



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

**ESTUDIO DEL REFINAMIENTO DEL ACEITE DE FUSEL PROVENIENTE DE UNA
INDUSTRIA FERMENTATIVA MEDIANTE EL ENRIQUECIMIENTO DEL CONTENIDO DE
ALCOHOL ISOAMÍLICO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ROTA-EVAPORACIÓN
UTILIZANDO DIFERENTES PRESIONES DE VACÍO A 60°C**

Ana Lizbet Pérez Moreno

Asesorado por Ing. César Alfonso García

Asesorado por Inga. Claudia Anahité Ovando

Guatemala, enero de 2012

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**ESTUDIO DEL REFINAMIENTO DEL ACEITE DE FUSEL PROVENIENTE DE UNA
INDUSTRIA FERMENTATIVA MEDIANTE EL ENRIQUECIMIENTO DEL CONTENIDO DE
ALCOHOL ISOAMÍLICO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ROTAEVAPORACIÓN
UTILIZANDO DIFERENTES PRESIONES DE VACÍO A 60°C**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

ANA LIZBET PÉREZ MORENO

ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, ENERO DE 2012

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
VOCAL IV	Br. Juan Carlos Molina Jiménez
VOCAL V	Br. Mario Maldonado Muralles
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

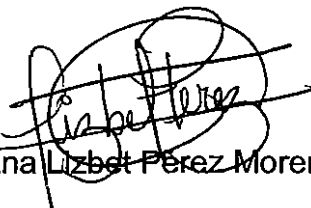
DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
EXAMINADORA	Inga. Hilda Palma de Martini
EXAMINADOR	Ing. Federico Salazar Rodríguez
EXAMINADOR	Ing. Manuel Galván Estrada
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

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

ESTUDIO DEL REFINAMIENTO DEL ACEITE DE FUSEL PROVENIENTE DE UNA INDUSTRIA FERMENTATIVA MEDIANTE EL ENRIQUECIMIENTO DEL CONTENIDO DE ALCOHOL ISOAMÍLICO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ROTAIEVAPORACIÓN UTILIZANDO DIFERENTES PRESIONES DE VACÍO A 60°C

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería en Ingeniería Química, con fecha mayo de 2011.



Ana Lizbet Pérez Moreno



Guatemala 10 de octubre de 2011

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
Director
Escuela de Ingeniería Química
Universidad de San Carlos de Guatemala

Respetable Ingeniero Álvarez:

Con un atento saludo me dirijo a usted para informarle que he revisado el informe final del trabajo de graduación titulado **"Estudio del refinamiento del aceite de fusel proveniente de una industria fermentativa mediante el enriquecimiento del contenido de alcohol isoamílico a través de la técnica de rotaevaporación utilizando diferentes presiones de vacío a 60°C"** el cual ha sido elaborado por la estudiante de la carrera de Ingeniería Química, Ana Lizbet Pérez Moreno quien se identifica con carné 200614793.

Después de haber realizado la revisión del respectivo informe final y las correcciones pertinentes, considero que llena los requisitos para su aprobación.

Atentamente,

Ing. César Alfonso García Guerra
Colegiado No. 145
Asesor del trabajo de graduación
Jefe Sección de Química Industrial
Universidad de San Carlos de Guatemala





UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Guatemala, 26 de Octubre de 2011
Ref.EIQ.TG.236.2011

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el Acta TG- 261-2011-B-IF le informo que reunidos los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del informe final del trabajo de graduación, para optar al título de **INGENIERA QUÍMICA** a la estudiante universitaria, Ana Lizbet Pérez Moreno, identificada con carné No. 2006-14793, titulado: "ESTUDIO DEL REFINAMIENTO DEL ACEITE DE FUSEL PROVENIENTE DE UNA INDUSTRIA FERMENTATIVA MEDIANTE EL ENRIQUECIMIENTO DEL CONTENIDO DE ALCOHOL ISOAMÍLICO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ROTAIEVAPORACION UTILIZANDO DIFERENTES PRESIONES DE VACIO A 60°C", el cual ha sido asesorado por el Ingeniero Químico César Alfonso García Guerra

Habiendo encontrado el referido informe final satisfactorio, se procede a recomendarle autorice a la estudiante **PÉREZ MORENO**, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Inga. Teresa Lisely de León Arana, M.Sc.

COORDINADORA

Tribunal que revisó el informe final
Del trabajo de graduación



C.c.: archivo

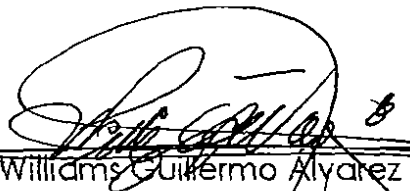




UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Ref.EIQ.TG.002.2012

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación de la estudiante, **ANA LIZBET PÉREZ MORENO**, titulado: **"ESTUDIO DEL REFINAMIENTO DEL ACEITE DE FUSEL PROVENIENTE DE UNA INDUSTRIA FERMENTATIVA MEDIANTE EL ENRIQUECIMIENTO DEL CONTENIDO DE ALCOHOL ISOAMÍLICO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ROTAEVAPORACIÓN UTILIZANDO DIFERENTES PRESIONES DE VACÍO A 60°C"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.


 Ing. Williams Guillermo Alvarez Mejia; C.Dr.
 DIRECTOR
 Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, enero de 2012

Cc: Archivo
 WGAM/ale



El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **ESTUDIO DEL REFINAMIENTO DEL ACEITE DE FUSEL PROVENIENTE DE UNA INDUSTRIA FERMENTATIVA MEDIANTE EL ENRIQUECIMIENTO DEL CONTENIDO DE ALCOHOL ISOAMÍLICO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ROTA-EVAPORACIÓN UTILIZANDO DIFERENTES PRESIONES DE VACÍO A 60°C**, presentado por la estudiante universitaria **Ana Lizbet Pérez Moreno**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.

Ing. Murphy Olimpo Paiz Recinos
DECANO



Guatemala, 17 de enero de 2012

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por ser luz guía, ese aliento diario a seguir adelante, por todas sus bendiciones.
Virgen María	Por ser ese ángel que me auxilia en todo momento, por cuidarme y ser parte de este logro
Mis padres	Ovidio Pérez y Mónica Moreno porque el triunfo es de ellos, por su apoyo, amor y cariño incondicional.
Mis hermanos	Alberto y Paola Pérez, por ser una luz en mi vida y apoyo en todo momento.
Mis abuelos	Ramón Pérez (q.e.p.d.) Victoria Ixchop, Hortencia Morales (q.e.p.d.) y Margarito Moreno (q.e.p.d.) que son guía en mi camino.
Mi novio	Daniel Guerra, por su amor y ser parte fundamental en esta etapa de mi vida.
A mis tíos	Jorge, Gonzálo, Norma, Amanda, Cristina, Alicia, Eladia, Verónica, Roberto, Julia, Arnoldo, Octavio y Elena.
Mis primos	Victoria, Judit, Leslie, Karen, Alicia, Ana María, Karen, Gloria, Paulina, Gabriela, Carlos, Antonio, Ramón, Alejandra, Marcela, Víctor, Gonzalo, Karla, Juan, Antonio y Ramón.

Mis amigos

Tania Santa Cruz, Ana Lucía Pardo, Alejandra Lemus, Rosangela Juárez, Marvin Estrada, Miguel Arriola, Juan Reyes, Andrea Fong, Juan Girón, Vivian Salazar, Ana M. Schumann, Diana Molina, Bryan Esquite, Joselito Aldana, Marta Loarca, Ali Pezzarossi, Yiznarda Lechuga, Ruth Ardón, Fausto Ruiz, Yolanda Ruiz (q.e.p.d.).

**Los Ingenieros
Químicos**

César García, Claudia Ovando y Mario Mérida.

**El Ingeniero
Agrónomo**

Marino Barrientos, por sus consejos y apoyo en el desarrollo de la investigación.

**La Universidad de
San Carlos de
Guatemala**

Alma mater, mi segundo hogar, por todos los conocimientos, valores y enseñanzas que me quedaron para la vida.

**Facultad de
Ingeniería**

Escuela de Ingeniería Química por sus enseñanzas y conocimientos otorgados.

AGRADECIMIENTOS A:

Dios	Padre por guiarme, apoyarme y bendecirme en el camino hacia el cumplimiento de este sueño
Virgen María	Madre por bendecirme, cuidarme y darme amor incondicional
Mis padres	Ovidio Pérez y Mónica Moreno por amarme tanto, por el apoyo incondicional que me dieron todo el tiempo. Este triunfo es gracias a ustedes.
Mis hermanos	Alberto y Paola Pérez, por su apoyo, consejos y alegrías. Gracias por ser parte fundamental de este sueño, los quiero.
Mis abuelos	Ramón Pérez (q.e.p.d.) Victoria Ixchop, Hortencia Morales (q.e.p.d.) Margarito Moreno (q.e.p.d.) por ser esos ángeles que me cuidan siempre.
Mi novio	Daniel Guerra, por ser mi compañero de vida y por sus palabras de aliento para seguir adelante
Mis tios y primos	Por su cariño, apoyo, por compartir conmigo este sueño
Mis amigos	Por su amistad sincera, consejos, apoyo, risas y llantos. Gracias por formar parte de mi vida.

Mis asesores	Ingenieros César García y Claudia Ovando por el tiempo y cariño dedicado a la investigación. Gracias por el apoyo.
El Ingeniero Agrónomo	Marino Barrientos, por sus consejos y apoyo en el desarrollo de la investigación.
Los laboratorios	Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales-LIEXVE- del Centro de Investigaciones de Ingeniería. Laboratorio de Bio-Etanol, Santa Lucía Cotzumalguapa, por permitirme el uso de sus instalaciones y equipo en el desarrollo de la investigación
CENGICAÑA	Por el apoyo con documentos, información y laboratorios que fueron parte fundamental en el desarrollo del proyecto, en especial a la Licenciada Wendy de Cano.
La Licenciada	Leonora García por su dedicación y apoyo en la revisión del trabajo realizado.
Mis establecimientos educativos	Colegio Monte María y Santa Teresita, por todos los valores que me inculcaron en mis primeros años de estudio.
La Universidad de San Carlos de Guatemala	Alma mater, mi segundo hogar, por todos los conocimientos, valores y enseñanzas para la vida.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	I
LISTA DE SÍMBOLOS	V
GLOSARIO	VII
RESUMEN	IX
OBJETIVOS Y/O HIPÓTESIS.....	XI
INTRODUCCIÓN	XV
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TEÓRICO	3
2.1. Caña de azúcar	3
2.2. Melaza	3
2.3. Etanol a partir de melaza.....	4
2.4. Formación de subproductos en la fermentación	4
2.5. Aceite de fusel... ..	8
2.5.1. Definición	8
2.5.2. Alcoholes amílicos.....	9
2.5.3. Desarrollo técnico.....	10
2.5.4. Composición del aceite de fusel.....	12
2.5.5. Efectos fisiológicos.....	12
2.5.6. Separación de alcoholes	13

3. DISEÑO METODOLÓGICO	17
3.1. Variables.....	17
3.1.2. Tablas de variables dependientes e independientes.....	19
3.2. Delimitación de campo de estudio	20
3.3. Recursos humanos disponibles	20
3.4. Recursos materiales disponibles	21
3.4.1. Reactivos	21
3.4.2. Cristalería.....	21
3.4.3. Equipo de laboratorio	21
3.5. Técnica cualitativa o cuantitativa	23
3.6. Recolección y ordenamiento de la información	23
3.6.1. Métodos para refinado de aceite de fusel	24
3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información	31
3.8. Análisis estadístico	32
4. RESULTADOS	35
5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	47
CONCLUSIONES	51
RECOMENDACIONES	53
BIBLIOGRAFÍA.....	55
APÉNDICES	57

