rugoso, grueso amargo, con glándulas de aceite; 10-12 segmentos con paredes amargas y pulpa ácida o dulce, varias semillas.

Tabla I Características generales del aceite de terpenos del fruto de naranja

Aspecto	Líquido
Color	Amarillento
Olor	Fuerte, a limoneno
Solubilidad en alcohol a 20 ⁰ C	1 volumen se disuelve completamente en 4 volúmenes de alcohol al 70%
Densidad a 20 ⁰ C	0.845-0.851
Índice de Refracción a 20 ⁰ C	1.4725-1.4755
Desviación Polarimétrica a 20 ⁰ C	+88 a 98 ⁰
Limoneno total	90 %
Constituyentes principales	Citral, linalool y terpineol

Fórmula Estructural del limoneno C₁₀H₁₆, (10, 3, 3, 2)_{IDH=6}:



2.4. Propiedades físicas de los solventes a utilizar

Tabla II Propiedades físicas del etanol

SOLVENTE	Etanol (C ₂ H ₆ O)
Punto de ebullición (°C)	78
Punto de fusión (°C)	-117
Constante dieléctrica a 25 ⁰ C	24
Densidad específica gr/MI	0.81
Solubilidad en agua	Soluble
Presión de vapor mbar a 20 ⁰ C	59
Punto de inflamación (°C)	17
Temperatura de autoignición (°C)	425
Límites de explosividad	3.5 – 15

Tabla III Propiedades físicas del hexano

SOLVENTE	Hexano (C ₆ H ₁₄)
Punto de ebullición (°C)	69
Punto de fusión (°C)	-94
Constante dieléctrica a 25 ⁰ C	1.89
Densidad relativa	0.66
Solubilidad en agua	Ninguna
Presión de vapor kPa a 20 ⁰ C	16
Punto de inflamación (°C)	-22
Temperatura de autoignición (°C)	240
Límites de explosividad	1.1 – 7.5

3. METODOLOGÍA

3.1. RECURSOS Y MATERIALES

3.1.1. Localización

La parte experimental de la investigación se llevó a cabo en la Universidad de San Carlos de Guatemala en las siguientes dependencias:

3.1.1.1. Laboratorio de ensayo fisicoquímico de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. En este laboratorio se llevó a cabo los diferentes análisis experimentales fisicoquímicos del sistema ternario limoneno-agua-hexano.

3.1.1.2. Laboratorio de Química de la Escuela de Ingeniería Química. En este laboratorio se llevó a cabo los diferentes análisis experimentales fisicoquímicos del sistema ternario limoneno-agua-hexano.

3.1.1.3. Unidad de Análisis Instrumental, UAI, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia. En esta unidad se realizaron los análisis de cromatografía de gases al aceite de terpenos de naranja utilizado en el sistema ternario limoneno-agua-hexano.

3.2. Recursos humanos

Investigador: Br. Marisol Amado Rodas.

Asesor: Ing. Qco. César Alfonso García Guerra.

3.3. Recursos materiales

Para cada unidad experimental:

Aceite de terpenos del fruto de naranja (Empresa Extract S.A.)

Etanol al 95% (Empresa Quimiprova)

Hexanos de grado industrial (Donado por Olmeca S.A.)

3.4. Equipo y cristalería

Balanza analítica: Marca: OHAUS

Modelo: Adventurer, AR1530

Máxima Capacidad: 150 g

Mínimo valor de medición: 0.001 g

Voltaje: 8-14.5 v

Potencia: 6 w

Plancha de calentamiento con agitación: Marca: SYBRON/Thermolyne

Modelo: Nuova II, SP18425

Voltaje: 120 v

Amperios: 7.5

Watts: 80

Refractómetro: Marca: Abbe
 Modelo: 32200
 Rango de temperatura: 0 a 70⁰C
 Precisión: ±0.0002
 Rango de medición: 1300-1700

Earlenmeyers tipo pirex de 250 mL, marca Boeco
Pizetas de polietileno de 500 mL, marca Nalgene
Pipetas serológicas de 1 y 10 mL, marca Marienfeld
Buretas de 25 mL, marca Marienfeld
Soportes metálicos para sostener los anillos metálicos y las pinzas para buretas
Anillos metálicos para sostener ampollas de decantación
Pinzas metálicas para sostener buretas
Beackers tipo pirex de 100 y 600 mL, marca Marienfeld
Probetas de 25, 50 y 100 mL, marca Marienfeld
Tubos de ensayo tipo pirex de 25 mL, Marienfeld

3.5. Material de escritorio

Papelería y útiles de oficina
Computadora Toshiba Satellite, Celeron R, 2.8 GHz
Impresora Canon S200x
Softwares: Microsoft Word, Microsoft Excel, TriDraw 4.1
CD's
Diskettes
Fotocopias

3.6. Metodología experimental

Para la construcción de la curva del sistema ternario limoneno-etanol-hexano, trabajado a dos temperaturas, 10 y 25 °C (± 5 °C), se realizaron soluciones de limoneno-hexano y limoneno-etanol a diferentes porcentajes en peso, las cuales fueron expuestas a análisis de densidad, índice de refracción y de distribución de soluto en los solventes en equilibrio. Con el método de picnometría y los datos obtenidos de índice de refracción, se determinó su relación con respecto de la concentración.

3.6.1. Procedimiento

1. Preparar soluciones de limoneno en etanol en proporciones de 5, 10, 30, 50, 80, 85, 90 % en peso.
2. Preparar soluciones de limoneno en hexano en proporciones de 5, 10, 30, 50, 80, 85, 90 % en peso.
3. Tomar una alícuota de cada solución y medir el índice de refracción.
4. Tomar una alícuota de cada solución y medir la densidad por medio de un picnómetro.
5. Tomar 3 alícuotas de 15 ml de cada solución y agregar etanol o hexano según sea el caso, hasta que se presente la formación de dos fases, anotando el volumen requerido.
6. Construir los domos de solubilidad para los datos obtenidos en los pasos anteriores.
7. Se escogen 5 puntos al azar por debajo del domo se preparan las soluciones con las concentraciones respectivas.
8. Las mezclas obtenidas en el paso anterior, se agitan aproximadamente por 25 minutos, luego se dejan reposar por 30 minutos. Se separan las dos fases formadas y se miden los índices de refracción para cada mezcla.

9. Los pasos anteriores se realizaran a 2 diferentes temperaturas (10 y 25 °C).

3.6.2. Método para la elaboración de la curva de solubilidad

3.6.2.1 Determinación de la densidad

La densidad se determinó por el método de picnometría según la norma ASTM D-145.

3.6.2.2 Determinación del índice de refracción

Para medir el índice de refracción se utilizó un refractómetro Abbe Modelo 32200, el cual presenta las siguientes especificaciones:

Rango de temperatura	0 a 70 °C
Precisión	± 0.0002
Rango de medición	1300 - 1700

3.6.2.3 Análisis Cromatográfico

Al aceite esencial de limoneno se le realizó un análisis químico por medio de cromatografía de gases en la Unidad de Análisis Instrumental de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

3.6.2.4 Análisis Estadístico

Se realizó el análisis estadístico a los datos obtenidos del experimento para comprobar los resultados bajo las pruebas de Fisher y Duncan.

3.6.2.5 Generación de Datos

Las tablas y gráficos se realizaron en base a lo especificado en el protocolo de trabajo de graduación.

4. RESULTADOS

Figura 5 Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – hexano a 10 ± 5 °C

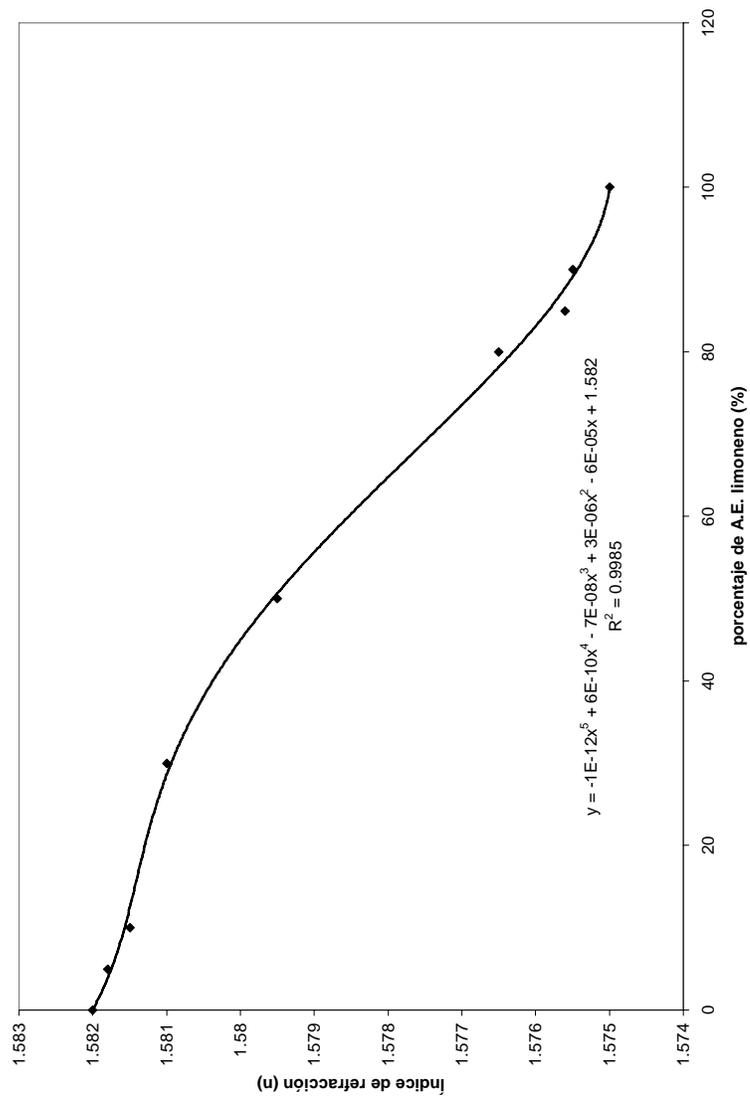


Figura 6 Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – hexano a $25 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$

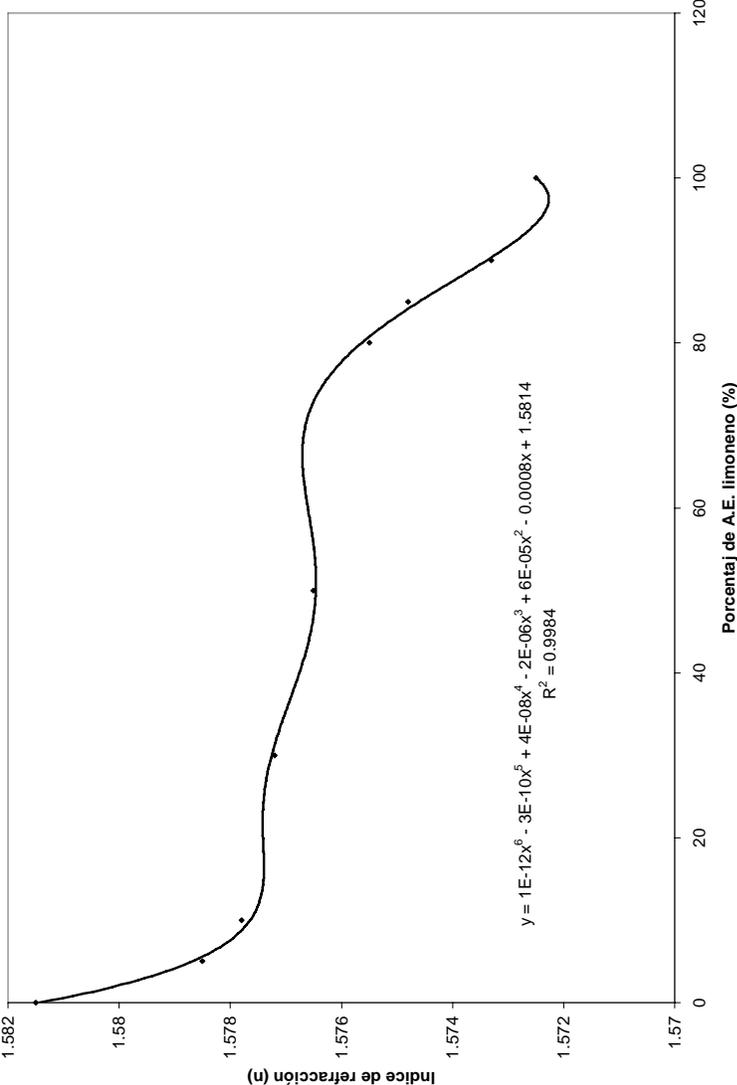


Figura 7 Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – etanol a 10 ± 5 °C

