

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN MARTIN**

**FACULTAD DE INGENIERIA AGROINDUSTRIAL**



**OBTENCION Y CARACTERIZACION DE FURFURAL A  
PARTIR DE CORONTA DE MAIZ EN LA  
REGION SAN MARTIN**



**T E S I S**

**Para optar el Título de Ingeniero Agroindustrial**

**Presentado por**

**Leslie Cristina Lescano Bocanegra**

**TARAPOTO-PERU**

**1998**

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN MARTIN

FACULTAD DE INGENIERIA AGROINDUSTRIAL

"OBTENCION Y CARACTERIZACION DE FURFURAL A PARTIR DE  
CORONTA DE MAIZ EN LA REGION SAN MARTIN"

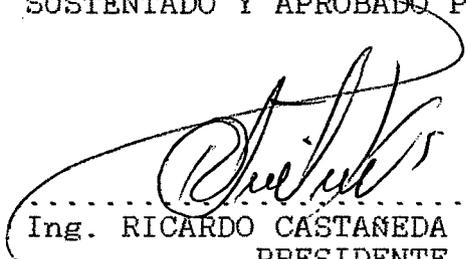
TESIS PRESENTADO POR:

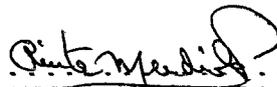
LESLIE CRISTINA LESCANO BOCANEGRA

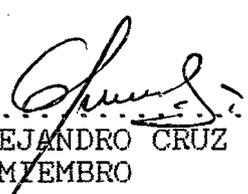
PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE:

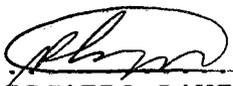
INGENIERO AGROINDUSTRIAL

SUSTENTADO Y APROBADO POR EL SIGUIENTE JURADO:

  
.....  
Ing. RICARDO CASTANEDA CABANILLAS  
PRESIDENTE

  
.....  
Ing. ANITA MENDIOLA CESPEDA  
SECRETARIO

  
.....  
Ing. M.Sc. ALEJANDRO CRUZ RENGIFO  
MIEMBRO

  
.....  
Ing. RICARDO LAYZA CASTANEDA  
ASESOR

**A mis queridos padres:**

**Alfonso é Isolina, quienes con su amor y su dedicación me ayudaron a lograr mi formación personal y profesional.**

**A mi querida tía:**

**María del Pilar, por su cariño comprensión y su constante apoyo incondicional en los momentos difíciles de mi carrera profesional.**

**A mis abuelitos:**

**Odilón, Carlota**

**Mario y Ethel, quienes me brindaron su comprensión, asistencia y estímulo continuo.**

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco a los Docentes de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de Trujillo por su valiosa contribución y por los conocimientos que aportaron a mi persona, de manera especial al Ing. Roberto Martínez, Msc. Mario Alva y al Dr. Humberto Llampén. Igualmente agradezco al Departamento de Ingeniería Química por haberme facilitado el uso de sus laboratorios de Química Orgánica y Química Analítica.

Asimismo expreso mi reconocimiento y especial gratitud al Ing. RICARDO LAIZA CASTAÑEDA por el valioso asesoramiento que hizo posible la culminación del presente trabajo de investigación.

## RESUMEN

El presente trabajo de investigación es un estudio teórico - práctico, orientado a la obtención de furfural partiendo de la coronta de maíz.

Para tal efecto, la coronta fue sometida a una molienda para luego ser impregnada con solución ácida a diferentes concentraciones.

La mezcla fue sometida a una primera destilación por arrastre de vapor recogiendo 695 ml. en un tiempo de 2,20 horas y a una temperatura de 105°C usando como medio de calefacción aceite lubricante quemado.

Neutralizamos el destilado con 24.2 gr. de Carbonato de sodio y se satura con 99.2 gr. de Cloruro de sodio. Se destila nuevamente esta disolución al vacío a una temperatura de 76°C, y a una presión de 68.5 mmHg, recogiendo unos 542 ml. de líquido que se satura con 91.4 gr. de cloruro de sodio y se agota con 215 ml. de éter etílico.

En la tercera destilación se recupera el éter empleado, siendo esta recuperación de 55.81% en volumen, quedando como residuo el furfural, el cual es secado con 1.32 gr. de cloruro de calcio anhidro a presión y temperatura ambiente.

El producto seco tiene una densidad de 1.1597 gr/ml. , índice de refracción de 1.5261, pureza de 99.19% de furfural y en cantidades muy pequeñas de agua, metanol y acetona.

El producto así obtenido es valorado cuantitativamente en el Espectrofotómetro Infrarrojo y Espectrofotómetro Ultravioleta Visible.