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1. Diagrama de alcoholes amílicos.....	9
2. Muestra de aceite de fusel tomada lote TK-5238 y TK-2538.....	18
3. Destilado de aceite de fusel-cabeza-.....	18
4. Concentrado de aceite de fusel-cola-.....	18
5. Industria Fermentativa.....	20
6. Sistema de rotaevaporación.....	22
7. Separación de agua del aceite de fusel.....	25
8. Sistema de vacío utilizado por el rotaevaporador.....	26
9. Medición de grado alcohólico de muestra utilizada.....	27
10. Cromatógrafo marca Agilent modelo 6890 N.....	29
11. Metodología de colocación de viales.....	29
12. Muestra de cabeza y cola de aceite de fusel destilado.....	30
13. Calibración de rotación de matraz utilizando tacómetro.....	32
14. Distribución promedio en volumen de destilado y concentrado a diferentes presiones de vacío a 60°C.....	35
15. Análisis estadístico en relación al volumen recolectado en cabeza y cola de la destilación a diferentes presiones de vacío.....	35
16. Densidades de cabeza y cola obtenidas respecto a las densidades teóricas de etanol puro y alcohol isoamílico a 25 °C.....	36
17. Concentración de alcohol isoamílico obtenido en la cabeza y cola rotaevaporadas a diferentes presiones de vacío.....	38

18. Distribución promedio de alcoholes congenéricos y etanol presente en la mezcla de cabeza a diferentes presiones de vacío.....	43
19. Distribución promedio de alcoholes congenéricos y etanol presente en la mezcla de cola a diferentes presiones de vacío	44
20. Análisis estadístico de congenéricos recolectado en cabeza y cola de la destilación a diferentes presiones de vacío	44
21. Análisis estadístico de etanol recolectado en cabeza y cola de la destilación a diferentes presiones de vacío	45

TABLAS

I. Composición porcentual del aceite de fusel	9
II. Puntos de ebullición en isómeros de alcohol amílico.....	10
III. Propiedades de alcoholes	14
IV. Constantes dieléctricas	15
V. Variables dependientes, independientes y constantes.....	19
VI. Presión absoluta del sistema de rotaevaporación.....	22
VII. Presión de vacío a evaluar.....	31
VIII. Calibración de rotaevaporador	31
IX. Análisis estadístico a realizar	34
X. Prueba de varianza de efecto.....	34
XI. Análisis de varianza para el efecto de posición y presión del volumen de aceite de fusel destilado	36
XII. Rendimiento en volumen de alcohol isoamílico respecto al promedio más alto alcanzado del análisis realizado en figura 3	37

XIII.	Concentración de alcohol isoamílico obtenido mediante rotaevaporación realizada a diferentes presiones de vacío aplicadas para las condiciones de 60°C y presión atmosférica de 844 mbar	37
XIV.	Rendimientos en concentración de alcohol isoamílico respecto al promedio más alto alcanzado del análisis realizado en tabla XI	38
XV.	Bloques completos al azar AOV tabla de alcohol isoamílico en cabeza.....	39
XVI.	Tukey HSD prueba de comparación de alcohol isoamílico en cabeza de presión.....	39
XVII.	Bloques completos al azar AOV tabla de alcohol isoamílico en cola.....	40
XVIII.	Tukey HSD prueba de comparación de alcohol isoamílico en cola de presión.....	40
XIX.	Análisis de fracciones de destilado para diferentes presiones de vacío aplicado.....	41
XX.	Análisis de fracciones de concentrado para diferentes presiones de vacío aplicado.....	42
XXI.	Promedio de distribución de alcoholes congenéricos y etanol para la cola y cabeza extraídos en el rotavaporador.....	43
XXII.	Análisis de varianza para el efecto de posición y presión de la concentración de congenéricos en aceite de fusel destilado a diferentes presiones de vacío	45
XXIII.	Análisis de varianza para el efecto de posición y presión de la concentración de etanol presente en destilado a diferentes presiones de vacío presión de vacío a evaluar	46
XXIV.	Análisis de fracciones de destilado y concentrado a 800 mbar presión de vacío escala piloto.....	46

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
\bar{x}	Media aritmética
mbar	Milibar
%v/v	Porcentaje volumen-volumen
P	Presión
P.e.	Punto de ebullición
P.f.	Punto de fusión
rpm	Revoluciones por minuto
SS	Suma de cuadrados
T	Temperatura

GLOSARIO

Aminoácidos	Un aminoácido es una molécula orgánica con un grupo amino (-NH ₂) y un grupo carboxílico (-COOH; ácido). Los aminoácidos más frecuentes y de mayor interés son aquellos que forman parte de las proteínas.
Azeótropo	Un azeótropo (o mezcla azeotrópica) es una mezcla líquida de dos o más componentes que posee un único punto de ebullición constante y fijo y que al pasar al estado vapor (gaseoso) se comporta como un compuesto puro o sea como si fuese un solo componente.
Azúcares reductores	Los azúcares reductores son aquellos azúcares que poseen su grupo carbonilo (grupo funcional) intacto que a través del mismo pueden reaccionar con otras moléculas.
Condensado	Convertir un gas o vapor en líquido o en sólido.
Destilación	La destilación es un proceso que consiste separar los distintos componentes de una mezcla mediante el calor.

Destilación al vacío	Otro método para destilar sustancias a temperaturas por debajo de su punto normal de ebullición es evacuar parcialmente el alambique. Cuanto mayor es el grado de vacío, menor es la temperatura de destilación.
GIANT	Grupo de Investigación en Aplicación de Nuevas tecnologías
LIEXVE	Laboratorio de extracciones vegetales
Presión de vacío	Es la presión negativa dada por debajo de la presión del cero absoluto.
Rotaevaporador	El rotaevaporador es un aparato que se utiliza en los laboratorios químicos para evaporar solventes.

RESUMEN

El incremento de producción de aceite de fusel proveniente de industrias fermentativas representa la posibilidad de búsqueda de nuevas alternativas en su utilización. Por tal razón se realiza el estudio del refinamiento del aceite de fusel por medio de la operación en un rotaevaporador. Se operaron cinco diferentes presiones de vacío; 16,25,67,175 y 240 mbar a condiciones de operación constante entre las cuales destacan temperatura del baño 60°C, temperatura de enfriamiento 20 °C, inclinación de balón 45°, 240 rpm para el sistema de rotación, 844 mbar de presión atmosférica y 10 minutos de operación.

Dentro de los resultados se realizó la evaluación del rendimiento de cada muestra, composición química del aceite de fusel y medición de densidad; el análisis estadístico realizado fue empleado con un nivel de confiabilidad del 90%.

Por último, se realizaron las gráficas de la tendencia de extracción de alcohol isoamílico respecto a las presiones analizadas, encontrando la presión de 175 mbar como la más adecuada, tanto en porcentaje de extracción de alcohol isoamílico como en estabilidad del proceso llevado a cabo.

OBJETIVOS

General

Determinar la presión de vacío adecuada que permita concentrar y/o destilar la mayor cantidad de alcohol isoamílico, proveniente del aceite de fusel mediante técnicas de rotaevaporación a nivel laboratorio.

Específicos

1. Identificar los diferentes volúmenes de destilado y concentrado que se obtienen al destilar el aceite de fusel, en función de la aplicación de diferentes presiones de vacío a una temperatura específica mediante técnica de rotaevaporación.
2. Evaluar en las fracciones de destilado y condensado las cantidades de etanol y congenéricos, detectados tanto en cabezas como en colas de destilación mediante cromatografía de gases.
3. Determinar el rendimiento máximo de alcohol isoamílico, obtenido en la cabeza o cola en función del rango de destilación a vacío en el rotaevaporador operado a una temperatura de 60 °C.
4. Evaluar si existe una diferencia significativa, en la concentración de alcohol isoamílico para cada una de las presiones al vacío, tanto en cabeza como en cola a partir de cálculos estadísticos.

HIPÓTESIS

- Hipótesis de la investigación

Es posible que el alcohol isoamílico contenido en el coproducto de aceite de fusel, pueda ser concentrado a un porcentaje mayor del 50% en peso, mediante técnica de rotaevaporación a nivel laboratorio.

- Hipótesis estadística

- Hipótesis nula (H_0)

No existe diferencia estadística significativa en la extracción de alcohol isoamílico de cabeza y cola provenientes del aceite de fusel, en función de la variación de presión de vacío realizada con un nivel de confianza del 90 %.

- Hipótesis alternativa (H_a)

Existe diferencia estadística significativa en la extracción de alcohol isoamílico de cabeza y cola provenientes del aceite de fusel, en función de la variación de presión de vacío realizada con un nivel de confianza del 90 %.

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo se enfoca en la obtención de condiciones de operación a nivel laboratorio para el refinamiento de alcohol isoamílico proveniente del aceite de fusel. En la actualidad la disposición usual del aceite de fusel como coproducto es la de su quema en calderas junto con el bagazo, éstos al ser comparados respecto a la aportación de calor neto de combustión, resultan que la cantidad de aceite es mínima respecto a las toneladas de bagazo que ingresan a las calderas, aportando una cantidad insignificante.

Resulta importante la búsqueda de nuevas alternativas de aprovechamiento de los coproductos. El aceite de fusel como mezcla de alcoholes superiores contiene en su una proporción mayoritaria de alcohol isoamílico, el cual al ser separado puede ser utilizado como materia prima para la obtención de acetato de isoamilo; éste puede representar un compuesto con un buen valor agregado en la industria.

Para la realización de la parte experimental fue utilizado un rotaevaporador Buchi modelo R-210/R-215, que permitió la variación de la presión de vacío del sistema por 16, 25,67,175 y 240 mbar a condiciones constantes de temperatura de baño 60 °C, temperatura de refrigerante 20°C, 45 ° de inclinación, 10 minutos de operación. Cada sistema fue realizado por triplicado para realizar los análisis estadísticos de significancia, de los cuales se obtuvo la presión de vacío que presenta mejores resultados.

Por último, se realizó una prueba a escala piloto, utilizando una presión de vacío de 800 mbar para poder observar la tendencia a una escala mayor.

1. ANTECEDENTES

Las fuentes de materia prima en producción de etanol son sacarosas (caña de azúcar, sorgo dulce), almidones (yuca, maíz, trigo, cebada) y celulosa (madera); en Guatemala se obtiene principalmente de la fermentación de la melaza de la caña de azúcar. Guatemala es considerado el país de la región de Centroamérica con la mayor capacidad instalada para la producción de biocombustibles, el Ministerio de Energía y Minas (MEM) en el 2007, concedió licencias para la producción de biocombustibles a trece empresas, abrió el panorama para nuevas tecnologías e investigación de biocombustibles.

Este tipo de nuevas tecnologías es seriamente considerado, debido a los riesgos y costos que representan las alzas del petróleo; los ingenios azucareros han encontrado en su coproducto, la melaza, una fuente de producción de biocombustibles por vía fermentativa, de la cual han obtenido resultados económicamente factibles.

Durante el proceso de fermentación de mostos, su posterior destilación y rectificación, se generan diversos coproductos entre ellos los aceites de fusel, que representan mezclas de alcoholes de orden superior (es decir, alcoholes con más de dos átomos de carbono) con una fracción de etanol.

A través de los años, la producción de etanol por fermentación ha ido en aumento y la generación de sus coproductos también, su disposición se ha caracterizado como desecho líquido o como combustible en las calderas de la destilería o ingenio.