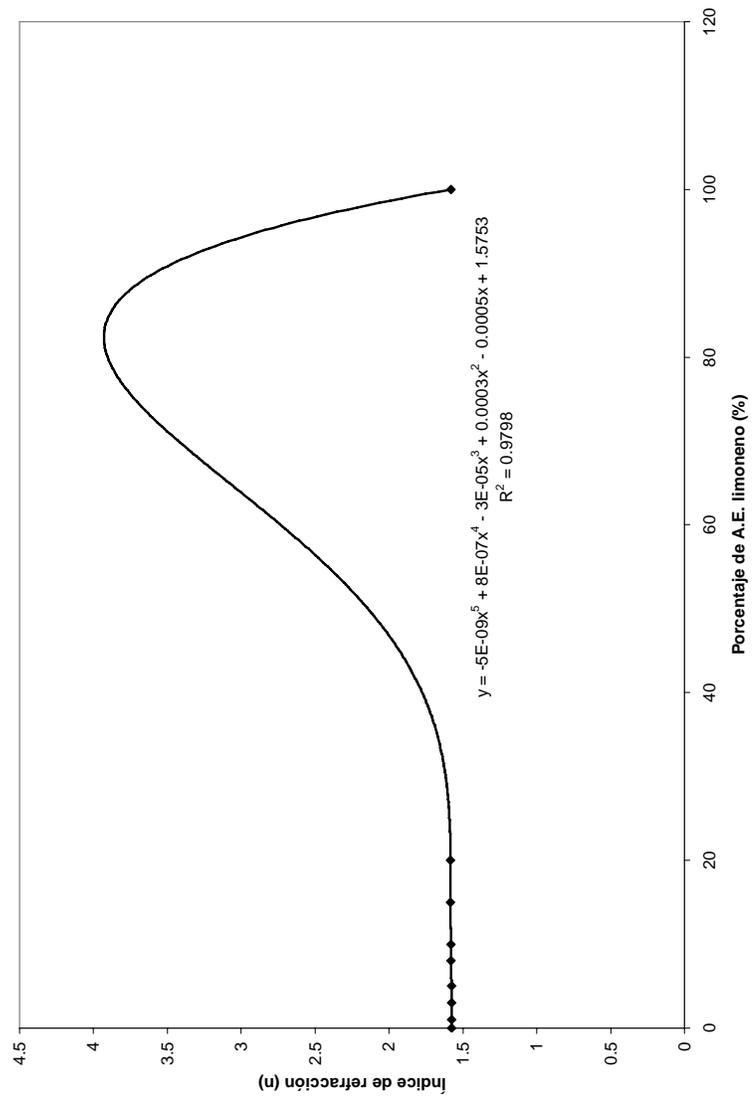


Figura 8 Curva de correlación para los índices de refracción contra concentración de la mezcla binaria A.E. limoneno – etanol a $25 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$

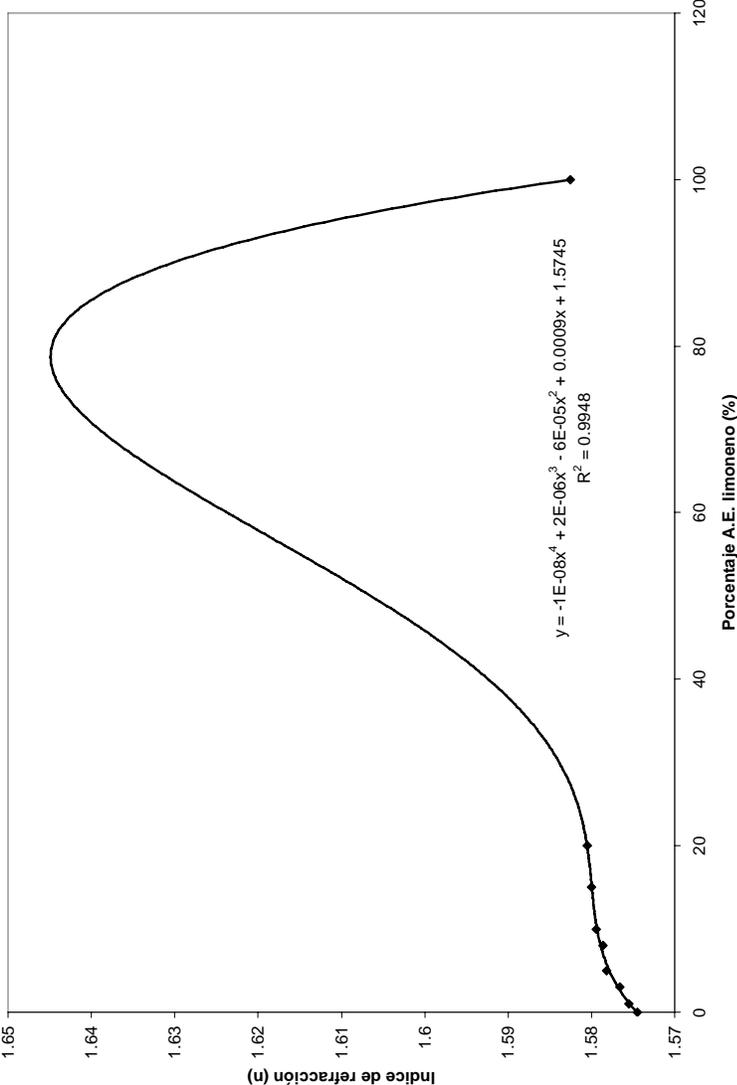


Figura 9 Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en hexano mediante la adición del solvente etanol a 10 ± 5 °C

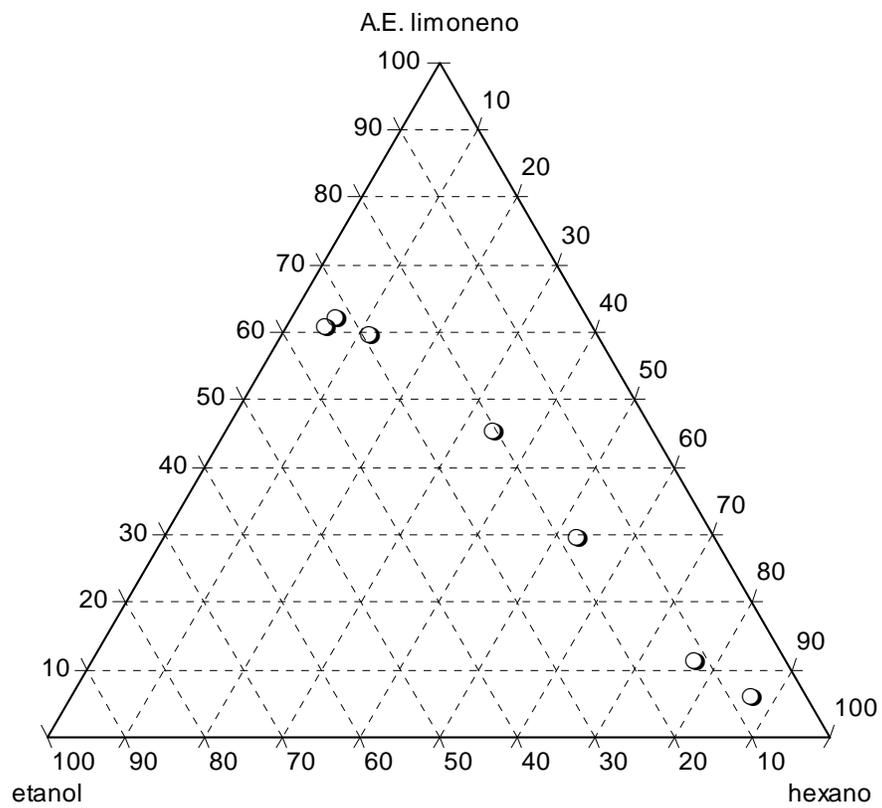


Figura 10 Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en etanol mediante la adición del solvente hexano a 10 ± 5 °C

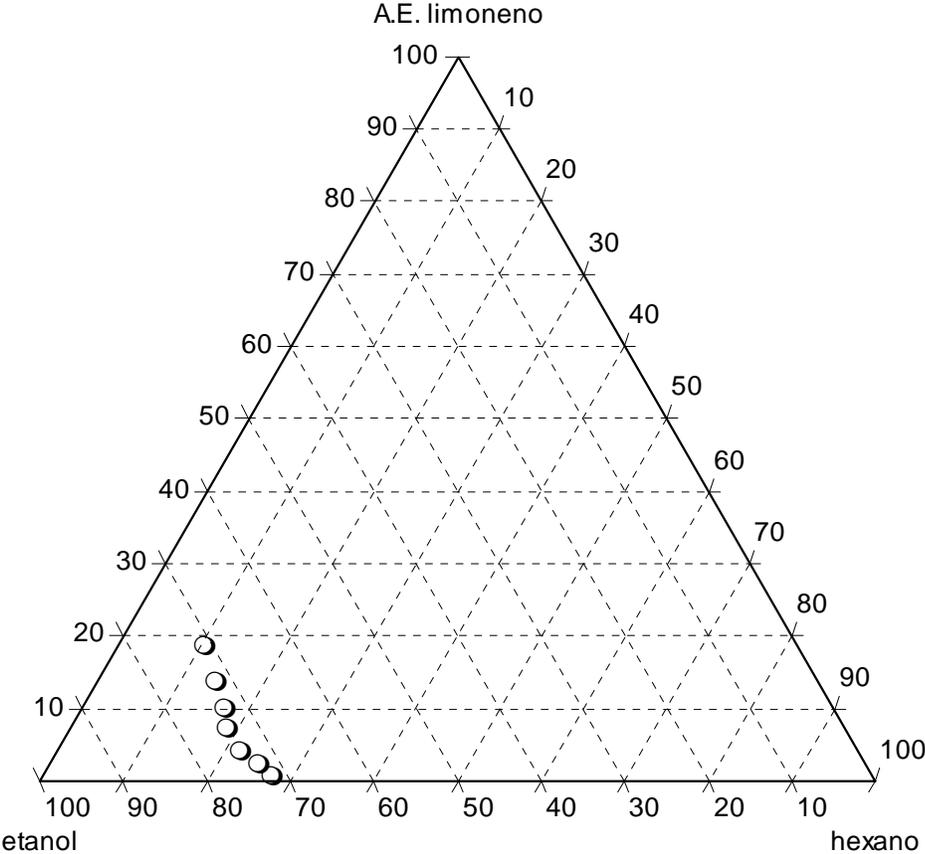


Figura 11 Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a $10 \pm 5^\circ\text{C}$