## LISTA DE CUADROS

	Pág.
<b>Cuadro N° 1: Solubilidad mutua del Furfural - Agua</b>	7
<b>Cuadro N° 2: Propiedades Físicas del Furfural</b>	8
<b>Cuadro N° 3: Propiedades Termodinámicas</b>	9
<b>Cuadro N° 4: Propiedades del fluido</b>	10
<b>Cuadro N° 5: Propiedades eléctricas</b>	11
<b>Cuadro N° 6: Otras Propiedades</b>	11
<b>Cuadro N° 7: Solubilidad de varias Sustancias en Furfural</b>	12
<b>Cuadro N° 8: Solubilidad de resinas seleccionadas en Furfural</b>	14
<b>Cuadro N° 9: Composición Química típica de la Coronta de Maíz</b>	27
<b>Cuadro N° 10: Materiales Agrícolas con su contenido de Furfural</b>	29
<b>Cuadro N° 11: Composición Química de la Coronta de Maíz</b>	46
<b>Cuadro N° 12: Análisis de Pureza del Acido Clorhídrico</b>	47
<b>Cuadro N° 13: Primera Destilación</b>	48
<b>Cuadro N° 14: Neutralización del Primer Destilado</b>	49
<b>Cuadro N° 15: Saturación del Primer Destilado</b>	50
<b>Cuadro N°16: Segunda Destilación</b>	51
<b>Cuadro N°17: Saturación del segundo Destilado</b>	52
<b>Cuadro N°18: Volumen de Eter utilizado en la Extracción</b>	53
<b>Cuadro N°19: Volumen de Eter recuperado</b>	54
<b>Cuadro N°20: Secado del producto</b>	55
<b>Cuadro N°21: Rendimiento del Furfural</b>	56
<b>Cuadro N°22: Composición Química del producto</b>	57
<b>Cuadro N°23: Propiedades Físicas del Producto Obtenido</b>	58

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura N° 1: Estructura Química del Furfural	5
Figura N° 2: Conversión del Furfural en Nylon 6-6	16
Figura N° 3: Mecanismo de la reacción de deshidratación	30
Figura N° 4: Flujograma del Proceso de Obtención de Furfural	37
Figura N° 5: Variación del peso de NaCl para la saturación del 1er. Destilado	59
Figura N° 6: Variación del peso de NaCl para la saturación del 2do. Destilado	60
Figura N° 7: Variación del rendimiento en función de la Concentración de HCl	61
Figura N° 8: Espectro Infrarrojo	62
Figura N° 9: Espectro Ultravioleta	63

## INDICE

	Pág.
<b>Introducción</b>	<b>1</b>
<b>Objetivos</b>	<b>2</b>
<b>I. Revisión Bibliográfica</b>	<b>3</b>
1.1. Historia y Desarrollo de la Industria del Furfural	3
1.2. Estructura y Propiedades del Furfural	5
1.2.1. Estructura química del Furfural	5
1.2.1. Propiedades físicas	6
1.2.3. Propiedades Químicas	8
1.2.4. Propiedades Termodinámicas	9
1.2.5. Propiedades del Fluido	10
1.2.6. Propiedades Eléctricas	11
1.2.7. Otras Propiedades	11
1.2.8. Estabilidad del Furfural	12
1.2.9. Solubilidad de varias sustancias en furfural	12
1.2.10. Solubilidad de resinas seleccionadas en furfural	14
1.3. Usos del Furfural	15
1.3.1. Intermedio Químico	15
1.3.2. Disolvente Selectivo	17
1.3.3. Formador de resinas	17
1.3.4. Agente Decolorante de la Colofonia	18
1.3.5. Fabricación de Butadieno	18
1.3.6. Marcador de Kerosene	18
1.3.7. Otros Usos	19
1.4. Naturaleza y Aspectos generales de la Coronta de Maíz	20
1.4.1. Taxonomía	20
1.4.2. Variedades	20
1.4.3. Composición Química	22
1.4.4. Usos Industriales	23
1.5. Obtención de Furfural	28
1.6. Procesos para Manufactura Industrial	30