Por ejemplo, para una planta de producción aproximada de 180 m³/día de etanol, se extrae alrededor de 382kg/h de aceite de fusel al 65%v/v (-grado alcohólico). La caracterización del aceite de fusel indica que su composición principal es etanol y su congénico principal es alcohol isoamílico, dicho alcohol superior tiene potencial como materia prima para manufactura de otros productos y por ello es conveniente investigar su manejo o acondicionamiento previo a su utilización en otros procedimientos.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Caña de azúcar

La caña de azúcar resulta ser una materia prima con características notables, lo cual ha dado a la industria azucarera uno de los mayores rendimientos en materia verde, energía y fibra. Al ser procesada esta materia prima da como resultado ocho productos primarios.

- Residuos vegetales que se quedan en el campo
- Residuos vegetales en centro de acopio y limpieza
- Agua de residuos obtenida por evaporación del jugo
- Cachaza o residuos sólidos del proceso
- Melaza o miel final, residuos líquidos del proceso
- Azúcar cristalizada
- Bagazo, residuos sólidos de la molienda de la caña
- Ceniza, residuos sólidos de la combustión del bagazo

2.2. Melaza

“La miel fina o melaza es un coproducto líquido espeso que se deriva principalmente de la caña de azúcar, una porción importante de la sacarosa presente en el jugo, alrededor del 50%, se pierde en la melaza”.¹

¹ CHAVES, Marco. La caña de azúcar como materia prima para la producción de alcohol carburante. p.1.

El aspecto característico de la melaza es ser meloso, de color parduzco muy oscuro, un sabor que resulta dulce, ligeramente al del regaliz y con pequeños regustos amargos.

La melaza se encuentra constituida por sacarosa, glucosa, fructuosa y materias orgánicas e inorgánicas acumuladas; su elaboración se obtiene mediante la cocción del jugo de caña de azúcar, hasta la evaporación parcial del agua que éste contiene, dándole forma a este coproducto meloso y semicristalizado.

2.3. Etanol a partir de la melaza

El principal proceso bioquímico en la producción de bebidas alcohólicas, es el catabolismo de azúcares simples por cepas de *Saccharomyces*, para producir una mezcla de etanol y anhídrido carbónico. La estequiometría del proceso ha sido conocida por más de 150 años y es descrita por la ecuación de Gay Lussac, $C_6H_{12}O_6 \rightarrow 2 C_2H_5OH + 2CO_2$

La melaza contiene azúcar y materia orgánica en su constitución la cual la convierte en materia prima ideal para la producción de etanol. Algunas destilerías recolectan el CO_2 que se obtiene en plantas anexas para su posterior venta.

2.4. Formación de subproductos en la fermentación

La fermentación, es un proceso metabólico energético que conlleva la descomposición de carbohidratos de manera anaerobia; el desarrollo químico

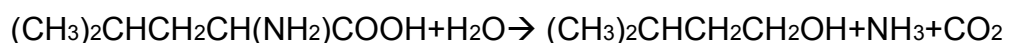
otorgado ha revelado la naturaleza biológica en el proceso. Uno de los productos de la fermentación es el etanol, el cual va acompañado de pequeñas cantidades de propano, butanol, ácido acético y ácido láctico; también se pueden formar alcoholes superiores.

Durante el proceso de fermentación de mostos para la producción de etanol y rectificación son generados diversos subproductos que definen con más precisión propiedades como aromas, colores, perfiles y texturas entre ellos el aceite de fusel.

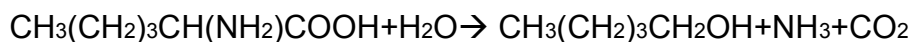
Los alcoholes superiores no se obtienen mediante la cinética habitual de la fermentación alcohólica sino que aparecen durante su curso, básicamente por desaminación de aminoácidos por parte de las levaduras para obtener nitrógeno amoniacal para su consumo. Estos alcoholes son beneficiosos organolépticamente a bajas concentraciones, confiriendo una gran variedad de aromas vegetales y de sensaciones de dulzor y suavidad.

Los aminoácidos utilizados por la levadura que se encuentran presentes en los jugos y mieles se pueden mencionar la leucina, la isoleucina, la valina, etc; éstos no poseen radical que contiene el nitrógeno por lo que ceden alcoholes como producto de reacción. F. Ehrlich (1904) demostró que los alcoholes isoamílico y amílico eran derivados de los aminoácidos leucina e isoleucina respectivamente, ya que la similitud estructural entre estos aminoácidos y sus alcoholes alifáticos respectivos sugerían una relación metabólica entre ellos, como se muestra a continuación.

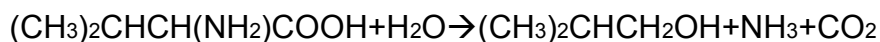
leucina + agua → alcohol isoamílico



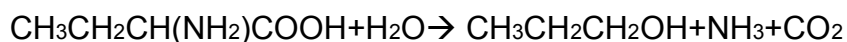
isoleucina + agua → alcohol amílico



valina+agua→ alcohol n- butílico



ácido alfa-amino butílico + agua → alcohol n-propílico



Debido a que la sección de fermentación es el corazón de una destilería; todos estos compuestos y los factores que influyen en su formación, han sido objeto de investigación y son producidos con normalidad en las fermentaciones por levaduras, formándose siempre durante la obtención de etanol en destilerías, bebidas alcohólicas y producción de vinos. Es por esto que es considerada una actividad normal en las levaduras, incluyendo las que no fermentan.

Se ha observado que las transformaciones bioquímicas durante el proceso de fermentación alcohólica, ocurren durante las primeras 24 horas. La máxima cantidad de alcoholes superiores se produce en el estado inicial de fermentación. Según la opinión de varios autores, "la formación de aceite de fusel se da durante el primer 60% de fermentación, siendo una función hiperbólica del tiempo".²

Los factores que gobiernan el número, naturaleza y concentración de subproductos durante la formación de azúcares por levaduras son pH,

² CHAVES Marco. La caña de azúcar como materia prima para la producción de alcohol carburante. p. 1.

temperatura, cepa de levadura, cantidad de aireación, habilidad de la levadura para transformar carbohidratos, etc.

En el proceso de fermentación alcohólica se encuentran presentes varios compuestos y microorganismos diferentes a la cepa de levadura utilizada (*Saccharomyces cerevisiae*), por lo que se llevan a cabo reacciones colaterales paralelas a la producción de etanol. Estos productos intermediarios afectan la producción de alcohol, la eficiencia global, consumo de energía, calidad del producto de la planta y especialmente en sus rendimientos.

La fermentación alcohólica es provocada por la acción de la enzima zimasa, presente en la levadura de cerveza y en los líquidos de cultivo de ella aún filtrada, por acción sobre la glucosa dando alcohol y dióxido de carbono. Cuando la concentración de alcohol alcanza los 15 grados aproximadamente, se detiene la fermentación y se procede a la destilación; de la misma resultan tres fracciones bien diferenciadas.

- Cabeza, fracción más volátil, donde el alcohol es acompañado por acetona, alcohol metílico, aldehídos, etc.
- Cuerpo, fracción de volatilidad intermedia, cuyo principal componente es el alcohol etílico, pero impurificado con trazas de las otras dos fracciones.
- Cola o fracción fija, es una mezcla de alcohol amílico, butílico y propílico, denominada aceites de fusel.

Congenericos presentes en la corriente de cabezas de la columna de destilación.

- Acetaldehído
- Ester Acetato de Metilo
- Ester Acetato de Etilo
- Metanol
- n-propanol
- i-butanol
- Alcoholes superiores

2.5. Aceite de fusel (alcoholes superiores)

2.5.1. Definición

El nombre aceite de fusel proviene del vocablo alemán "*fousel*" que significa "espíritus malignos". "Este aceite también es llamado alcoholes superiores ya que denominan una mezcla de alcoholes con alto peso molecular que se forman en pequeñas cantidades durante la fermentación".³

Los mayores componentes del aceite de fusel son alcohol isoamílico, amílico activo, isobutílico, n-propílico y en menor proporción, el alcohol n-butílico, se da la formación de intermediarios de tres cadenas ramificadas de aminoácidos alifáticos, leucina, isoleucina y valina, existen estudios que así lo demuestran.

³ CASTILLO María. Comparación entre el método actualmente utilizado en industria licorera Quetzalteca S.A. y el método oficial AOAC para la determinación de alcoholes superiores por medio de espectrofotometría en bebidas alcohólicas. p. 8.

Tabla I. **Composición porcentual del aceite de fusel**

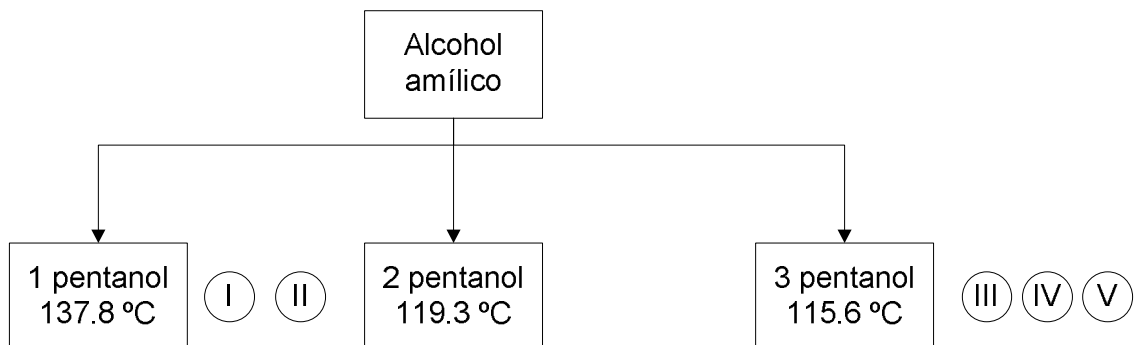
Alcohol	Porcentaje en peso (%w/w)
i-amílico	59,65
i-butílico	17,02
n-propílico	12,92
amílico	10,36

Fuente: elaboración propia.

2.5.2. Alcoholes amílicos

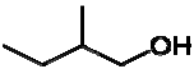
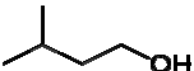
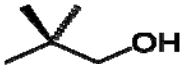
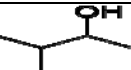

Los alcoholes amílicos comprenden a cualquier alcohol saturado con cinco carbonos, es decir con la fórmula química $C_5H_{11}OH$.

Figura 1. **Diagrama de alcoholes amílicos**



Fuente: elaboración propia.

Tabla II. **Puntos de ebullición en isómeros de alcohol amílico**

Alcohol	Grupo	Fórmula	Estructura	Punto de ebullición °C
2 metil-1-butanol	I		Primario	132
3 metil-1-butanol	II		Primario	128
2,2 dimetil-1-propanol	III		Primario	113
3-metil-2-butanol	IV		Secundario	112
2 metil-2-butanol	V		Terciario	101,8

Fuente: elaboración propia.

2.5.3. Desarrollo técnico

Los primeros estudios realizados fueron por Scheele en 1785, en donde se describe al aceite como un material de olor nauseabundo y de color blanco. Por otro lado en 1834, Dumas realizó el análisis de una muestra de fusel, la cual era obtenida de los destilados de fermentos de patata y fue Cahours (1839), quien reconoció el compuesto de Dumas como hidrato de amileno o alcohol amílico.

Pasteur fue el primero en realizar investigaciones respecto a las características de algunos compuestos del aceite de fusel. En 1855 logró la separación a alcohol amílico del alcohol isoamílico por cristalización fraccionada. Entre otros hallazgos determinó el punto de ebullición del alcohol amílico activo y el del isoamílico a presión atmosférica; siendo estos 127-128 °C y 129 °C respectivamente.