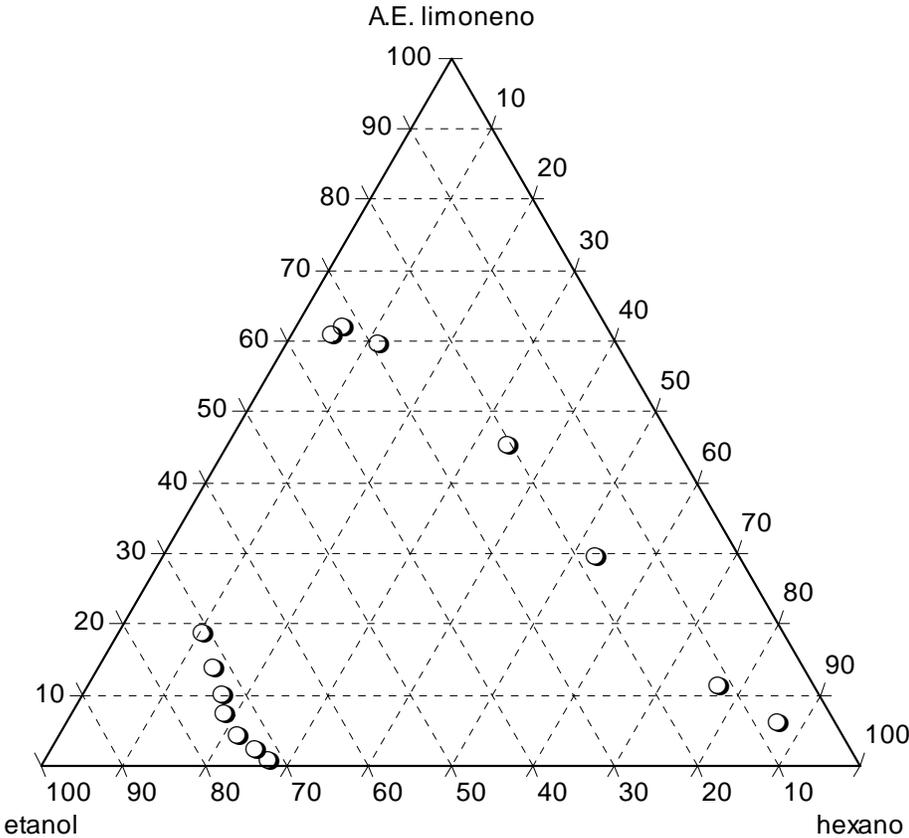


Figura 12 Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en hexano mediante la adición del solvente etanol a 25 ± 5 °C

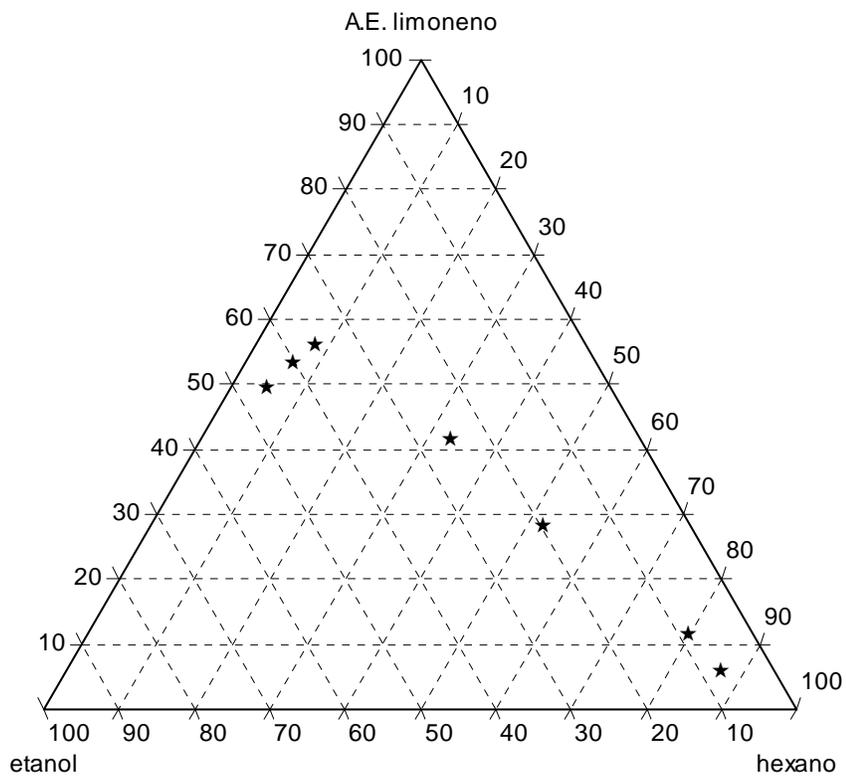


Figura 13 Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en etanol mediante la adición del solvente hexano a 25 ± 5 °C

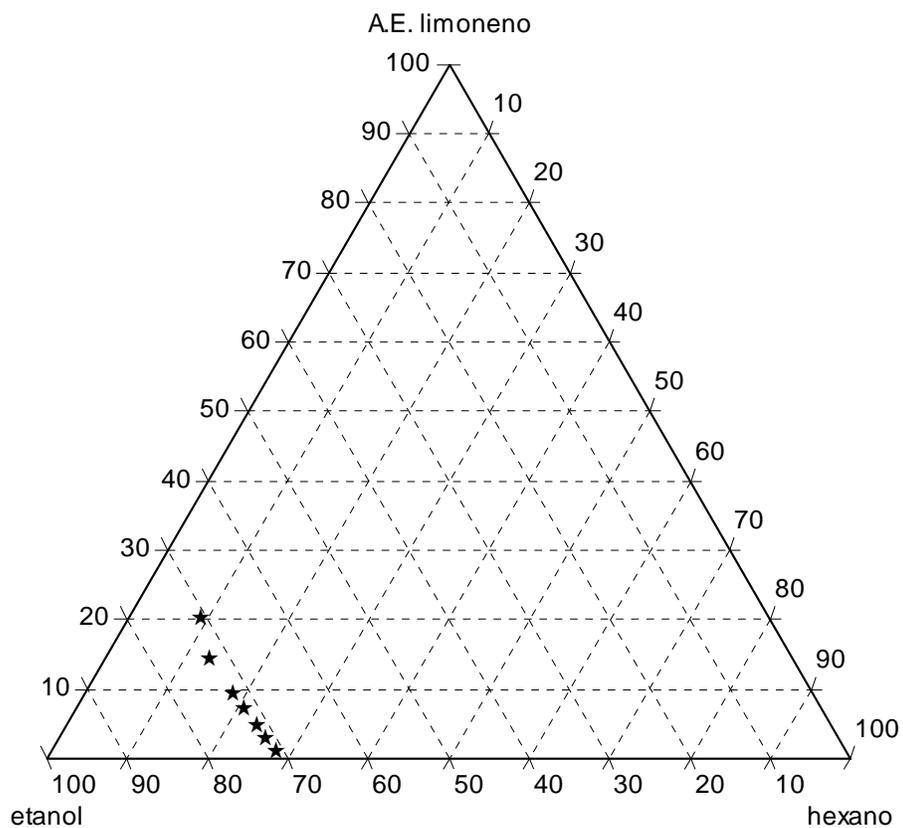


Figura 14 Distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a 25 ± 5 °C

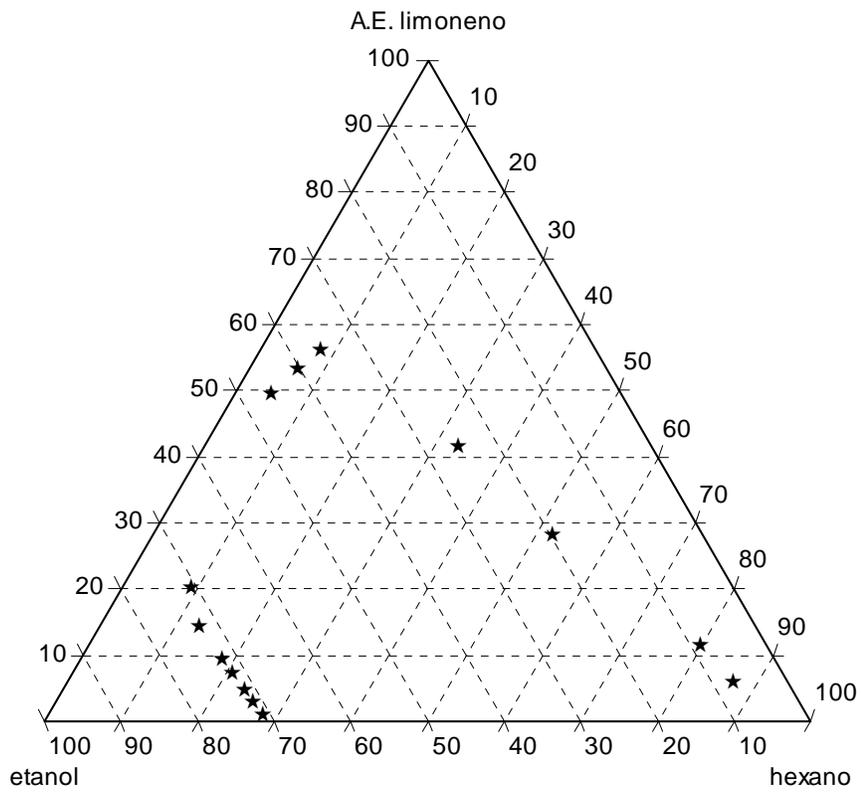


Figura 15 Comparación de las poblaciones de datos experimentales del equilibrio de inmiscibilidad para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a las dos temperaturas del estudio

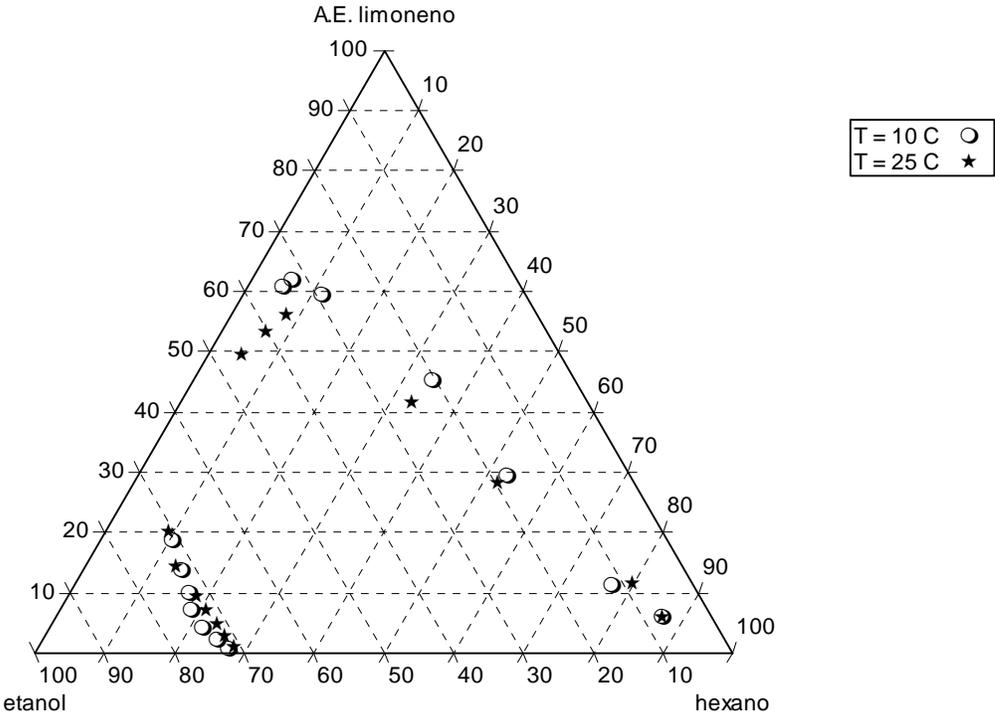


Figura 16 Distribución de los datos experimentales en el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol extrapolados a la gráfica bidimensional con respecto al cálculo del punto de pliegue para el sistema ternario A.E. limoneno – hexano – etanol a $10 \pm 5^{\circ}\text{C}$