<b>1.7. Etapas del Proceso de Obtención de Furfural</b>	<b>31</b>
1.7.1. Impregnación	31
1.7.2. Primera Destilación	31
1.7.3. Neutralización	31
1.7.4. Primera saturación	32
1.7.5. Segunda Destilación	32
1.7.6. Segunda Saturación	32
1.7.7. Extracción	32
1.7.8. Tercera Destilación	33
1.7.9. Secado	33
<b>II. Materiales y Métodos:</b>	<b>34</b>
<b>2.1. Materiales y Métodos</b>	<b>34</b>
2.1.1. Materiales	34
2.1.2. Equipos	36
2.1.3. Métodos de Control	36
<b>2.2. Análisis de la Coronta de Maíz</b>	<b>36</b>
2.2.1. Humedad	36
2.2.2. Cenizas	36
2.2.3. Pentosanas	36
<b>2.3. Análisis del Agente de reacción</b>	<b>38</b>
2.3.1. Análisis del Acido Clorhídrico	38
<b>2.4. Obtención de furfural a nivel de laboratorio</b>	<b>38</b>
2.4.1. Impregnación	38
2.4.2. Primera Destilación	38
2.4.3. Neutralización	39
2.4.4. Primera saturación	39
2.4.5. Segunda destilación	39
2.4.6. Segunda saturación	39
2.4.7. Extracción	39
2.4.8. Tercera Destilación	40
2.4.9. Secado	40

2.5. Obtención del Furfural a nivel de laboratorio	40
2.5.1. Análisis Cuantitativo	40
2.5.1.1. Determinación de Aldehídos	40
2.5.1.2. Determinación de Acido Acético	40
2.5.1.3. Determinación de agua	40
2.5.1.4. Determinación de alcoholes	41
2.5.1.5. Determinación de acetona	41
2.5.2. Identificación del producto	41
2.5.2.1. Prueba por condensación con anilina	41
2.5.2.2. Determinación del Índice de Refracción	41
2.5.2.3. Determinación de la densidad	41
2.5.2.4. Determinación de la estructura del producto usando Espectroscopía Infrarroja	42
2.5.2.5. Determinación de la estructura del producto usando la Espectroscopía Ultravioleta Visible	42
<b>III. Resultados</b>	<b>43</b>
3.1. Análisis de la Coronta de Maíz	43
3.2. Análisis del Agente de reacción	43
3.3. Primera Destilación	43
3.4. Neutralización	43
3.5. Saturación	43
3.6. Segunda Destilación	44
3.7. Segunda Saturación	44
3.8. Extracción	44
3.9. Tercera destilación	44
3.10. Secado	44
3.11. Análisis Cuantitativo del producto Final	45
3.12. Identificación del Producto	45
3.12.1. Prueba por condensación con Anilina	45
3.12.2. Características del producto	45
3.12.3. Espectro infrarrojo	45
3.12.4. Espectro ultravioleta	45

<b>IV. Discusión</b>	<b>64</b>
4.1. Análisis de la Coronta de Maíz	64
4.2. Análisis del Agente de reacción	64
4.3. Primer Destilación	64
4.4. Neutralización	64
4.5. Primera Saturación	65
4.6. Segunda Destilación	65
4.7. Segunda Saturación	65
4.8. Extracción	66
4.9. Tercer Destilado	66
4.10. Secado	66
4.11. Análisis Cuantitativo del Producto	66
4.12. Identificación del Producto	67
4.12.1. Prueba por condensación con anilina	67
4.12.2. Características del producto	67
4.12.3. Espectro Infrarrojo	67
4.12.4. Espectro ultravioleta	68
<b>V. Conclusiones</b>	<b>69</b>
<b>VI. Recomendaciones</b>	<b>70</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>71</b>
<b>Anexos</b>	

## INTRODUCCION

El furfural es un producto que se obtiene principalmente de los desechos agrícolas tales como cáscaras de avena, cáscara de arroz, bagazo, corontas de maíz, etc., Sin embargo su obtención a partir de estos subproductos no es aún una realidad industrial a nivel nacional. Estudios intensivos de las posibilidades tanto químicas como comerciales de la producción del furfural a partir de coronta de maíz han sido llevadas a cabo por The Quaker Oats Company, la cual ha sido su primera productora en los Estados Unidos por más de 70 años, los que han determinado su gran valor como materia prima en la referida industria.

En nuestra época la Química Sintética, atraviesa un período de desarrollo continuo, que se manifiesta por el descubrimiento de nuevas sustancias, así como la síntesis de productos conocidos mediante nuevos métodos o a partir de materias aún no utilizadas.

El afán de los hombres de ciencia de encontrar cada vez una mayor y mejor aplicación de los desechos industriales nos está demostrando que cada día la industria descansa en los subproductos.

No dudemos que en un futuro no muy lejano, ésta industria tan llamada a prosperar en nuestra patria por éstas circunstancias, se convierta en realidad, mucho más si se tiene en cuenta que el Perú conocido como productor de maíz, cuenta con grandes cantidades de materia prima.