Schüpphaus (1892) hizo ver que, la separación de los cuatro alcoholes principales a partir del aceite de fusel por el método de destilación fraccionada, era más difícil de lo que las propiedades de los compuestos puros indicaban porque se formaban varios azeótropos agua-alcohol con puntos de ebullición similares.

En búsqueda de un sistema que permitiera la separación sencilla de los alcoholes amílicos y otra substancia en 1960 Terry siguió la investigación acerca de la formación de azeótropos binarios. En todos los casos de investigación, los puntos de ebullición de los azeótropos formados fueron más cercanos uno del otro (0.0-2,2 °C que los puntos de ebullición de los componentes puros 3,5°C).

Existen diversos estudios sobre el mecanismo de formación de los aceites de fusel por ejemplo; al principio de siglo, Ehrlich, sugirió que las levaduras podían convertir aminoácidos a alcoholes superiores, desaminación y descarboxilación. Cincuenta años más tarde la teoría fue modificada demostrando que los aminoácidos exógenos son transaminados a alfa-cetoácidos, los que son transformados a aldehídos y finalmente, a alcoholes.

En la actualidad países como Colombia han incentivado a iniciar investigaciones acerca de la potencialización en el uso del alcohol isoamílico a

través del Grupo de Investigación en Aplicación de Nuevas Tecnologías (GIANT) en la obtención de compuestos con mayor valor agregado en la industria.

2.5.4. Composición del aceite de fusel

La composición típica de aceites de fusel obtenidos en destilerías procesa jugos o mieles de caña de azúcar, son presentados en la tabla I. Las muestras de fusel provenientes de un lote de fermentación se encuentran usualmente en las siguientes condiciones pH 5.38, temperatura 33 °C, grado alcohólico 9,58 (%v/v), ácido acético 0,2 (%p/p), ácido láctico 0,35 (%p/p), ácido propiónico 0,086 (%p/p) y glicerol 0,92 (%p/p), los cuales resultan como factor determinante de una mayor o menor formación del coproducto.

2.5.5. Efectos fisiológicos

Respecto a los alcoholes superiores la toxicidad de éstos es transitoria al ser asimilados por el cuerpo humano, el alcohol isoamílico es inflamable, nocivo por inhalación, irritante hacia las vías respiratorias y la exposición repetida puede provocar sequedad o formación de grietas en la piel.

2.5.6. Separación de alcoholes

En general, los factores que determinan el punto de ebullición son el peso molecular, la forma lineal o ramificada de las moléculas, su polaridad y la asociación intermolecular.

En el caso de los alcoholes se ha observado que a medida que aumenta el número de átomos de carbono, de la cadena lineal, el punto de ebullición también aumenta; sin embargo, éste disminuye al aumentar las ramificaciones moleculares.

Los puntos de ebullición de los alcoholes anormalmente elevados se deben a que son líquidos asociados por lo que requieren mayor energía para romper los puentes de hidrógeno que mantienen unidas a las moléculas.

La destilación es un proceso que consiste en la vaporización de un líquido, condensación del vapor y colección del condensado. Cuando una sustancia líquida se contamina con pequeñas cantidades de impurezas, éstas pueden eliminarse por algún tipo de destilación. Se dice entonces que se efectúa una purificación o refinamiento.

Cuando dos o más sustancias líquidas se encuentran formando mezclas en proporción relativamente semejante, se dice que la destilación puede usarse para la separación de componentes, en cada caso, deberá elegirse una técnica de destilación más acorde con las características de la muestra.

La destilación simple se utiliza cuando la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes es grande, mayor de 80°C o cuando las

impurezas son sólidos disueltos en el líquido a purificar. Si la diferencia es pequeña, se utiliza una destilación fraccionada.

Tabla III. **Propiedades de alcoholes**

Nombre	Fórmula	Densidad relativa a 20 °C	Presión de vapor (mbar) a 60°C
metílico	CH_2OH	0,793	843,23
etílico	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	0,789	468,17
n-propílico	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	0,804	203,70
n-butílico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$	0,810	78,50
n-pentílico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}_2\text{OH}$	0,817	34,74
n-heptílico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_2\text{OH}$	0,822	4,55
n-octílico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CH}_2\text{OH}$	0,825	1,89
n-decílico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{CH}_2\text{OH}$	0,829	0,29
isopropílico	$\text{CH}_2\text{CHOHCH}_2$	0,789	388,41
sec-butílico	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CHOHCH}_2$	0,806	185,36
isoamílico	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	0.810	34,74

Fuente: elaboración propia.

En la manipulación de compuestos no polares como los alcoholes es importante tomar en cuenta características fisicoquímicas (densidad, punto de ebullición, presión de vapor, constante dieléctrica) de cada uno de ellos para su posterior análisis de comportamiento en la destilación.

Tabla IV. **Constante dieléctrica**

Disolventes polares próticos			
	Punto de ebullición	Constante dieléctrica	Densidad
ácido acético	118 °C	6.2	1,049 g/mL
butanol	118 °C	18	0,810 g/mL
isopropanol	82 °C	18	0,785 g/mL
n-propanol	97 °C	20	0,803 g/mL
etanol	79 °C	24	0,789 g/mL
metanol	65 °C	33	0,791 g/mL
agua	100 °C	82	1,000 g/mL
Disolventes no polares			
acetato de etilo	77 °C	6	0,894 g/mL

Fuente: "Polaridad de un disolvente" http://es.wikipedia.org/wiki/Polaridad_de_un_disolvente, fecha de visita 03 de febrero 2011. p. 1.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

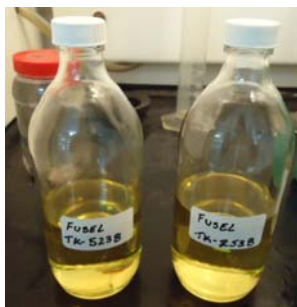
Variables independientes

- Aceite de fusel
- Vacío de bomba (mbar)
- Temperatura de caudal del agua en el refrigerante (°C)
- Temperatura de baño termostático (°C)
- Revoluciones por minuto de balón
- Grado de inclinación del equipo de rotavaporación
- Grado alcohólico del aceite de fusel (%v/v)

Variables dependientes

- Concentración de alcohol isoamílico en cabeza y cola
- Concentración de otros alcoholes en cabeza y cola
- Densidad, razón entre la masa de una sustancia dividida en su volumen
- Porcentaje de rendimiento en volumen de alcohol obtenido

Figura 2. **Muestra de aceite de fusel tomada del lote TK-5238 y TK-2538**



Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

Figura 3. **Destilado de aceite de fusel –cabeza-**



Fuente: Laboratorio de extracciones vegetales.

Figura 4. **Concentrado de aceite de fusel -cola-**



Fuente: Laboratorio de extracciones vegetales.

3.1.2. Tabla de variables dependientes e independientes

Tabla V. Variables dependientes, independientes y constantes

Independientes	Dependientes	Constantes
Presión de vacío (mbar)	Porcentaje de rendimiento en la concentración de alcohol isoamílico	Temperatura de baño (60 °C)
	Concentración de alcohol isoamílico en cabeza y cola	
	Concentración de otros alcoholes en cabeza y cola	Caudal de agua de enfriamiento (20°C)
	Tiempo de rotaevaporación	219 rpm del balón
		Presión atmosférica (844 mbar)
Capacidad de aspiración de la bomba (m³/h)	Inclinación del balón (45°)	
Densidad		
Concentración real de porcentaje en peso		
Temperatura		

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación de campo de estudio

La parte experimental de la investigación se llevó a cabo en las instalaciones del LIEXVE sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería USAC. Los análisis de productos obtenidos se analizaron en un laboratorio de producción de etanol dentro de un ingenio azucarero guatemalteco; el experimento tuvo una duración aproximada de tres meses.

Figura 5. Industria fermentativa



Fuente: Ingenio Pantaleón.

3.3. Recursos humanos disponibles

Investigador: Ana Lizbet Pérez Moreno

Asesor: Ing. Qco. César García Guerra

Co asesora: Inga. Qco. Claudia Ovando

3.4. Recursos materiales disponibles

3.4.1. Reactivos

- Aceite de fusel
- Etanol
- Agua

3.4.2. Cristalería

- 1 balón 500 mL
- Embudo
- Beacker 500 mL
- Beacker 50 mL

3.4.3. Equipo de laboratorio

- Sistema de rotaevaporación automática marca Buchi R-210
- Balanza semianalítica
- Cromatógrafo de gases Agilent modelo 6890n
- Densímetro electrónico marca Anton Paar
- Tacómetro marca Extech modelo 461995

Figura 6. Sistema de rotaevaporación



Fuente: Laboratorio de extracciones vegetales.

Tabla VI. Presión absoluta del sistema de rotaevaporación operado

P vacío (mbar)	P atmosférica (mbar)	P absoluta (mbar)
16	844	828
25	844	819
67	844	777
175	844	669
240	844	604

Fuente: elaboración propia.

3. 5. Técnica cualitativa o cuantitativa

La investigación y experimentación está basada en la recolección de datos a obtener en las pruebas de laboratorio, se realizaron variaciones de operación mediante diferentes presiones de vacío. Para cada sistema empleado se realizaron tres corridas a un mismo lote de aceite de fusel. Las características de operación fueron constantes en todos los casos (caudal de agua de enfriamiento, rpm balón, temperatura de baño, inclinación del balón).

El trabajo se realizó bajo técnicas de observación, inducción, deducción, comparación y evaluación de los datos obtenidos en el laboratorio. Por lo tanto se deduce que la técnica en dicho estudio fue cuantitativa.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

Para el aprovechamiento del aceite de fusel como materia prima para diversos usos, se planteó la obtención de alcohol isoamílico; lo cual fue realizado refinando el aceite de fusel en rotaevaporación.

La densidad se determinó utilizando un densímetro electrónico marca Anton Paar, evaluando el volumen total de mezcla del solvente mixto con respecto a la concentración de las especies químicas que se estudiaron en el trabajo experimental.

Se realizaron cinco variaciones de presión de vacío en el rotavapor, y tres corridas para diferentes lotes de aceite de fusel obtenido en la zafra 2011. Por

otro lado la aleatorización hizo válidos los procesos de inferencia y las pruebas estadísticas.

3.6.1. Métodos para refinado del aceite de fusel

El refinado de aceite de fusel utilizando NaCl (cloruro de sodio) se realiza de la siguiente manera.

- Si la muestra se presenta diluida con agua es preciso la realización de un método previo de separación de agua con el aceite.
- Agitar la muestra fuertemente.
- Medir 100 mL de muestra en 1 probeta.
- Añadir exactamente 100 mL de agua fría en solución salina (saturada) en 100 mL de muestra.
- Agitar fuertemente, y dejar reposar por un minuto.
- El aceite de fusel se separará del agua y flotará a la superficie.
- Realizar la medición de cantidad de aceite de fusel flotando en la superficie y recuperarlo.
- Se realizará una separación del aceite utilizando un rotaevaporador.

Figura 7. **Separación de agua del aceite de fusel**



Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

El refinado de aceite de fusel utilizando un rotaevaporador se realiza de la siguiente manera.

- Verificar que todo el sistema esté cerrado.
- Medir el volumen de muestra a utilizar dentro del balón del rotaevaporador y pesarlo anote los resultados.
- Asegurar que el sistema de recirculación de agua, de vacío y que el baño se encuentre totalmente lleno con agua desmineralizada, colocar el balón con la muestra.
- Adecuar las características de operación el software dependiendo el compuesto a separar y el vacío a aplicar.

- Iniciar la rotaevaporación, aplicando vacío al momento que disminuya la velocidad de condensado.
- Cuando el sistema de recolección cese, detenga el equipo y pese la cantidad de muestra extraída en la cabeza.
- Recolectar las muestras de cabeza y cola en frascos ámbar para su posterior análisis, anote datos.