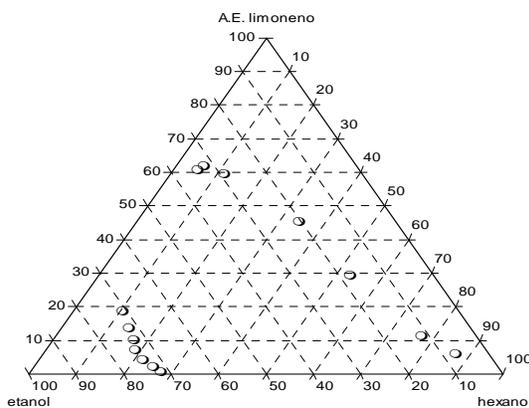
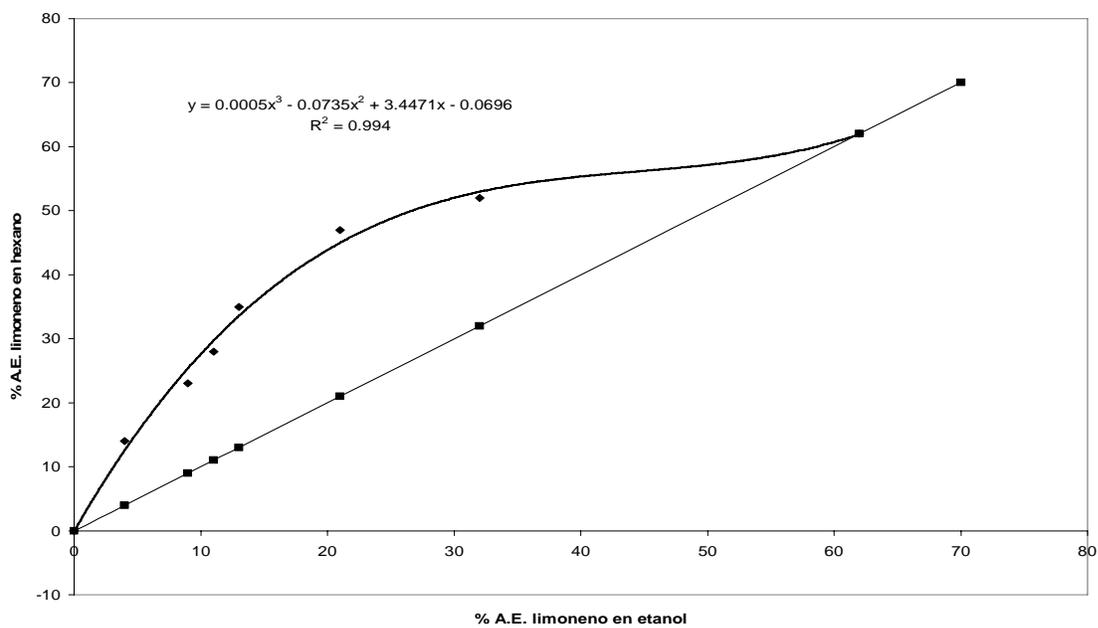


Figura 17 Distribución de los datos experimentales en el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol extrapolados a la gráfica bidimensional con respecto al cálculo del punto de pliegue para el sistema ternario A.E. limoneno – hexano – etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$

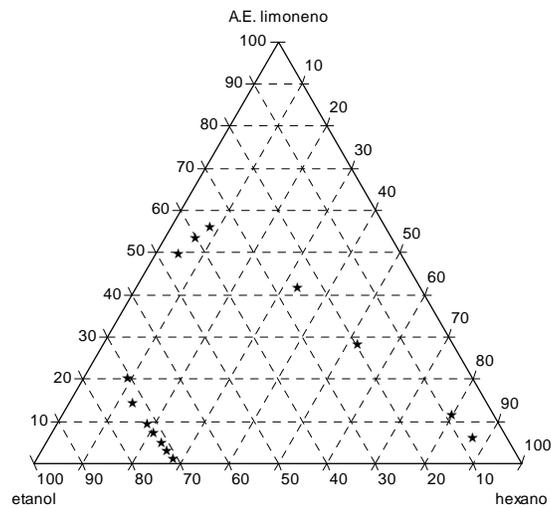
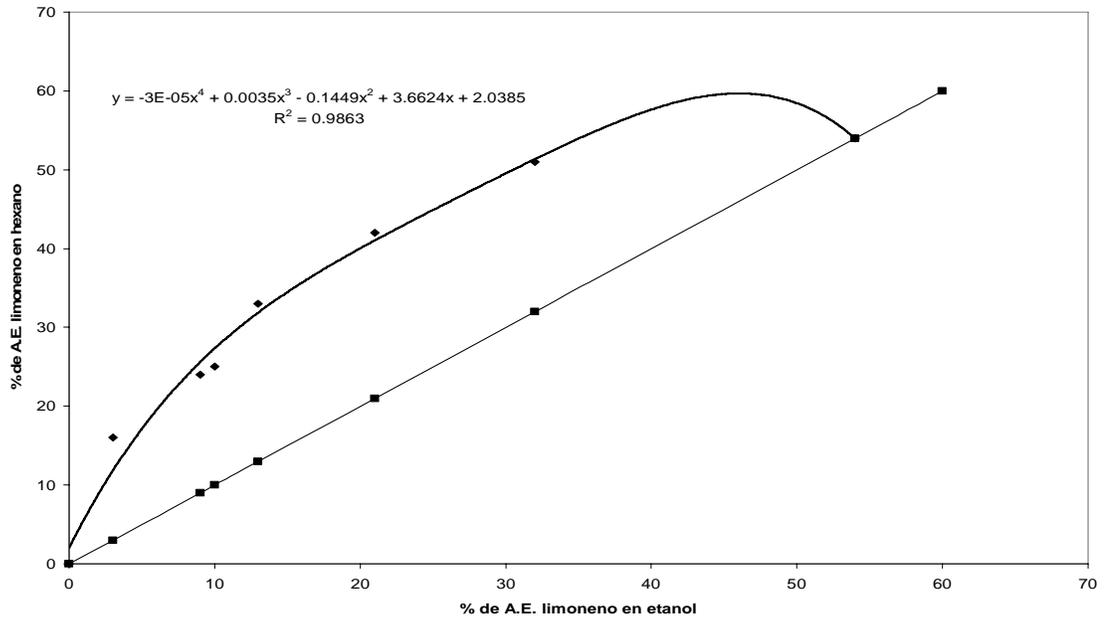


Tabla IV Valores de los coeficientes de distribución promedio obtenidos a partir del porcentaje de A.E. limoneno distribuido en la fase hexánica, dividido el porcentaje de A.E. limoneno distribuido en la fase etanólica.

Coeficiente de Distribución (K)	
$10 \pm 5^{\circ}\text{C}$	$25 \pm 5^{\circ}\text{C}$
4.80 ± 0.54	5.40 ± 0.38

Punto de pliegue para el rango de temperatura de $10 \pm 5^{\circ}\text{C}$

62 % A.E. limoneno

33 % etanol

5 % hexano

Punto de pliegue para el rango de temperatura de $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$

54 % A.E. limoneno

40 % etanol

6 % hexano

Tabla V Cálculo para el análisis de varianza de dos factores, con varios grupos para la evaluación del grado de diferenciación significativa en el sistema A.E. limoneno – hexano – etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en hexano, a las dos temperaturas de estudio.

Fuente de variación	Sumatoria de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrática	Fo	Ft
Temperatura	66.07289	1	66.07289	6.819958	5.99
Repeticiones	5762.1102	6	960.35171		
Error	58.129	6	9.6881667		
Total	5886.3121	13			

Tabla VI Cálculo para el análisis de varianza de dos factores, con varios grupos para la evaluación del grado de diferenciación significativa en el sistema A.E. limoneno – hexano – etanol, a partir de soluciones de A.E. limoneno en etanol, a las dos temperaturas de estudio.

Fuente de variación	Sumatoria de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrática	Fo	Ft
Temperatura	0.8103222	1	0.8103222	3.572759	5.99
Repeticiones	525.798	6	87.633		
Error	1.3608344	6	0.2268057		
Total	527.96915	13			

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El presente trabajo de investigación de tesis se realizó con objeto de evaluar experimentalmente el comportamiento de la curva de solubilidad al equilibrio para el sistema A.E. limoneno – hexano – etanol a dos temperaturas diferentes; así como determinar si existe diferencia significativa en los datos experimentales correlacionados para la construcción del domo de distribución del sistema a las temperaturas estudiadas.

Para la obtención de la curva de solubilidad del sistema ternario A.E. limoneno – hexano – etanol, se procedió a realizar mezclas para cada sistema binario A.E. limoneno-hexano (5, 10, 30, 50, 80, 85 y 90% de A.E. limoneno) y A.E. limoneno-etanol (1, 3, 5, 8, 10, 15 y 20% de A.E. limoneno) a las cuales se les determinaron densidad, índices de refracción y distribución del soluto (A.E. limoneno), a las distintas concentraciones de solventes.

Se escogieron dos diferentes rangos de temperaturas para cada sistema binario; 25 ± 5 °C y 10 ± 5 °C, con el objeto de determinar el comportamiento de la curva de solubilidad entre los dos rangos de temperatura.

Con las mediciones de índices de refracción se construyó el sistema binario: A.E. limoneno-hexano y se evaluó el comportamiento del índice de refracción contra concentración, mediante la técnica de picnometría.

Para realizar las mediciones de índices de refracción, a una temperatura de 10 °C, fue necesario utilizar un enfriador y un recirculador conectado al refractómetro, con el objeto de fijar la temperatura y poder tomar lecturas de los índices de refracción para los diferentes porcentajes de A.E. limoneno en las mezclas binarias A.E. limoneno-hexano y A.E. limoneno-etanol.

En el caso de la figura 7 se pudo observar una tendencia ascendente, de orden polinómico 5, para la regresión no lineal de mínimos cuadrados, calculada para la mezcla binaria A.E. limoneno-etanol, con un coeficiente de correlación de 0.9798 a una temperatura de 10 °C, *lo cual muestra una relación directamente proporcional entre el aumento del porcentaje en peso y el aumento del índice de refracción.* (Conclusión 1)

Con los resultados obtenidos se elaboró la figura 5; se pudo observar una tendencia descendente, de orden polinómico 5, para la regresión no lineal de mínimos cuadrados, calculada para la mezcla binaria A.E. limoneno-hexano, con un coeficiente de correlación de 0.9985 a una temperatura de 10 °C. Es decir, al aumentar la concentración disminuye el índice de refracción, la razón por la cual el índice de refracción disminuye se debe a que entre el A.E. limoneno y el hexano existen a nivel molecular fuerzas más fuertes de atracción, respecto a las fuerzas que hay entre el A.E. limoneno-etanol. *Por lo que estas fuerzas de unión impiden la propagación del haz, y de esta manera, la lectura del índice es inversamente proporcional a la concentración.* (Conclusión 2)

Para una temperatura de 25 °C, se elaboró la figura 6, se observó una tendencia descendente de orden polinómico 6, para la regresión no lineal de mínimos cuadrados, calculada para la mezcla binaria A.E. limoneno-hexano con un coeficiente de correlación de 0.9984. Al comparar la figura 5 y 6, se observa que existe una relación inversamente proporcional entre el índice de refracción y concentración para las dos temperaturas estudiadas.

En la figura 8 se muestra que la correlación de A.E. limoneno-etanol a 25 °C es ascendente al igual que la analizada a 10 °C, sólo que cambia la forma de la correlación ya que ésta es polinómica de grado 4, la forma de esta gráfica se debe a que en algunos porcentajes en peso de A.E. limoneno en etanol, el índice de refracción no variaba, es

decir, los índices de refracción quedaban constantes entre por los menos dos concentraciones.

No se trabajó a temperaturas más altas, debido a que los tres compuestos son muy volátiles, por lo que sería muy difícil la representación del sistema.

La distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, se determinó a partir de soluciones A.E. limoneno en hexano por adición del solvente etanol; se titularon las alícuotas de dichas soluciones, hasta la aparición de las dos fases; se utilizó azul de metileno como indicador para observar la formación de dos fases, ya que este indicador es soluble en etanol e insoluble en hexano.

La figura 9 muestra la distribución ternaria de A.E. limoneno-hexano a la temperatura de 10 °C, se muestra que la gráfica es ascendente de derecha a izquierda, ya que los volúmenes de A.E. limoneno y de hexano son mayores a los de etanol requeridos para alcanzar el equilibrio.

La distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, obtenidos para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, se determinó a partir de soluciones A.E. limoneno en etanol por adición del solvente hexano; se titularon las alícuotas de dichas soluciones, hasta la aparición de las dos fases; se utilizó azul de metileno como indicador para observar la formación de dos fases, ya que este indicador es soluble en etanol e insoluble en hexano.

Esta distribución se muestra en la figura 10, en donde la curva de equilibrio es ascendente de derecha a izquierda en función del aumento de los porcentajes de A.E. limoneno en etanol, esto muestra que de igual manera que el caso anterior, el solvente de

adición hexano se encuentra en menor proporción que los otros dos componentes para alcanzar el equilibrio ternario de inmiscibilidad.

La curva de equilibrio de inmiscibilidad del sistema ternario A.E. limoneno-hexano-etanol (figura 11), se alcanza uniendo la figura 9 y 10. El domo de solubilidad presenta un punto máximo estimado en 62% de A.E. limoneno, 33 % de etanol y 5 % de hexano. Este punto indica que son éstas las proporciones de A.E. limoneno, etanol y hexano que se deben utilizar para alcanzar la solubilidad máxima a 10 °C. Se observa que existe mayor afinidad entre el A.E. limoneno y el hexano, debido a las fuerzas de atracción que hay entre ellos a nivel molecular.

El etanol es poco soluble en el A.E. limoneno e insoluble en hexano, mientras que el hexano es soluble en A.E. limoneno (Conclusión 3), debido a esto, existe un gasto mayor de etanol necesario para romper las fuerzas intermoleculares que existen entre el A.E. limoneno y hexano, ya que la añadir pequeñas cantidades de etanol, lo que se pretende es la formación de dos fases, el etanol debe adicionarse hasta la aparición de dos fases, esto implica hasta que exista un volumen que logre romper la interacción entre el A.E. limoneno y el hexano.

La distribución de los datos de A.E. limoneno en hexano a temperatura de 25 °C se muestra en la figura 12, la cual tiene el mismo comportamiento que la realizada a 10 °C. La figura 13 muestra los datos obtenidos a partir de las soluciones binarias de A.E. limoneno en etanol y adición del solvente hexano. Esta figura da la misma forma que la anterior, no muestra una diferencia significativa. La figura 14 es la unión de las figuras 12 y 13, la cual representa la caracterización del sistema ternario estudiado a 25 °C.

Los valores del punto de pliegue para esta curva de equilibrio son de 54% de A.E. limoneno, 40% etanol y 6% hexano. Si se compara este valor con el punto de pliegue a una temperatura de 10 °C (62% de A.E. limoneno, 33 % de etanol y 5 % de

hexano), se deduce que se necesita menos solvente para extraer más soluto (A.E. limoneno) a una temperatura mayor.

La diferencia se ve más marcada al unir en un solo diagrama (figura 15) las curvas de equilibrio obtenidas a las dos temperaturas analizadas. En esta figura se muestra que la curva de menor temperatura (10°C), se caracteriza por un domo de solubilidad más pronunciado y la curva de equilibrio a 25°C presenta un domo de solubilidad menor, es decir, *se demuestra que a mayor temperatura, disminuye la región de dos fases debajo de la curva binodal.* (Conclusión 4)

Con la distribución de los datos experimentales al equilibrio de inmiscibilidad para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, se procede a determinar el punto de pliegue a una temperatura de 10°C , para ello fue necesario seleccionar puntos dentro de la curva binodal para, posteriormente, analizarlos y obtener datos experimentales de índices de refracción, con dichos resultados se obtuvieron porcentajes de A.E. limoneno en fase hexánica y en fase etanólica.

Al obtener dichos porcentajes, se procedió a graficar los datos de porcentaje de A.E. limoneno en la fase de hexano contra el porcentaje de A.E. limoneno en la fase de etanol, junto con una línea pendiente de 1, esta se realiza para obtener la curva de distribución para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol a 10°C .

Posteriormente, se proyectan los puntos de cada línea de unión en cada fase desde el diagrama triangular, hacia la curva de distribución obtenida. Para los porcentajes de A.E. limoneno en hexano se localizan en la curva de distribución; los porcentajes de etanol en agua, en la línea de pendiente 1. El punto de pliegue se calculó cuando la curva de distribución intercepta a la línea de pendiente 1, ya que en este punto el porcentaje de A.E. limoneno en hexano es igual al porcentaje de A.E. limoneno en

etanol. Este punto se proyecta a la gráfica triangular, lo cual permite leer la composición de la mezcla ternaria en este punto de solubilidad límite.

Para una temperatura de 25 °C se obtuvo que el punto de pliegue se encuentra en la composición de 54% de A.E. limoneno, 40% etanol y 6% hexano (Conclusión 5); mientras que para una temperatura de 10 °C, se obtiene que el punto de pliegue se encuentra en la composición 62% de A.E. limoneno, 33 % de etanol y 5 % de hexano (Conclusión 6); estos resultados se presentan en las figuras 16 y 17. Dichas curvas presentan un coeficiente de correlación de 0.994 a 10 °C y 0.9863 a 25 °C.

Según la forma que presentan las gráficas 11 y 14, *se puede decir que el sistema de inmiscibilidad del equilibrio ternario A.E. limoneno-hexano-etanol, es de Tipo II (Conclusión 7), por lo que hay dos pares de componentes parcialmente miscibles. Si este sistema de equilibrio ternario se hubiera realizado a condiciones de temperaturas más bajas de 10 °C, es muy probable que hubiera tocado la línea de 0 % de hexano, por lo que se observaría con mayor precisión que el gráfico pertenece a un Tipo II según la clasificación de Treybal.*

Se determinó el coeficiente de distribución para cada punto reproducido, el cual se obtuvo al dividir el porcentaje de A.E. limoneno en fase hexano, en el porcentaje de A.E. limoneno en fase etanol, los valores obtenidos son mayor que 1, lo cual indica que la curva de distribución se representa en la parte superior de la curva de pendiente 1, tal y como se representa en las figuras 16 y 17.

Al comparar las dos curvas binodal para ambas temperaturas, fue necesario realizar el análisis de varianza de dos tratamientos con varios grupos. Se realizaron dos análisis, uno para las soluciones binarias A.E. limoneno-hexano, tituladas con etanol, y otro para las soluciones A.E. limoneno-etanol tituladas con hexano. Para el caso del primer análisis se obtuvo un valor de F calculada de 6.82, y para el segundo caso se

obtuvo un valor de F calculada de 3.57.

El valor teórico de F es de 5.99, por lo que en el primer caso el valor de F calculada (6.82), debido a que F calculada es mayor que F teórica se dice que cuando se trata *con soluciones binarias de A.E. limoneno-hexano, y se titula con etanol, si existe diferencia significativa cuando se varía la temperatura* (Conclusión 8), por lo que un cambio de temperatura si afecta la solubilidad del hexano en el sistema de inmiscibilidad del sistema ternario A.E. limoneno-hexano-etanol.

En cambio, cuando F calculada es menor que F teórica, como en el caso de las soluciones binarias A.E. limoneno-etanol que fueron tituladas con hexano se dice que *la diferencia entre los datos de inmiscibilidad entre la temperatura de 10 °C y la de 25 °C no es significativa por lo que el cambio de temperatura no hace variar representativamente la curva de solubilidad.* (Conclusión 9)

CONCLUSIONES

1. Para las soluciones binarias A.E. limoneno-etanol existe una relación directamente proporcional con el índice de refracción.
2. Para las soluciones binarias A.E. limoneno-hexano existe una relación inversamente proporcional con el índice de refracción.
3. Para este sistema ternario existe una mayor afinidad entre el A.E. limoneno y el hexano que entre el A.E. limoneno y el etanol.
4. Existe una relación inversamente proporcional para el sistema ternario A.E. limoneno-hexano-etanol entre la distribución de los datos de equilibrio de inmiscibilidad y la temperatura.
5. Para el sistema ternario trabajado a temperatura de 10 ± 5 °C, el punto de pliegue experimental obtenido fue de 62% de A.E. limoneno, 33 % de etanol y 5 % de hexano.
6. Para el sistema ternario trabajado a temperatura de 25 ± 5 °C, el punto de pliegue experimental obtenido fue de 54% de A.E. limoneno, 40% etanol y 6% hexano.
7. En base a los diagramas ternarios para el sistema A.E. limoneno-hexano-etanol, el equilibrio de inmiscibilidad es de Tipo II, según la clasificación de Treybal.
8. En base al análisis de varianza, para las soluciones binarias de A.E. limoneno-hexano que se les agregó etanol, sí existe diferencia significativa en la curva binodal cuando se varía la temperatura.

9. En base al análisis de varianza, para las soluciones binarias de A.E. limoneno-etano que se les agregó hexano, no existe diferencia significativa en la curva binodal cuando se varía la temperatura.

RECOMENDACIONES

1. Investigar el equilibrio ternario de un aceite esencial no oxigenado como el limoneno utilizando como solventes acetona y hexano o alcohol isopropílico-hexano, ya que la constante dieléctrica del acetona (20) y la del alcohol isopropílico (2.01) son menores que la constante dieléctrica del etanol (24), por lo que el equilibrio ternario podría formar un sistema de inmiscibilidad de Tipo I, y así ser mejor la extracción de aceite esencial de limoneno.
2. Investigar el equilibrio ternario de un aceite esencial con metabolitos secundarios como el aceite esencial de cardamomo.
3. Realizar pruebas de extracción de aceite esencial de limoneno, por arrastre de vapor etanólico en la Planta Piloto de Extracción del Centro de Investigaciones de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala.
4. Realizar en columna de separación por medio del método en frío, la separación de componentes oxigenados de terpenos y sesquiterpenos que se encuentren en los aceites esenciales.
5. Utilizar el paquete de software TriDraw 4.1 como herramienta de procesamiento de datos de un sistema ternario líquido-líquido en el curso de IQ-4 e IQ-5.

BIBLIOGRAFÍA

1. Alfaro Soto, José Luis y García Guerra, César Alfonso. **Evaluación de un método experimental de generación de datos para el estudio del sistema ternario aceite esencial de eucaliptol (1-8 cineol)-agua-hexano en equilibrio líquido a dos temperaturas y 640 mm Hg.** Trabajo de Protocolo Ing. Química. Guatemala, USAC, Facultad de Ingeniería, 2004, pág: 3-14.
2. Cairo, Mario Ángel. **Aceite esencial a partir de la corteza del limón (citrus limonium).** <http://www.mtas.es/insht/ipcsnspn/nspn0279.htm>
3. Cáceres, Armando. **Plantas de Uso Medicinal en Guatemala.** Editorial Universitaria. Guatemala, 1996, pág: 283-286.
4. Fenaroli, Giovanni. **Fenaroli's Handbook of flavor ingredients.** Segunda Edición. Editorial CRC PRESS. Estados Unidos, 1975, pág: 256.
5. Gomis, A. Marcilla. **Introducción a las Operaciones de Separación, Contacto Continuo.** Edición electrónica Espagrafic. Editorial Universidad de Alicante. España, 1999.
6. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el trabajo. **Fichas Internacionales de Seguridad Química.** España 1994. www.mtas.es/insht/ipcsnspn/nspn0279.htm
7. Laidler, Keith y Meiser, John. **Fisicoquímica.** Segunda Edición. Editorial Continental, S.A. México, 1998, pág: 247-248.
8. Levine, Ira N. **Fisicoquímica.** Tercera Edición. Editorial McGraw-Hill. España, 1994, pág: 408-410.

9. López Velásquez, Olinda Margarita y García Guerra, César Alfonso. **Evaluación de un método experimental de generación de datos para el estudio del sistema ternario etanol-hexano-agua a dos temperaturas diferentes.** Tesis Ing. Química. Guatemala, USAC, Facultad de Ingeniería, 2003, pág: 1-20.
10. McCabe, Warren, Smith, Julian y Harriot, Peter. **Operaciones Unitarias en Ingeniería Química.** Cuarta Edición. Editorial McGraw-Hill. España, 1999, pág: 627-628, 637-640.
11. Pajarito Ángel, Marco Vinicio y García Guerra, César Alfonso. **Evaluación de un método experimental de generación de datos para el estudio del sistema ternario isopropanol-hexano-agua en equilibrio líquido de inmiscibilidad, a tres temperaturas y a 640 mm de Hg.** Tesis Ing. Química. Guatemala, USAC, Facultad de Ingeniería, 2003, pág: 1-11.
12. Parry, Ernest. **The chemistry of essential oils and artificia perfumes. Volumen 2.** Cuarta Edición. Editorial Universidad Aberdeen. Inglaterra, 1922, pág: 63.
13. Perry, Robert. **Manual del Ingeniero Químico, Tomo IV.** Sexta Edición. Editorial McGraw-Hill. México, 1993, pág: 15-3 al 15-6.
14. Rivas Méndez, Ligia Marilú y García Guerra, César Alfonso. **Evaluación de un método experimental de obtención de datos que permitan caracterizar el equilibrio ternario agua-hexano-acetona a dos temperaturas.** Tesis Ing. Química. Guatemala, USAC, Facultad de Ingeniería, 2003, pág: 1-17.

15. Septiembre 2002.
www.plantasmedicinales.org/farmacognosia/sept2002/aceites_esenciales.htm
16. Treybal, Robert E. **Operaciones de Transferencia de Masa**. Segunda Edición. Editorial McGraw-Hill. México, 2000, pág: 529-531.
17. Universidad Nacional de Luján, Departamento de Ciencias Básicas. **Química Industrial**. España, 2002. www.unlu.edu.ar/~qui10192/qi00307.htm
18. Wingrove, Alan S. **Química Orgánica**. Editorial Oxford University Press. México, 1999, pág: 399-400.

APÉNDICE 1
DATOS ORIGINALES

Tabla VII Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – hexano obtenidos a 10⁰C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)

Concentración Nominal (porcentaje por peso)	Peso Solución (g)		
	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
0	36.58	36.66	37.16
5	36.61	36.69	37.19
10	36.74	36.82	37.32
30	37.09	37.17	37.67
50	37.45	37.53	38.03
80	38.02	38.10	38.60
85	38.11	38.19	38.69
90	38.15	38.23	38.73
100	38.42	38.50	39.00

Tabla VIII Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – etanol obtenidos a 10⁰C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)

Concentración Nominal (porcentaje por peso)	Peso Solución (g)		
	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
0	37.88	37.86	37.75
1	37.89	37.97	38.47
3	37.91	37.99	38.49
5	37.94	38.02	38.52
8	37.95	38.03	38.53
10	37.97	38.05	38.55
15	38.02	38.10	38.60
20	38.04	38.12	38.62
100	38.42	38.50	39.00

Tabla IX Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – hexano obtenidos a 25⁰C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)

Concentración Nominal (porcentaje por peso)	Peso Solución (g)		
	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
0	36.66	36.71	36.68
5	37.04	37.09	37.06
10	36.92	36.97	36.94
30	37.30	37.35	37.32
50	37.70	37.75	37.72
80	38.23	38.28	38.25
85	38.33	38.38	38.35
90	38.46	38.51	38.48
100	38.53	38.58	38.55

Tabla X Pesos de la solución aceite esencial de limoneno – etanol obtenidos a 25⁰C, utilizando picnómetro de 9.622 ml (30.38 g)

Concentración Nominal (porcentaje por peso)	Peso Solución (g)		
	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
0	37.73	37.70	37.76
1	37.76	37.81	37.78
3	37.84	37.89	37.86
5	37.85	37.90	37.87
8	37.91	37.96	37.93
10	38.24	38.29	38.26
15	38.34	38.39	38.36
20	38.43	38.48	38.45
100	38.53	38.58	38.55

Tabla XI Valores de los índices de refracción obtenidos para cada una de las soluciones de aceite esencial de limoneno – etanol y aceite esencial de limoneno – hexano, respectivamente, a cada concentración nominal a las dos temperaturas analizadas.

Soluto / Solvente	Concentración nominal (porcentaje por peso)	Índice de refracción (n)	
		T = 10 °C	T = 25 °C
Aceite esencial limoneno / hexano	0	1.5820	1.5815
	5	1.5818	1.5785
	10	1.5815	1.5778
	30	1.5810	1.5772
	50	1.5795	1.5765
	80	1.5765	1.5755
	85	1.5756	1.5748
	90	1.5755	1.5733
	100	1.5750	1.5725
Aceite esencial limoneno / etanol	0	1.5750	1.5745
	1	1.5755	1.5755
	3	1.5760	1.5766
	5	1.5770	1.5782
	8	1.5800	1.5786
	10	1.5820	1.5794
	15	1.5824	1.5800
	20	1.5830	1.5805
	100	1.5790	1.5825

Tabla XII Datos de los volúmenes del solvente 2 (hexano o etanol) agregados, mediante titulación, a alícuotas de 10 ml de la solución de aceite esencial de limoneno – hexano, y a alícuotas de 5 ml de la solución de aceite esencial de limoneno – etanol, en cada corrida, para una temperatura de 10 ± 5 °C

Soluto / Solvente	Concentración nominal (porcentaje por peso)	Volúmenes de solvente de adición (ml)					
		Etanol			Hexano		
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
A.E. limoneno/ Hexano	5	0.62	0.66	0.61	-	-	-
	10	1.11	1.15	1.10	-	-	-
	30	1.87	1.91	1.86	-	-	-
	50	2.37	2.41	2.36	-	-	-
	80	4.11	4.15	4.10	-	-	-
	85	4.31	4.35	4.30	-	-	-
	90	5.47	5.51	5.46	-	-	-
A.E. limoneno/ Etanol	1	-	-	-	2.24	2.28	2.23
	3	-	-	-	3.29	3.33	3.28
	5	-	-	-	1.81	1.85	1.80
	8	-	-	-	1.00	1.04	0.99
	10	-	-	-	0.49	0.53	0.48
	15	-	-	-	1.03	1.07	1.02
	20	-	-	-	0.76	0.80	0.75

Tabla XIII Datos de los volúmenes del solvente 2 (hexano o etanol) agregados, mediante titulación, a alícuotas de 5 ml de las soluciones de aceite esencial de limoneno – hexano y aceite esencial de limoneno – etanol, en cada corrida, para una temperatura de 25 ± 5 °C

Solutos / Solventes	Concentración nominal (porcentaje por peso)	Volúmenes de solvente de adición (ml)					
		Etanol			Hexano		
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
A.E. limoneno/ Hexano	5	0.31	0.30	0.35	-	-	-
	10	0.39	0.38	0.43	-	-	-
	30	1.09	1.13	1.08	-	-	-
	50	1.60	1.57	1.63	-	-	-
	80	3.17	3.25	3.18	-	-	-
	85	2.85	2.92	2.93	-	-	-
	90	4.43	4.36	4.41	-	-	-
A.E. limoneno/ Etanol	1	-	-	-	0.64	0.68	0.63
	3	-	-	-	1.09	1.13	1.08
	5	-	-	-	1.29	1.33	1.28
	8	-	-	-	1.36	1.40	1.35
	10	-	-	-	0.82	0.86	0.81
	15	-	-	-	0.58	0.62	0.57
	20	-	-	-	0.14	0.18	0.13

Tabla XIV Datos de los índices de refracción obtenidos para cada par de soluciones conjugadas (fase hexano y fase etanol) obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida a la temperatura de 10 ± 5 °C

Porcentaje A.E.limoneno	Porcentaje etanol	Porcentaje hexano	Índice de refracción (n)			
			Fase	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
40	30	30	Hexano	1.5840	1.5845	1.5845
			Etanol	1.5825	1.5825	1.5825
30	28	42	Hexano	1.5830	1.5835	1.5830
			Etanol	1.5825	1.5820	1.5820
20	40	40	Hexano	1.5830	1.5825	1.5825
			Etanol	1.5810	1.5810	1.5815
10	40	50	Hexano	1.5825	1.5825	1.5830
			Etanol	1.5830	1.5825	1.5830
50	30	20	Hexano	1.5840	1.5835	1.5835
			Etanol	1.5825	1.5820	1.5820
15	50	35	Hexano	1.5815	1.5815	1.5815
			Etanol	1.5820	1.5820	1.5825

Tabla XV Datos de los índices de refracción obtenidos para cada par de soluciones conjugadas (fase hexano y fase etanol) obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida a la temperatura de 25 ± 5 °C

Porcentaje A.E.limoneno	Porcentaje etanol	Porcentaje hexano	Índice de refracción (n)			
			Fase	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
40	30	30	Hexano	1.5815	1.5810	1.5810
			Etanol	1.5820	1.5825	1.5820
30	28	42	Hexano	1.5820	1.5815	1.5825
			Etanol	1.5835	1.5830	1.5835
20	40	40	Hexano	1.5855	1.5860	1.5860
			Etanol	1.5825	1.5825	1.5825
10	40	50	Hexano	1.5830	1.5825	1.5835
			Etanol	1.5865	1.5850	1.5860
50	30	20	Hexano	1.5840	1.5840	1.5840
			Etanol	1.5840	1.5835	1.5840
15	50	35	Hexano	1.5840	1.5845	1.5845
			Etanol	1.5815	1.5815	1.5815

Tabla XVI Datos de los índices de refracción medidos a cada fase formada por titulación con el solvente de adición (hexano o etanol), para cada solución a la temperatura de 10 ± 5 °C

Solutos / Solvente	Concentración nominal (porcentaje por peso)	Índice de refracción (n)					
		Fase Etanol			Fase Hexano		
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
A.E. limoneno/ Hexano	5	1.5795	1.5795	1.5795	1.5809	1.5810	1.5805
	10	1.5800	1.5802	1.5805	1.5805	1.5810	1.5812
	30	1.5800	1.5795	1.5805	1.5813	1.5810	1.5815
	50	1.5805	1.5809	1.5810	1.5810	1.5812	1.5805
	80	1.5805	1.5795	1.5810	1.5795	1.5790	1.5795
	85	1.5792	1.5791	1.5794	1.5805	1.5806	1.5804
	90	1.5800	1.5803	1.5805	1.5812	1.5811	1.5811
A.E. limoneno/ etanol	1	1.5785	1.5770	1.5780	1.5780	1.5780	1.5775
	3	1.5775	1.5795	1.5785	1.5790	1.5785	1.5790
	5	1.5790	1.5780	1.5790	1.5780	1.5775	1.5780
	8	1.5805	1.5810	1.5805	1.5800	1.5810	1.5810
	10	1.5795	1.5803	1.5805	1.5790	1.5790	1.5800
	15	1.5798	1.5812	1.5800	1.5803	1.5818	1.5806
	20	1.5808	1.5810	1.5809	1.5820	1.5805	1.5819

Tabla XVII Datos de los índices de refracción medidos a cada fase formada por titulación con el solvente de adición (hexano o etanol), para cada solución a la temperatura de 25 ± 5 °C

Solutos / Solventes	Concentración nominal (porcentaje por peso)	Índice de refracción (n)					
		Fase Etanol			Fase Hexano		
		Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
A.E. limoneno/ Hexano	5	1.5805	1.5803	1.5805	1.5795	1.5798	1.5790
	10	1.5805	1.5815	1.5810	1.5825	1.5830	1.5825
	30	1.5815	1.5822	1.5820	1.5830	1.5830	1.5830
	50	1.5840	1.5825	1.5830	1.5850	1.5845	1.5840
	80	1.5825	1.5830	1.5820	1.5845	1.5840	1.5840
	85	1.5832	1.5840	1.5835	1.5840	1.5840	1.5840
	90	1.5840	1.5835	1.5835	1.5832	1.5825	1.5830
A.E. limoneno/ Etanol	1	1.5855	1.5860	1.5857	1.5830	1.5833	1.5832
	3	1.5850	1.5855	1.5852	1.5830	1.5820	1.5825
	5	1.5845	1.5845	1.5845	1.5815	1.5825	1.5820
	8	1.5805	1.5815	1.5805	1.5825	1.5825	1.5825
	10	1.5810	1.5815	1.5810	1.5815	1.5815	1.5810
	15	1.5825	1.5825	1.5825	1.5825	1.5835	1.5835
	20	1.5825	1.5820	1.5820	1.5810	1.5835	1.5825

APÉNDICE 2

DATOS CALCULADOS

Tabla XVIII Datos de las densidades promedio de las soluciones binarias de aceite esencial de limoneno – etanol y aceite esencial de limoneno – hexano, respectivamente, a las dos temperaturas analizadas.