Figura 8. **Sistema de vacío utilizado por el rotaevaporador**



Fuente: Laboratorio de extracciones vegetales.

La determinación de densidad fue realizada por medio de la utilización de un densímetro electrónico marca Anton Paar.

Figura 9. **Medición de grado alcohólico de muestra utilizado**



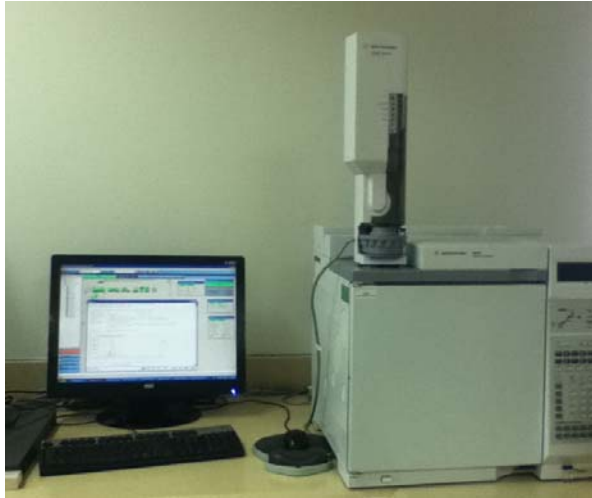
Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

Para las mediciones fue utilizado un densímetro electrónico marca Anton Paar. Para la composición del aceite de fusel, fracciones de destilado y la determinación de los componentes en la mezcla separada se utilizó un cromatógrafo de gases. El cromatógrafo Agilent es un modelo 6890N Network GC System (cromatógrafo de gases con inyección por espacio de cabeza), columna DB624 y de tres detectores diferentes acoplados en el cromatógrafo de gases correspondiente.

Para realizar las mediciones se utilizó un cromatógrafo marca Agilent, por medio del siguiente procedimiento.

- Encender el computador con el software designado para la operación del cromatógrafo.
- Realizar una dilución 1:10, con una pipeta tomar 1 mL de aceite de fusel y aforar en un balón de 10mL con alcohol neutro.
- Tomar una muestra de 1 μ L y colocarlo en el vial correspondiente.
- La muestra tomada se coloca dentro del compartimiento número uno del cromatógrafo.
- En el programa de computadora se notifica y guarda el nombre de la muestra a analizar.
- Se corre el análisis en la muestra y se espera 30 minutos para los resultados.

Figura 10. **Cromatógrafo marca Agilent modelo 6890n**



Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

Figura 11. **Metodología de colocación de viales**



Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

Figura 12. **Muestras de cabeza y cola de aceite de fusel destilado**



Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

La cantidad recuperada de alcohol isoamílico recuperado se expresó por el rendimiento porcentual, de la siguiente manera.

- El rendimiento en tanto por ciento de cualquier reacción representa la proporción en que los reactivos de partida se transforman en el producto final, es calculado con la siguiente ecuación.

$$\text{Rendimiento} = \frac{(\text{volumen real producido}) * 100}{\text{volumen teórico}}$$

- Para el rendimiento teórico de alcohol isoamílico dependerá del volumen utilizado al inicio de la operación.

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Para la concentración de alcohol isoamílico a partir del aceite de fusel se utilizó el sistema de vacío a cinco diferentes presiones de vacío.

Tabla VII. **Presiones de vacío a evaluar**

Compuesto	Presión vacío (mbar)
acetato de etilo	240
etanol	175
propanol	67
butanol	25
alcohol isoamílico	16

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Calibración de rotaevaporador**

Medición	Revoluciones por minuto
1	29,7
2	75,3
3	113,5
4	174,5
5	219,5
6	273,5
7	318,9
8	356,5

Fuente: elaboración propia.

Figura 13. **Calibración de rotación del matraz en revoluciones por minuto utilizando un tacómetro**



Fuente: Laboratorio de extracciones vegetales.

El tacómetro utilizado es marca Extech modelo 461995.

3.8. Análisis estadístico

Se aplicó un análisis estadístico a los datos obtenidos del experimento para determinar los resultados bajo el análisis de varianza ANOVA, el cual se basó en la hipótesis planteada.

Muestreo

Para determinar la cantidad de corridas necesarias, estadísticamente se calcula a partir de.

$$N = \frac{Z_{\alpha/2}^2 PQ}{E^2}$$

Donde

N= número de corridas

Z= confiabilidad

P= probabilidad de éxito

Q= probabilidad de fracaso

E= error permitido

Para la práctica actual, se empleó un nivel de confiabilidad del 90%, por lo tanto Z toma un valor 1,9; además se esperó una probabilidad de éxito del 90% y una probabilidad de fracaso del 10%, respectivamente. Para obtener resultados satisfactorios se estableció un error estimado del 25%.

$$N = \frac{1,9 * 0,9 * 0,1}{0.25^2} = 2,92 = 3$$

Por lo tanto se realizaron tres tomas de corridas en cada variación de presión de vacío.

Tabla IX. **Análisis estadístico a realizar**

Bloque	Presión	Posición	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
A	16	Cola			
	16	Cabeza			
B	25	Cola			
	25	Cabeza			
C	67	Cola			
	67	Cabeza			
D	175	Cola			
	175	Cabeza			
E	240	Cola			
	240	Cabeza			

Fuente: elaboración propia.

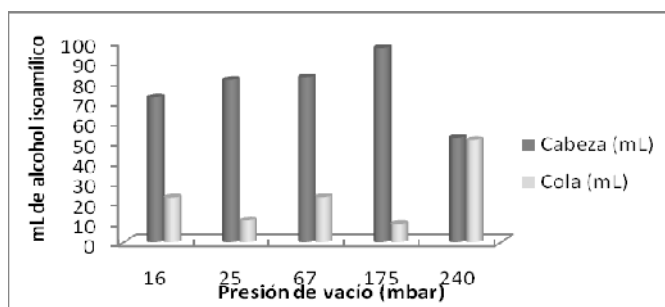
Tabla X. **Prueba de varianza de efecto**

Fuentes de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Efecto	Nivel de significancia
Presión	4				
Posición	1				
Interacción	4				
Error experimental	45				
Total	59				

Fuente: elaboración propia.

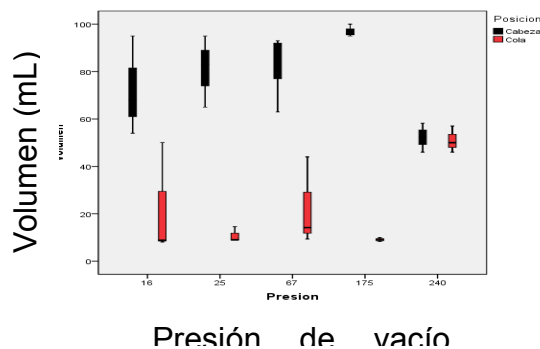
4. RESULTADOS

Figura 14. **Distribución promedio en volumen de destilado y concentrado recolectados a diferentes presiones de vacío en el sistema de rotavaporación a 60°C**



Fuente: elaboración propia.

Figura 15. **Análisis estadístico en relación al volumen recolectado en cabeza y cola de la destilación a diferentes presiones de vacío**



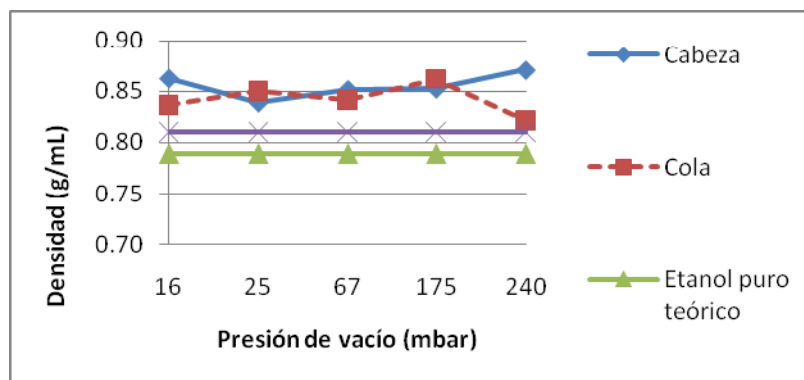
Fuente: elaboración propia.

Tabla XI. **Análisis de varianza para el efecto de posición y presión del volumen de aceite de fusel destilado a diferentes presiones de vacío**

Variable dependiente: volumen					
Origen	Suma de cuadrados tipo III	grados de libertad	Media cuadrática	F	Sig.
Posición	21724,44	1	21724,44	111,07	,00
Presión	249,58	4	62,39	,31	,86
Posición * presión	6366,55	4	1591,63	8,13	,00
Error	3911,84	20	195,59		
Total corregida	32252,42	29			
R cuadrado = ,879 (R cuadrado corregida = ,824)					

Fuente: elaboración propia.

Figura 16. **Densidades de cabeza y cola obtenidos respecto a las densidades teóricas de etanol puro y alcohol isoamílico**



Fuente: elaboración propia.

Tabla XII. **Rendimientos en volumen de alcohol isoamílico respecto al promedio más alto alcanzado del análisis realizado en figura 3**

Presión de vacío (mbar)	Promedio cabeza (mL)	Promedio cola (mL)	%rendimiento cabeza	%rendimiento cola
16	72,3	22,3	0,25	0,56
25	81,0	10,8	0,16	0,79
67	82,3	22,5	0,15	0,56
175	97,0	9,1	0,00	0,82
240	52,2	51,0	0,46	0,00

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. **Concentración de alcohol isoamílico obtenido mediante técnica de rotaevaporación realizada a diferentes presiones de vacío aplicadas para las condiciones de 60 °C y presión atmosférica de 844 mbar**

Presión absoluta (mbar)	Cabeza (%v/v)	$\pm \sigma$	Cola (%v/v)	$\pm \sigma$
16	82,51	6,83	13,07	7,76
25	87,76	5,05	9,39	5,05
67	91,2	4,23	5,34	4,37
175	90,71	2,59	6,13	1,94
240	29,48	5,73	56,66	16,16

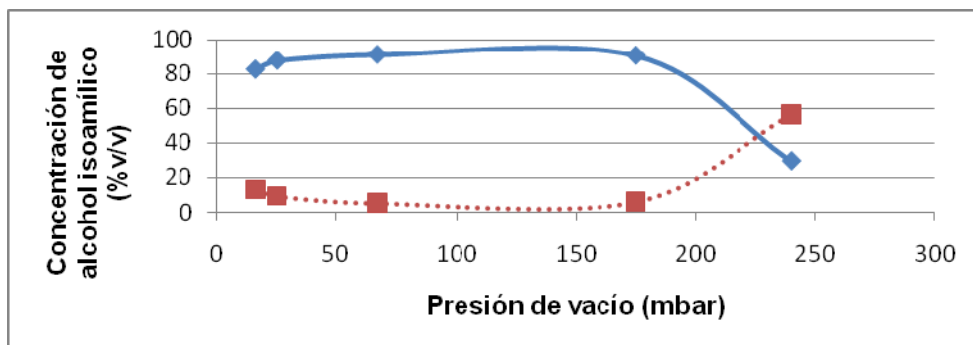
Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. Rendimientos en concentración de alcohol isoamílico respecto al promedio más alto alcanzado del análisis realizado en tabla XI

Presión de vacío (mbar)	Promedio cabeza (%v/v)	Promedio cola (%v/v)	%rendimiento cabeza	%rendimiento cola
16	82,51	13,07	0,10	0,77
25	87,76	9,39	0,04	0,83
67	91,20	5,34	0,00	0,91
175	90,71	6,13	0,01	0,89
240	29,48	56,66	0,68	0,00

Fuente: elaboración propia.

Figura 17. Concentración de alcohol isoamílico obtenido en la cabeza y cola rotavaporadas a diferentes presiones de vacío para tres muestras analizadas a 60 °C



Posición	Ecuación	R ²
cabeza	$\%v/v = -4E-07(P)^4 + 0,0002(P)^3 - 0,0241(P)^2 + 1,3777(P) + 66$	1
cola	$\%v/v = -2E-07(P)^4 - 1E-04(P)^3 + 0,0148(P)^2 - 0,8981(P) + 24,03$	1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Bloques completos al azar AOV de alcohol isoamílico en cabeza**

Fuente de varianza	Grados de libertad (gl)	Suma de cuadrados (SS)	Cuadrado medio (MS)	F calculado	F crítico	Conclusión
Corrida	2	10,64	5,32			Hi
Presión	4	8376,03	2094,01	67,36	76,335	
Error	8	248,69	31,09		Tabla de Fisher al 0.05	
Total	14					

Fuente : elaboración propia.

Tabla XVI. **Tukey HSD-todos los pares prueba de comparaciones de alcohol isoamílico en la cabeza de presión**

Presión de vacío (mbar)	Media	Grupos homogéneos
67	91,20	A
175	90,71	A
25	87,76	A
16	82,51	A
240	29,48	B

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Bloques completos al azar AOV de alcohol isoamílico en la cola**

Fuente de varianza	Grados de libertad (gl)	Suma de cuadrados (SS)	Cuadrado medio (MS)	F calculado	F crítico	Conclusión
Corrida	2	127,06	63,53			Hi
Presión	4	5683,35	1420,84	18,57	18,120	
Error	8	612,22	76,53		Tabla de Fisher al 0,05	
Total	14					

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **Tukey HSD-todos los pares prueba de comparaciones de alcohol isoamílico en la cola de presión**

Presión de vacío (mbar)	Media	Grupos homogéneos
67	56,66	A
175	13,07	B
25	9,39	B
16	6,12	B
240	5,33	B

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Análisis de fracciones de destilado para diferentes presiones de vacío aplicado**

Promedio realizado	Fracciones de destilado del aceite de fusel (%v/v) a 60 °C prueba realizada por triplicado							
	Cabeza (%v/v)							
Presión absoluta (mbar)	alcohol isoamílico	+ σ	isobutanol	\pm σ	propanol	\pm σ	nbutanol	\pm σ
16	82,5	37,1	0,1	0,2	0,4	0,1	0,2	0,2
25	87,76	5,0	0,5	0,5	0,6	0,0	0,3	0,0
67	91,20	4,2	0,8	0,7	0,9	0,1	0,4	0,1
175	90,71	2,6	0,3	0,4	0,7	0,1	0,3	0,1
240	29,48	5,7	0,3	0,3	0,5	0,0	0,2	0,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla XX. **Análisis de fracciones de concentrado para diferentes presiones de vacío aplicado**

Promedio realizado	Fracciones de destilado del aceite de fusel (%v/v) a 60 °C prueba realizada por triplicado							
	Cola (%v/v)							
Presión absoluta (mbar)	alcohol isoamílico	+ σ	isobutanol	\pm σ	propanol	\pm σ	nbutanol	\pm σ
16	30,7	3,5	0,1	0,2	0,1	0,1	0,8	0,1
25	9,2	4,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
67	5,2	4,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
175	6,0	1,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
240	55,9	15,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0

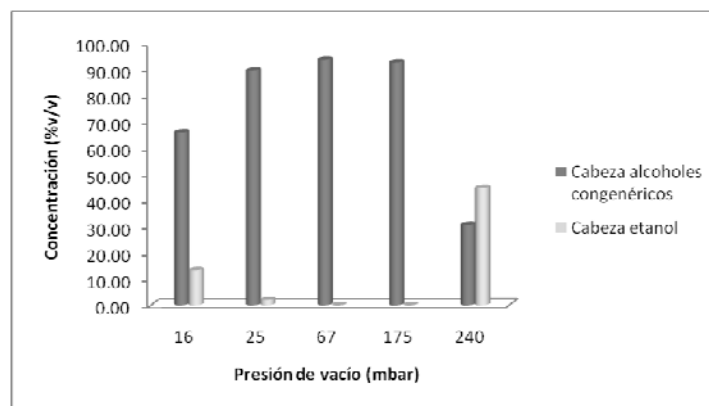
Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. **Promedio de distribución de alcoholes congénéricos y etanol para la cola y cabeza extraídos en el rotavaeporadorador**

Presión absoluta (mbar)	Promedio realizado (%v/v)			
	Cabeza congénéricos	Cola congénéricos	Cabeza etanol	Cola etanol
16	66,05	31,08	13,45	54,22
25	89,64	9,27	1,91	73,73
67	93,82	5,28	0,00	80.62
175	92,73	6,06	0,00	72.94
240	30,74	56,40	44,86	35.73

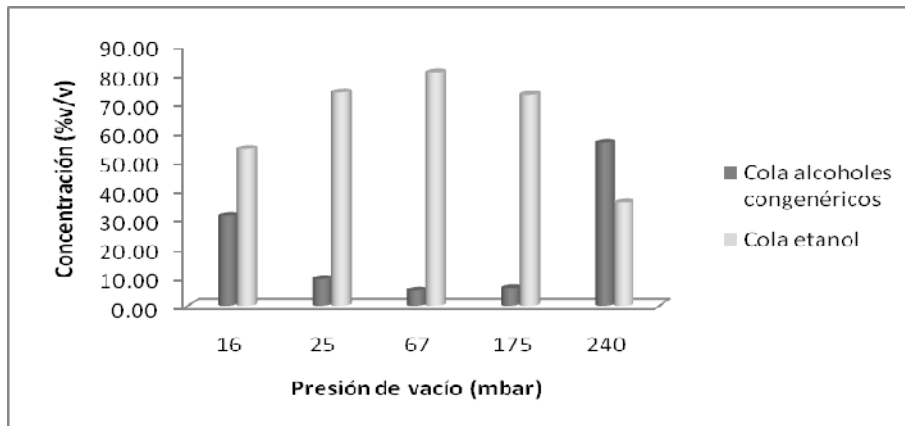
Fuente: elaboración propia.

Figura 18. **Distribución promedio de alcoholes congénéricos y etanol presente en la mezcla de cabeza a diferentes presiones de vacío aplicado**



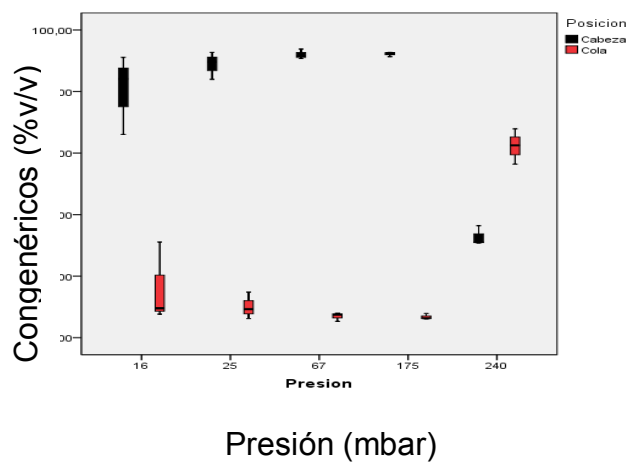
Fuente: elaboración propia.

Figura 19. **Distribución promedio de alcoholes congénicos y etanol presente en la mezcla de cola a diferentes presiones de vacío aplicado**



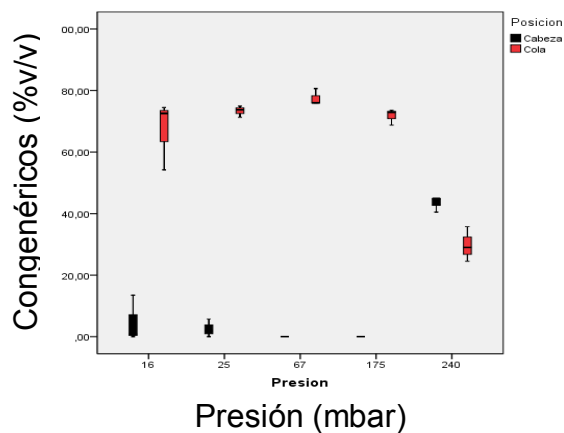
Fuente: elaboración propia.

Figura 20. **Análisis estadístico de congénicos recolectado en cabeza y cola de la destilación a diferentes presiones de vacío**



Fuente: elaboración propia.

Figura 21. **Análisis estadístico de etanol recolectado en cabeza y cola la destilación a diferentes presiones de vacío**



Fuente: elaboración propia.

Tabla XXII. **Análisis de varianza para el efecto de posición y presión de concentración en congénicos del aceite de fusel**

Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	38 639,36	9	4 293,26	101,03	,00
Intersección	71 523,25	1	71 523,25	1683,1	,00
Posicion	24 202,48	1	24 202,48	569,54	,00
Presion	19,79	4	4,95	,116	,97
Posicion*presion	14 417,08	4	3 604,27	84,817	,00
Error	849,89	20	42,49		
Total	111 012,51	30			
Total corregida	39 489,25	29			

R cuadrado = ,978 (R cuadrado corregida = ,969)

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIII. **Análisis de varianza para el efecto de posición y presión de concentración de etanol presente en destilado a diferentes presiones de vacío**

Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	30 397,19	9	3 377,46	137,14	,00
Intersección	41 098,12	1	41 098,12	1 668,85	,00
Posicion	21 663,13	1	21 663,13	879,66	,00
Presion	39,35	4	9,83	,39	,80
Posicion * Presion	8 694,70	4	2 173,67	88,26	,00
Error	492,53	20	24,62		
Total	71 987,84	30			
Total corregida	30 889,72	29			

R cuadrado = ,984 (R cuadrado corregida = ,977)

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIV. **Análisis de fracciones de destilado y concentrado a 800 mbar presión de vacío escala piloto**

Fracciones de cola y cabeza de aceite de fusel (%v/v) a 30 °C				
Posición	alcohol isoamílico	isobutanol	propanol	nbutanol
Cabeza	51,54	1,5	0,8	0,3
Cola	53,1	0,7	0,3	0,2

Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

El principal objetivo de la investigación, se basa en la evaluación de la destilación a diferentes presiones de vacío en un rotaevaporador para la extracción y concentración de alcohol isoamílico, la separación del resto de congenéricos detectados en los aceites de fusel fue realizada por cromatografía de gases. La variación de presión se seleccionó para la destilación en un rango de 16 mbar hasta 240 mbar a una temperatura de 60°C, lo que permitió evaluar la posibilidad de establecer el grado de extracción selectiva en función con las diferentes presiones de vacío seleccionadas.

Si se correlaciona el rendimiento de la distribución por rotaevaporación, a través de la variable respuesta densidad de cabeza y cola en función de las presiones de vacío seleccionadas a 60 °C, la densidad mas alta obtenida de las fracciones muestran la condición de que no se obtuvo etanol o alcohol isoamílico respectivamente, sino que compuestos congenéricos adicionalmente; por lo que las densidades son mayores a los valores teóricos de densidad de sustancias puras como se observa en la figura 16.

Refiriendo a los resultados presentados en la figura 17, el hallazgo experimental logrado es que en las primeras cuatro condiciones de vacío aplicadas al sistema se logra destilar en forma incrementada, aumentando el rendimiento de alcohol isoamílico, pero en la última condición de vacío, la mayor produjo una reducción del destilado y recuperado en la cabeza de destilación.

Estos resultados hacen notar que la condición teórica esperada de que, a mayor vacío se logra un mayor rendimiento en la extracción; no es aplicable a sistemas con polaridad relativa y con capacidad de formar puentes de hidrógeno en vista de una reducción en el rendimiento de extracción de alcohol isoamílico.