Soluto / Solvente	Concentración nominal (porcentaje por peso)	Densidad (g/ml)	
		T = 10 ± 5 °C	T = 25 ± 5 °C
Aceite esencial limoneno / hexano	0	0.6677	0.6745
	5	0.6703	0.6942
	10	0.6838	0.7015
	30	0.7202	0.7410
	50	0.7576	0.7826
	80	0.8169	0.8377
	85	0.8262	0.84806
	90	0.8304	0.8616
	100	0.8584	0.8688
Aceite esencial limoneno / etanol	0	0.8127	0.8179
	1	0.8034	0.7691
	3	0.8054	0.7774
	5	0.8086	0.7784
	8	0.8096	0.7847
	10	0.81168	0.81896
	15	0.8169	0.8293
	20	0.81896	0.8387
	100	0.8584	0.8688

Tabla XIX Datos de la composición porcentual de las mezclas ternarias formadas a partir de A.E. limoneno en hexano y A.E. limoneno en etanol a temperatura de 10 ± 5 °C respectivamente, necesarios para graficar la curva binodal.

Soluto/ Solvente	Porcentaje en peso nominal	Volumen de hexano o etanol (ml)	Masa Total (g)	% A.E. limoneno	% Etanol	% Hexano
A.E. limoneno/ Hexano	5	0.63	7.2181	5.9465	7.13096	86.9499
	10	1.12	7.7460	11.0824	11.7162	77.2525
	30	1.88	8.7328	29.4904	17.5269	53.1186
	50	2.38	9.5134	45.11805	20.3606	34.7292
	80	4.12	11.5145	59.6431	29.0564	11.5752
	85	4.32	11.2287	61.9834	31.9354	6.08125
	90	5.48	11.2703	60.5521	34.0810	5.4299
A.E. limoneno/ etanol	1	2.25	5.5181	0.77785	72.0198	27.3818
	3	3.30	6.2290	2.0672	70.5946	24.3382
	5	1.82	6.9652	4.0812	73.9757	21.9431
	8	1.01	6.5167	7.2692	73.8723	18.8584
	10	0.50	7.4279	9.7786	72.8856	17.3358
	15	1.04	6.14165	13.4831	72.0683	14.4486
	20	0.77	5.4959	18.6197	70.9578	10.4225

Tabla XX Datos de la composición porcentual de las mezclas ternarias formadas a partir de A.E. limoneno en hexano y A.E. limoneno en etanol a temperatura de 25 ± 5 °C respectivamente, necesarios para graficar la curva binodal.

Soluto/ Solvente	Porcentaje en peso nominal	Volumen de hexano o etanol (ml)	Masa Total (g)	% A.E. limoneno	% Etanol	% Hexano
A.E. limoneno/ Hexano	5	0.32	3.7370	5.8124	7.1132	87.0744
	10	0.40	3.8347	11.3286	8.5317	80.1397
	30	1.10	4.60476	28.3025	19.5387	52.1588
	50	1.60	5.2216	41.5987	25.0627	33.3386
	80	3.20	6.80565	51.0659	38.4582	6.3478
	85	2.90	6.6122	55.8446	35.8722	8.2832
	90	4.40	7.9067	49.4492	45.5164	5.0343
A.E. limoneno/ Etanol	1	0.65	4.2838	1.0141	70.7514	28.2345
	3	1.10	4.6289	2.8155	71.1558	26.0286
	5	1.30	4.7690	4.5547	71.5589	23.8865
	8	1.37	4.8507	7.1646	71.71595	21.1194
	10	0.83	4.6512	9.3399	71.9964	18.6637
	15	0.59	4.8887	14.3294	72.4939	13.1768
	20	0.15	4.7668	20.2268	70.7459	9.0273

Tabla XXI Datos de las concentraciones de los pares de equilibrio (soluciones conjugadas) para el establecimiento de las líneas de unión, obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida, a la temperatura de 10 ± 5 °C

Porcentaje			Concentración A.E. limoneno (porcentaje por peso)				Media X	Desviación estándar (s)
A.E. limoneno	Etanol	hexano	Fase	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3		
40	30	30	Hexano	55.25	55.35	55.35	55.32	0.057
			Etanol	12.58	12.58	12.58	12.58	0
30	28	42	Hexano	40.08	39.98	40.08	40.05	0.059
			Etanol	8.24	8.34	8.34	8.31	0.058
20	40	40	Hexano	31.43	31.53	31.53	31.50	0.058
			Etanol	5.45	5.45	5.35	5.41	0.059
10	40	50	Hexano	18.54	18.54	18.44	18.50	0.059
			Etanol	0.59	0.49	0.59	0.56	0.058
50	30	20	Hexano	68.68	68.78	68.89	68.78	0.105
			Etanol	23.44	23.54	23.54	23.51	0.058
15	50	35	Hexano	28.69	28.69	28.69	28.69	0
			Etanol	3.54	3.54	3.44	3.51	0.058

Tabla XXII Datos de las concentraciones de los pares de equilibrio (soluciones conjugadas) para el establecimiento de las líneas de unión, obtenidas para cada mezcla ternaria reproducida, a la temperatura de 25 ± 5 °C

Porcentaje			Concentración A.E. limoneno (porcentaje por peso)				Media X	Desviación estándar (s)
A.E. limoneno	etanol	hexano	Fase	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3		
40	30	30	Hexano	52.29	52.39	52.39	52.36	0.057
			Etanol	13.72	13.62	13.72	13.69	0.056
30	28	42	Hexano	40.94	40.84	40.99	40.93	0.076
			Etanol	7.70	7.60	7.70	7.67	0.056
20	40	40	Hexano	32.34	32.44	32.44	32.41	0.057
			Etanol	4.28	4.28	4.28	4.28	0
10	40	50	Hexano	18.64	18.54	18.69	18.63	0.076
			Etanol	0.96	0.86	1.01	0.94	0.076
50	30	20	Hexano	68.12	68.12	68.12	68.12	0
			Etanol	25.45	25.35	25.45	25.42	0.057
15	50	35	Hexano	29.46	29.56	29.56	29.53	0.057
			Etanol	2.12	2.12	2.12	2.12	0

Tabla XXIII Datos del coeficiente de distribución para las mezclas ternarias A.E. limoneo – hexano – etanol a las temperaturas de estudio

Porcentaje A.E.limoneno	Porcentaje etanol	Porcentaje hexano	T = 10 ⁰ C K	T = 25 ⁰ C K
40	30	30	4.40	4.82
30	28	42	4.82	5.34
20	40	40	5.82	5.45
10	40	50	4.92	5.17
50	30	20	4.67	5.68
15	50	35	4.18	5.90

APÉNDICE 3

MUESTRA DE CÁLCULO

1. Cálculo de la media aritmética

$$X = \frac{\sum X_i}{N} \quad (1)$$

Donde:

X : media aritmética

X_i: dato de la i-ésima observación

N: número de observación

- 1.1 Cálculo de la media aritmética de los pesos de las soluciones binarias A.E. limoneno – hexano al 5% (peso solución + peso picnómetro) a la temperatura de 10 ± 5 °C.

$$X = (36.61+36.69+37.19) / 3 = 36.83 \text{ g}$$

- 1.2 Cálculo de la media aritmética de los volúmenes de etanol agregados a la solución de A.E. limoneno – hexano al 5% a la temperatura de 10 ± 5 °C.

$$X = (0.62+0.66+0.61) / 3 = 0.63 \text{ g}$$

- 1.3 Cálculo de la media aritmética de los índices de refracción medidos para la fase de hexano de la mezcla ternaria (40% A.E. limoneno, 30% etanol, 30% hexano), a la temperatura de 10 ± 5 °C.

$$X = (1.5840+1.5845+1.5845) / 3 = 1.5843$$

Los resultados para las siguientes corridas de los pesos de soluciones binarias, volúmenes de adición de los solventes y los índices de refracción se presentan en la sección de datos calculados.

2. Cálculo de las densidades de las soluciones:

$$\rho = (P_2 - P_1) / V_1 \quad (2)$$

Donde:

ρ : densidad de la solución (g/ml)

P_1 : peso del picnómetro

P_2 : peso de la solución, más el peso inicial del picnómetro

V_1 : volumen del picnómetro (9.622 ml)

2.1 Cálculo de la densidad de la solución binaria A.E. limoneno – hexano al 5% a la temperatura de 10 ± 5 °C.

$$\rho = (36.83 - 30.38) / 9.622 = 0.6703 \text{ g/ml}$$

Los resultados para las siguientes corridas de las soluciones binarias A.E. limoneno – hexano y A.E. limoneno – etanol a las dos temperaturas analizadas, se presentan en la sección de datos calculados.

3. La curva de correlación para los datos de índice de refracción contra concentración, se obtuvo por medio de una hoja de cálculo de Excel.

3.1 La ecuación de correlación del índice de refracción contra concentración (porcentaje por peso) con su coeficiente de correlación, para las soluciones de A.E. limoneno – hexano a la temperatura de 10 ± 5 °C.

$$n = -1E-12 C^5 + 6E-10 C^4 - 7E-08 C^3 + 3E-06 C^2 - 6E-05 C + 1.582$$

$$R^2 = 0.9985$$

Donde:

n : índice de refracción

C: concentración (porcentaje por peso)

- 3.2 La ecuación de correlación del índice de refracción contra concentración (porcentaje por peso) con su coeficiente de correlación, para las soluciones de A.E. limoneno – etanol a la temperatura de 10 ± 5 °C.

$$n = -5E-09 C^5 + 8E-07 C^4 - 3E-05 C^3 + 0.0003 C^2 - 0.0005 C + 1.5753$$

$$R^2 = 0.9798$$

Los resultados para las siguientes corridas de las ecuaciones de correlación y sus respectivos coeficientes de correlación para las soluciones binarias A.E. limoneno – hexano y A.E. limoneno – etanol a las dos temperaturas analizadas, se presentan en la sección de datos calculados.