Continuando con los resultados obtenidos, es importante enfatizar que lo anterior se atribuye al hecho de que la presión de vapor posee una relación directamente proporcional con las fuerzas de atracción intermoleculares de las sustancias presentes en la mezcla de aceite de fusel. Es así que a mayor vacío, la polaridad de las moléculas congénicas y el factor de atracción por puentes de hidrógenos contribuyen a una reducción en la presión de vapor de cada compuesto; provocando menor volatilización en las mismas.

La porción alifática de etanol -C2- interrumpe menos la asociación molecular de dicho alcohol, que pudiera ser la razón por la cual no se destila éste, sino que se concentra en la cola de destilación; esto es reforzado si observamos la presión de vacío de 175 mbar que recomienda el equipo Buchi para la concentración de etanol.

La evaluación de diferentes volúmenes de destilado y concentrado que se obtienen del aceite de fusel, en función de aplicar diferentes presiones de vacío, demuestra que para la presión de 175 mbar el volumen de destilación posee un rendimiento máximo y con la menor variación en las repeticiones realizadas.

La fracción de destilado y condensado por rotaevaporación, fue analizada mediante cromatografía de gases para establecer la identidad y magnitud relativa de nueve metabolitos, constituyentes de los congénicos del aceite de fusel; incluyendo etanol.

El resultado obtenido, distribuyó la mayor parte de alcohol congenérico en la cabeza del sistema de distribución, utilizada hasta un 94%; mientras que el etanol se detectó presente en la cola del sistema hasta un 81% para la presión de vacío de 175 mbar; lo cual resulta congruente con la recomendación que el equipo Buchi ofrece para la extracción de etanol.

Para los resultados de rendimiento de concentración de etanol destilado a 67 y 175 mbar de presión de vacío, se denota que en ambas condiciones resultan similares pero la desviación estándar a 67 mbar es mayor, por lo que a 175 mbar, el alcohol etílico en su cola se presenta como el resultado más preciso entre el rango de presiones evaluadas.

En relación al rendimiento de alcohol isoamílico obtenido en la cabeza de destilación la presión que presenta el máximo valor fue de 67mbar en promedio ($\sigma \pm 4.23$). Aquí se observa que la presión de vacío que se recomienda por el rotaevaporador para la extracción de alcohol isoamílico era tan solo de 16mbar y la que experimentalmente extrajo la mayor cantidad del mismo fue de 67 mbar; este resultado podría nuevamente relacionar a la interacción de puentes de hidrógeno entre alcohol isoamílico y otros compuestos congenéricos o etanol y que retuvo la destilación más alta hasta 175 mbar.

Al realizar una regresión no lineal de los resultados de rendimiento de alcohol isoamílico, la tendencia de los mismos pueden establecerse mediante un polinomio de orden cuatro.

Existen diferencias significativas en el porcentaje de alcohol isoamílico en cabeza, al evaluar la variación de presiones de vacío en cabeza y cola a partir de cálculos estadísticos, se establece que esta diferencia es causada por la

presión de 240 mbar, que es la que produce el menor porcentaje de alcohol isoamílico respecto a las demás presiones evaluadas, rechazando de ésta manera la hipótesis nula.

Mientras que para la distribución de alcohol isoamílico en la cola la hipótesis nula se rechaza, existen diferencias significativas en el porcentaje de alcohol isoamílico en la cola. Esta diferencia la está causando la presión de 240 mbar, que es la que produce el mayor porcentaje respecto a las demás presiones evaluadas.

CONCLUSIONES

1. Sí, es posible rotavaporar aceite de fusel a una presión de vacío adecuada y 60 °C de temperatura, para la concentración efectiva de etanol y destilados de congénicos de una muestra de aceite de fusel.
2. La presión de vacío de 175 mbar a 60 °C utilizada en la rotavaporación fue la más adecuada para la concentración de etanol en cola y la destilación de congénicos en cabeza.
3. El contenido de alcohol isoamílico presente en la fracción destilada-cabeza- es el más alto obtenido entre los congénicos destilados a 175 mbar y 60 °C.
4. El análisis estadístico ratifica que la presión de vacío más adecuada para la obtención de alcohol isoamílico (%v/v) en aceite de fusel es a 175 mbar a 60 °C.
5. A una presión de 800 mbar de vacío, a escala piloto, la destilación de congénicos y concentrados de etanol no favorece dicha separación.

RECOMENDACIONES

1. Evaluar el contenido de agua, presente en una muestra de aceite de fusel por medio de titulación no acuosa previo a su refinamiento, mediante la utilización del equipo Karl Fischer.
2. Redestilar la cabeza de destilación obtenida a 175 mbar para refinar el alcohol isoamílico.
3. No debe utilizarse una presión de vacío mayor a los 175 mbar para la extracción de alcohol isoamílico, proveniente del aceite de fusel debido a que a mayores presiones no se favorece la separación de los compuestos.
4. Utilizar la redestilación de 175 mbar en el que se obtuvo una mayor concentración de alcohol isoamílico, para realizar el estudio de esterificación con ácidos carboxílicos, seleccionados entre uno y cuatro carbonos.
5. Evaluar la destilación de congénicos del aceite de fusel a una temperatura mayor y menor de la utilizada, con el fin de analizar la variación del sistema en función del cambio de temperatura.

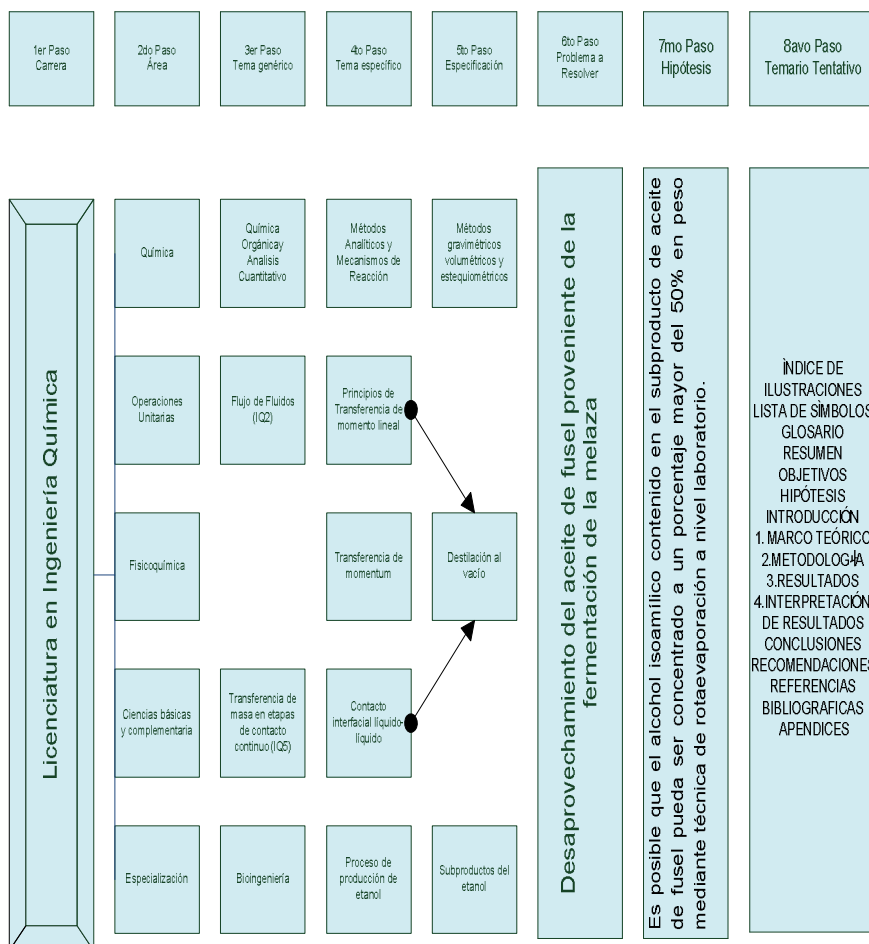
BIBLIOGRAFÍA

1. *Aceite de fusel* [en línea]. Wikipedia.com, 28 Marzo 2010 [ref. de 18 julio 2011]. Disponible en Web:
<http://es.wikipedia.org/wiki/Aceite_de_fusel>.
2. BERNAL, M. *Elementos para la intensificación del proceso de producción de acetato de amilo utilizando tecnología de membranas*. Grupo de Investigación en Aplicación de Nuevas Tecnologías (GIANT) Universidad Nacional de Colombia: 2009. 10 p.
3. BRESTER, R. *Curso práctico de química orgánica*. Madrid: Alambra, 1999. 12 p.
4. CASTILLO, María. *Comparación entre el método actualmente utilizado en industria licorera Quetzalteca S.A. y el método oficial AOAC para la determinación de alcoholes superiores por medio de espectrofotometría en bebidas alcohólicas*. Trabajo de graduación de Ing. de Alimentos, Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2005. 150 p.
5. GARCÍA, M. *Manual de Práctica Química Orgánica II*. México. Universidad Autónoma Metropolitana. 2002.
6. GUILLÉN, Fulvia. *La producción de etanol y aceite de fusel en cultivo continuo con 5 cepas de Saccharomyces cerevisiae*. Trabajo de graduación de Lic. en Química Farmacéutica, Facultad de Ciencias

Químicas y Farmacia, Universidad San Carlos de Guatemala, 1982.
114 p.

7. MCMURRY, Jhon. *Química orgánica*. México: Grupo Editorial Iberoamericano, 1994. 1,197 p. ISBN: 9687270470.
8. RAMÍREZ, Nidia. *Evaluación de los cambios fisicoquímicos en la composición de la melaza almacenada con respecto del tiempo*. Trabajo de graduación de Lic. en Química, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, Universidad San Carlos de Guatemala, 2005. 180 p.
9. SÁNCHEZ, O. Producción biotecnológica de alcohol carburante II: Integración de Procesos. Red de Revistas Científicas de América Latina y el Caribe INTERCIENCIA. Universidad Autónoma del Estado de México. Venezuela, 2005.
10. VOGEL, Arthur. *Elementary practical organic chemistry*. 2^a ed. London: Longmans, 1962. 890 p. ISBN: 8131756882.
11. WINGROVE, Allan. *Química orgánica*. New York: Harper & Row, 1981. 321 p. ISBN: 006163400X.

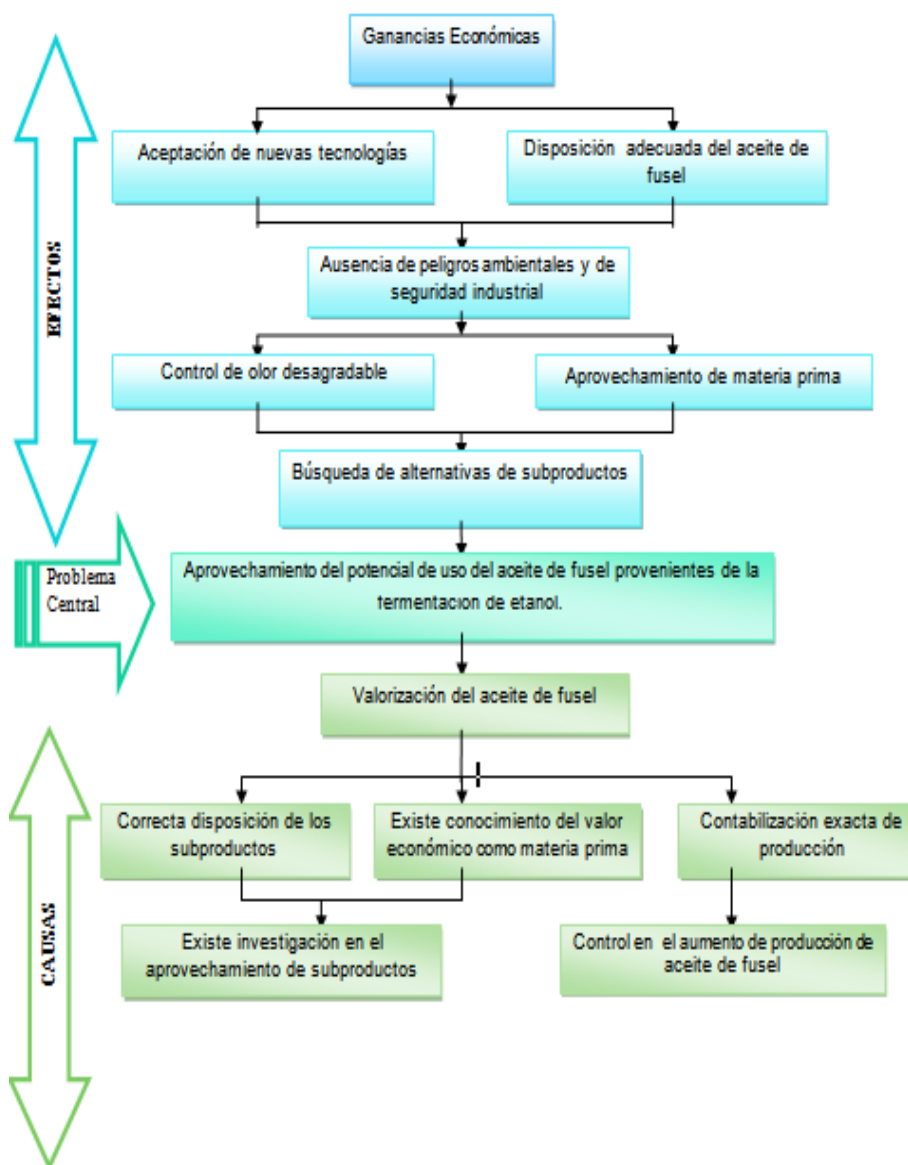
APÉNDICE 1. TABLA DE REQUISITOS ACADÉMICOS



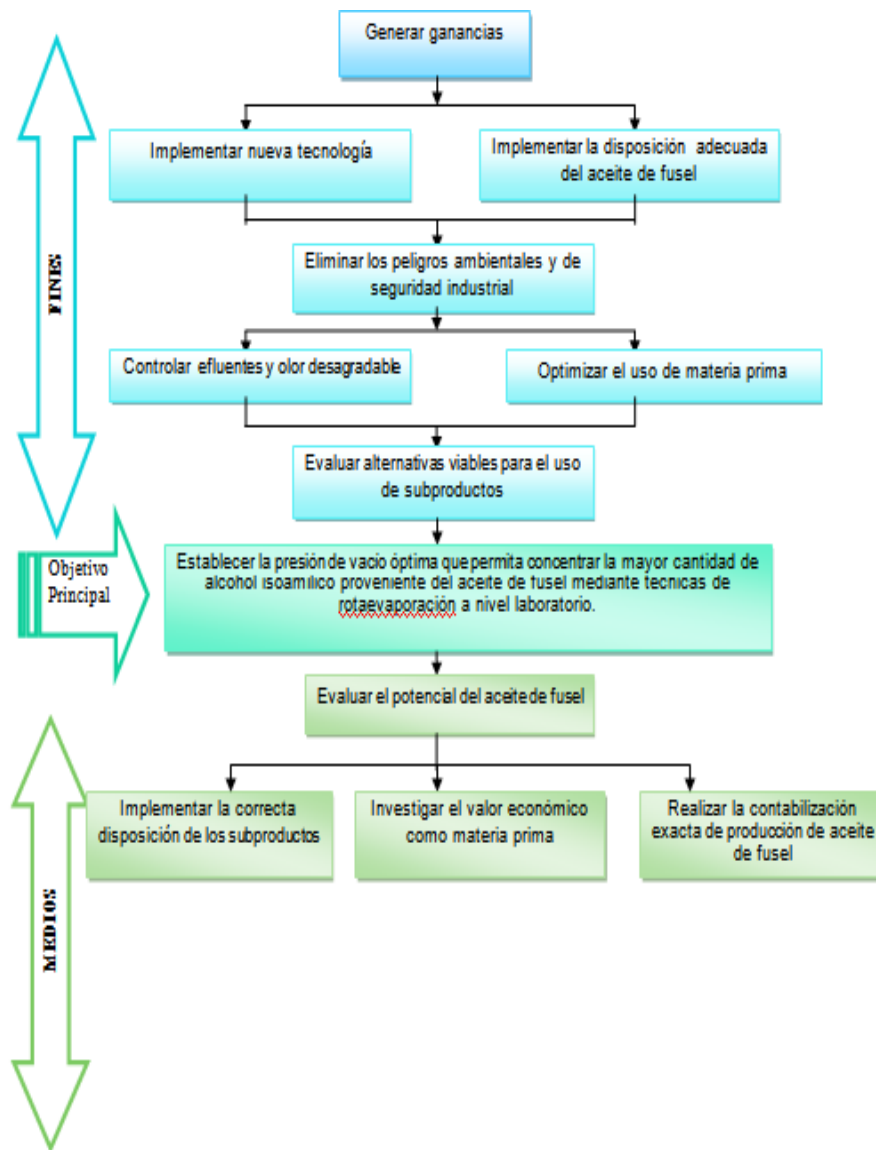
Fuente: elaboración propia.

APÉNDICE 2. ÁRBOL DE PROBLEMAS

- Árbol de objetivos



Continuación apéndice 2



Fuente: elaboración propia.

APÉNDICE 3. DATOS TÉCNICOS DE ROTAEVAPORADOR

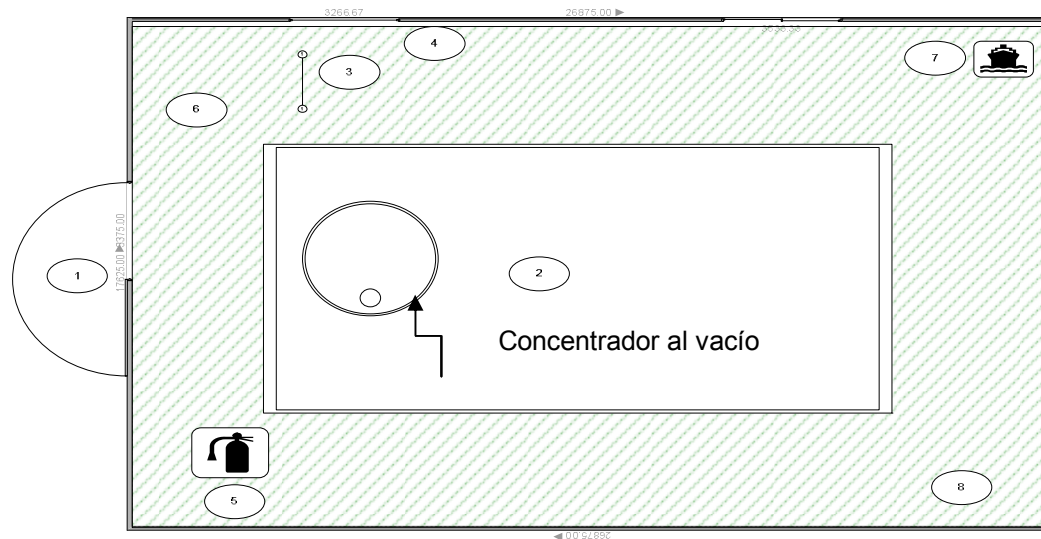
- Rotaevaporador RII

Dimensiones (LxHxD)	550x575x415 mm
Peso	19-21 kg con baño
Voltaje de operación	100-240 V
Frecuencia	50/60 Hz
IP class	21
Consumo de potencia	1360 W con baño
Velocidad de rotación	20-280 rpm
Tamaño del balón	50-4000 ml



Fuente: elaboración propia.

APÉNDICE 4. PLANO DE UBICACIÓN DE LA UNIDAD DE DESTILACIÓN AL VACÍO



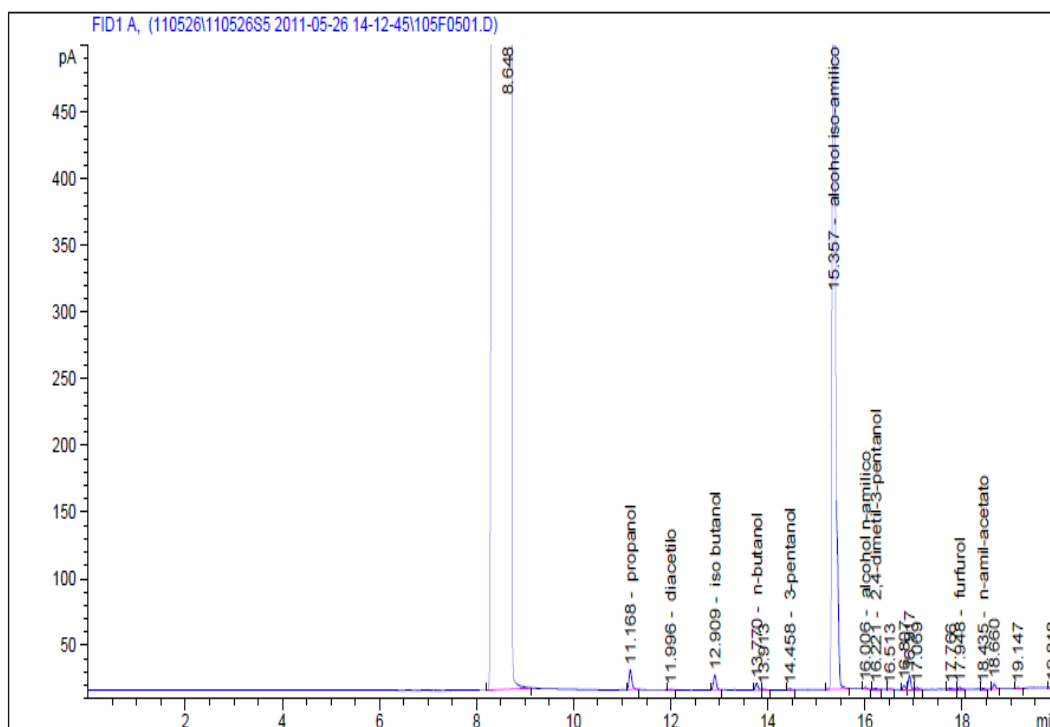
Fuente: elaboración propia.

Recomendaciones para la carga, descarga y destilación al vacío de aceite de fusel en planta piloto (LIEXVE).

- Puerta de ingreso a planta piloto abierta y asegurada.
- Mantener mojado el piso con agua.
- Mantener ventilador operando a capacidad máxima.
- Mantener ventanas abiertas para renovación en la ventilación.

- Utilización de equipo de protección adecuado; bata, mascarilla, guantes y lentes, la unidad debe ser operada por dos o tres personas.
- Colocar el recipiente de aceite de fusel original bien tapado y cercano a la puerta de entrada.
- Disponer de agua corriente para aplicar con manguera (preferible usar Karcher).
- Realizar un lavado posterior de la unidad, utilizando suficiente agua y detergente (líquido o polvo), evitando al inicio que se introduzca en el desagüe de la planta piloto y desviarlo hacia la calle para su posterior evaporación.

APÉNDICE 6. ANÁLISIS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES PARA CABEZA SISTEMA



Fuente: Laboratorio Bio-etanol.

Análisis realizado para la muestra de cabeza de aceite de fusel destilado a una presión de 175 mbar y 60°C.