4. Cálculo de la composición porcentual de las mezclas ternarias para graficar la curva binodal:

$$Mt = V_2 \rho_2 + V_1 \rho_{sol} \quad (3)$$

$$\% \text{ Solute} = x V_1 \rho_{lim} / Mt \quad (4)$$

$$\% \text{ Solvente adicionado} = V_2 \rho_2 / Mt \quad (5)$$

$$\% \text{ Solvente 1} = (V_1 \rho_{sol} - x V_1 \rho_{lim}) / Mt \quad (6)$$

Donde:

Mt: masa total de la mezcla ternaria

V_2 : volumen del solvente de adición (hexano o etanol)

ρ_2 : densidad del solvente de adición

V_1 : volumen de alícuota de la solución a titular

ρ_{sol} : densidad de la solución a titular

x: fracción volumen de la solución (porcentaje por peso nominal)

ρ_{lim} : densidad del soluto (A.E. limoneno)

- 4.1 Cálculo de la composición porcentual en peso de la mezcla ternaria formada, para la solución A.E. limoneno – hexano al 5%, titulada con etanol, a temperatura de 10 ± 5 °C.

$$M_t = (0.63 \text{ ml})(0.8127 \text{ g/ml}) + (10 \text{ ml})(0.6703 \text{ g/ml}) = 7.2154 \text{ g}$$

$$\text{Porcentaje A.E. limoneno} = ((0.05)(10 \text{ ml})(0.8584 \text{ g/ml}) / 7.2154 \text{ g}) * 100 = 5.9465\%$$

$$\text{Porcentaje etanol} = ((0.63 \text{ ml})(0.8127 \text{ g/ml}) / 7.2154 \text{ g}) * 100 = 7.1310\%$$

$$\text{Porcentaje hexano} = [((10 \text{ ml})(0.6703 \text{ g/ml}) - (0.05)(10 \text{ ml})(0.8584 \text{ g/ml})) / 7.2154 \text{ g}] * 100 = 86.9499\%$$

- 4.2 Cálculo de la composición porcentual en peso de la mezcla ternaria formada, para la solución A.E. limoneno – etanol al 1%, titulada con hexano, a temperatura de 10 ± 5 °C.

$$M_t = (2.25 \text{ ml})(0.6672 \text{ g/ml}) + (5 \text{ ml})(0.8034 \text{ g/ml}) = 5.5182 \text{ g}$$

$$\text{Porcentaje A.E. limoneno} = ((0.01)(5 \text{ ml})(0.8584 \text{ g/ml}) / 5.5182 \text{ g}) * 100 = 0.77785\%$$

$$\text{Porcentaje hexano} = ((2.25 \text{ ml})(0.6672 \text{ g/ml}) / 5.5182 \text{ g}) * 100 = 27.3818\%$$

$$\text{Porcentaje etanol} = [((5 \text{ ml})(0.8034 \text{ g/ml}) - (0.01)(5 \text{ ml})(0.8584 \text{ g/ml})) / 5.5182 \text{ g}] * 100 = 72.0198\%$$

Los resultados para las siguientes corridas de las composiciones porcentuales en peso de las mezclas ternarias formadas con cada solución, a las dos temperaturas analizadas se presentan en la sección de datos calculados.

5. Obtención de la curva binodal

Se graficó las composiciones porcentuales en peso para las mezclas ternarias, por medio del software TriDraw 4.1, en el cual se obtuvo la distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad al equilibrio representado en un diagrama triangular.

6. Cálculo de la composición porcentual en peso de las capas conjugadas formadas a partir de mezclas ternarias, luego de agitar y reposar dichas mezclas.

- Fase hexano: al sustituir el índice de refracción leído para esta fase, se sustituye el valor en la ecuación de correlación para soluciones binarias A.E. limoneno – hexano, a la temperatura analizada, así se obtiene la composición porcentual en peso.
- Fase etanol: al sustituir el índice de refracción leído para esta fase, se sustituye el valor en la ecuación de correlación para soluciones binarias A.E. limoneno – etanol, a la temperatura analizada, así se obtiene la composición porcentual en peso.

6.1 Cálculo de la composición de la fase de hexano formada para la mezcla ternaria (40% A.E. limoneno, 30% etanol, 30% hexano) a 10 ± 5 °C.

$$1.5843 = -5E-09 C^5 + 8E-07 C^4 - 3E-05 C^3 + 0.0003 C^2 - 0.0005 C + 1.5753$$

Al resolver la ecuación anterior, se obtiene: $C = 55.32\%$

6.2 Cálculo de la composición de la fase de etanol formada para la mezcla ternaria (40% A.E. limoneno, 30% etanol, 30% hexano) a 10 ± 5 °C.

$$1.5825 = -5E-09 C^5 + 8E-07 C^4 - 3E-05 C^3 + 0.0003 C^2 - 0.0005 C + 1.5753$$

Al resolver la ecuación anterior, se obtiene: $C = 12.58\%$

7. Obtención de las líneas de unión

Se graficó los datos de las composiciones porcentuales en peso, obtenidas según inciso anterior, para cada fase, en el diagrama triangular (inciso 5) y, posteriormente, se unen dichos puntos (para cada par de capas conjugadas) mediante líneas de unión.

8. Obtención del punto de pliegue

Método gráfico: primero se obtiene la curva de distribución, graficando los datos de porcentaje de aceite esencial de limoneno en fase hexano contra porcentaje de aceite esencial de limoneno en fase etanol, juntamente con la línea de pendiente 1 en el sistema de coordenadas rectangulares. Se proyectan los puntos de cada línea de unión en cada fase en el diagrama triangular, hacia la curva de distribución obtenida: los porcentajes de aceite esencial de limoneno en etanol, en la línea de 45° . El punto de pliegue será la composición para la cual la curva de distribución intercepte a la línea de 45° , por lo tanto, el porcentaje de aceite esencial de limoneno en fase de hexánica es igual al porcentaje de aceite esencial de limoneno en fase etanólica. Este punto proyectado a la gráfica triangular permite leer la composición de la mezcla ternaria en este punto de solubilidad límite.

9. Cálculo del coeficiente de distribución

$$K = Y / X \quad (7)$$

Donde:

K : coeficiente de distribución

Y : concentración al equilibrio de aceite esencial de limoneno en fase hexánica.

X : concentración al equilibrio de aceite esencial de limoneno en fase etanólica.

2.1 Cálculo del coeficiente de distribución para el punto 40% A.E. limoneno, 30% etanol, 30% hexano a 10 ± 5 °C.

$$K = 55.32 / 12.58 = 4.3974$$

Los resultados para las siguientes corridas de las soluciones ternarias a las dos temperaturas analizadas, se presentan en la sección de datos calculados.

APÉNDICE 4

ANEXOS

Figura 18 Cromatograma del Aceite de terpenos del fruto de naranja
(Empresa Extract S.A.)

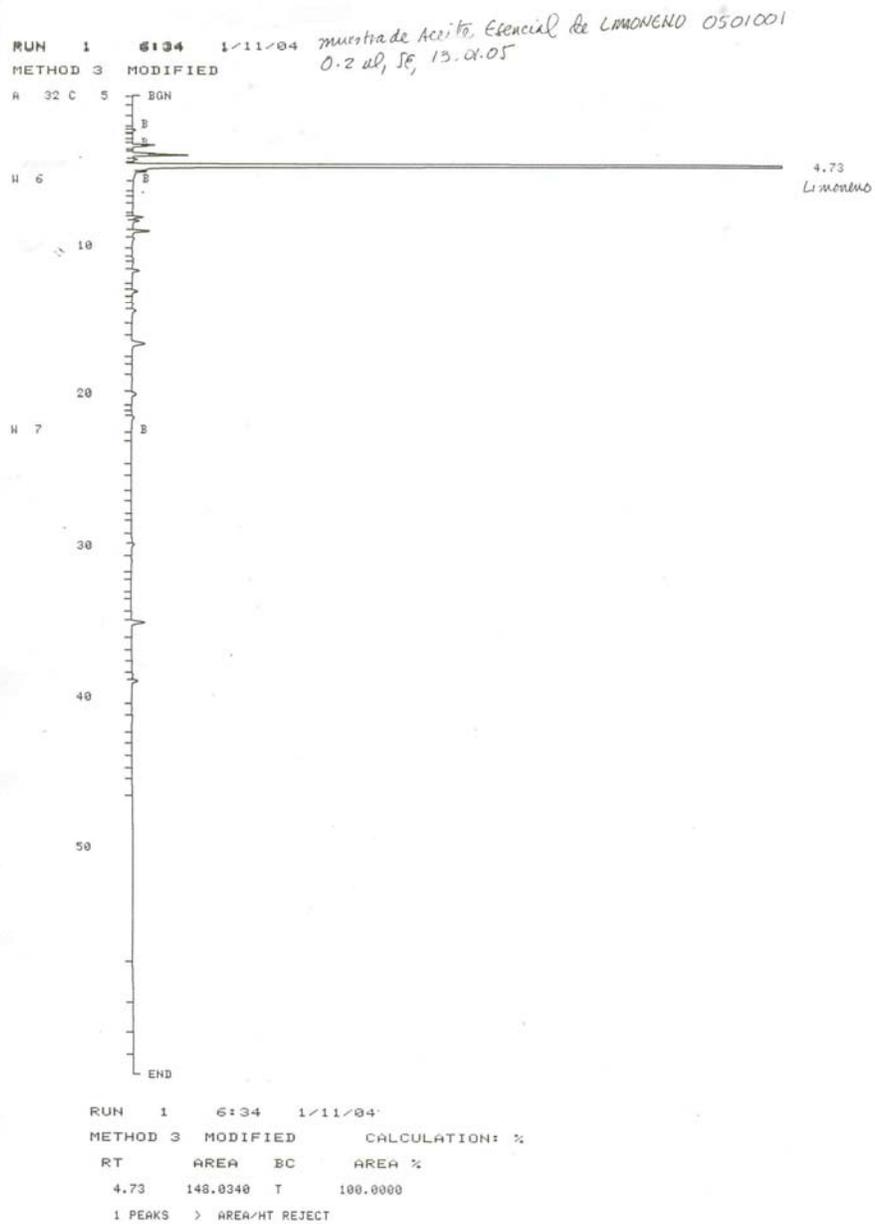


Figura 19 Detalle de la unidad de distribución para el estudio experimental del equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.

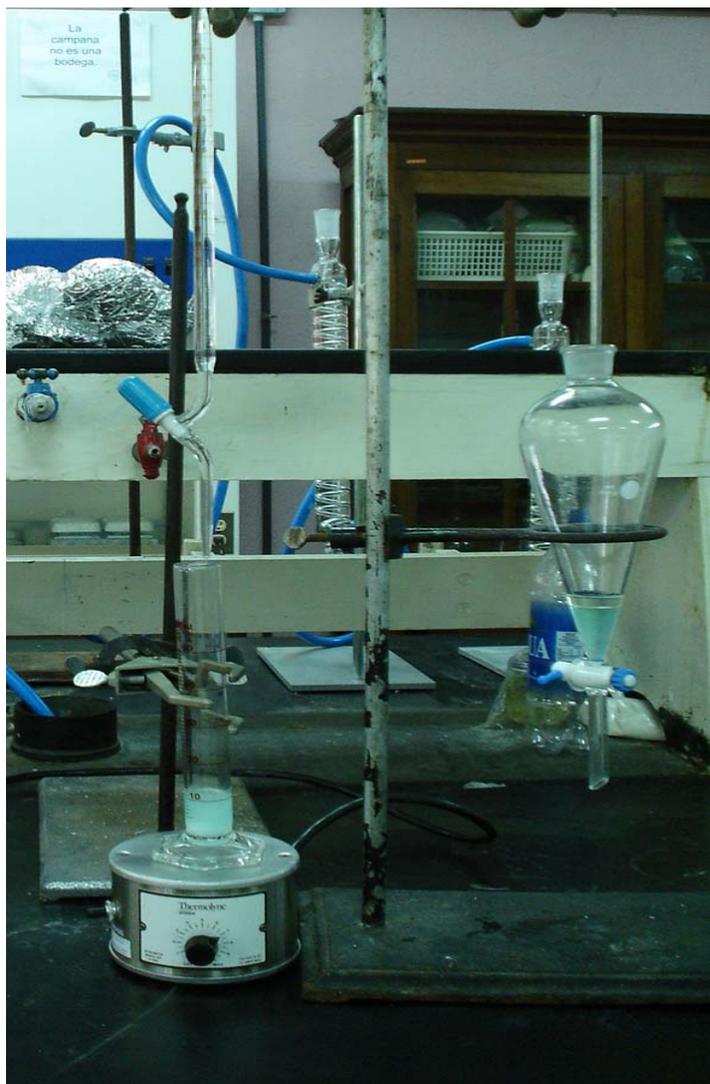


Figura 20 Detalle de la instalación del equipo para el estudio experimental del equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.



Figura 21 Acercamiento en la unidad de estudio en la que se observa el proceso de agitación mecánica de la distribución de los datos experimentales de equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.



Figura 22 Acercamiento en la unidad de estudio en la que se observa la formación de fases inmiscibles en el estudio de equilibrio de inmiscibilidad, para el sistema A.E. limoneno – hexano- etanol a $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ en funcionamiento.