El Furfural tiene fundamental importancia por ser un compuesto biológicamente activo, se convierte en un compuesto de gran reactividad por diferentes vías, esta versatilidad en sus reacciones lo hace acreedor de múltiples aplicaciones en diferentes campos del que hacer cotidiano del hombre.

Sin embargo la necesidad de furfural aumenta extraordinariamente, porque se emplea en gran cantidad para la extracción del butadieno a partir de ciertas fracciones de petróleo, y como consecuencia es necesario emplear otras materias primas, existiendo en la actualidad un gran interés en emplear la coronta de maíz, a la cual no se le da uso industrial adecuado.

El empleo de esta materia prima constituye además un gran estímulo para los sembradores de maíz, en la medida que el uso complementario de los residuos se utilicen en la producción de furfural, aumentando su rendimiento económico.

Por otro lado muy bien sabemos que la industria de los plásticos atraviesa por el período mas floreciente de su evolución y si también conocemos que la mayor aplicación que tiene el furfural, es precisamente en la industria de los plásticos, fácil es imaginarnos que de convertirse en realidad el presente proyecto nuestro Perú estaría llamado a ocupar un puesto de vanguardia en ésta industria, que aún se muestra en estado incipiente.

Siendo la coronta de maiz un deshecho que no se le dá un uso industrial adecuado, es que el presente trabajo de investigación de carácter experimental a nivel de laboratorio, propone demostrar que es posible obtener furfural a partir de estos residuos, justificando el objetivo de nuestra investigación.

Los objetivos que persigue el presente trabajo de investigación fueron los siguientes:

- Obtención de Furfural a partir de coronta de maiz.
- Caracterización de la Materia Prima y del Producto Obtenido.
- Establecer la relación óptima reactante/materia prima.
- Determinar el tiempo óptimo de reacción.
- Optimizar el rendimiento de reacción.

## I. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

### 1.1. HISTORIA Y DESARROLLO DE LA INDUSTRIA DEL FURFURAL

El descubrimiento del furfural se le atribuye a Dobereiner, que fué el primero en presentar su trabajo en 1832. Durante los 90 años siguientes se llevaron a cabo cerca de 2,000 investigaciones sobre éste compuesto. Brownlee en 1920 descubrió furfural en los vapores del digestor cuando ensayaba un experimento dirigido a la producción de azúcar de la madera o cáscara de avena por hidrólisis ácida. En la primavera de 1921 preparó él mismo la primera muestra de furfural en el laboratorio de la Quaker Oats Company, partiendo de la cáscara de avena. El primer cilindro de furfural fue producido por la Quaker Oats Company en febrero de 1922 y su primer uso comercial importante lo hizo la Stokes y Smith Company (ahora Borden Company) para la producción de resinas fenólicas. Nuevos usos se le encontraron posteriormente, las cantidades de furfural para el programa de caucho sintético durante la Segunda Guerra mundial, adheridas a otras demandas en tiempo de guerra, produjeron un considerable aumento en la capacidad de su producción. (Klages, 1978).

Los laboratorios que trabajaron sobre compuestos furánicos han continuado en forma acelerada y actualmente existen unos 5 mil artículos científicos publicados al respecto, así como unas 3,200 patentes sobre los referidos compuestos furánicos y sus diversas aplicaciones. Aproximadamente una sexta parte de éstas patentes tratan sobre resinas. (Klages 1978)

Pese a que muy pocos de los innumerables derivados del furfural encontraron inmediata aplicación comercial, su preparación ha servido para demostrar su importancia como reactivo químico, catalizador interesante, capaz de producir otras reacciones y desarrollar nuevos é importantes usos. (Klages, 1978)

Su gran interés comercial inicialmente fue al ser usado como formador de resinas al combinarse con el fenol. Después de 25 años de su descubrimiento, el furfural fue tomado como un compuesto orgánico por sus extraordinarios é interesantes propiedades. (Klages, 1978)

Mientras muchos problemas en su producción y uso han sido resueltos, hay otros que están recibiendo bastante atención en busca de su solución. Muchas investigaciones están llevándose a cabo en pos de un mejoramiento de los métodos de colección de materia prima, como son desarrollo de carros especiales para un mejor embarco, métodos para incrementar la producción total de la planta, nuevos métodos para la producción de derivados y subproductos del furfural, y tratando de encontrarle nuevos usos. (Klages, 1978)

El aumento de precio de los combustibles fósiles en 1973 dio lugar a que se realizase una revisión en los consumos energéticos y que se prestase una mayor atención a los productos químicos. La posición del furfural en el mercado mundial a partir de este momento cambió rotundamente y en la actualidad resulta evidente la necesidad de un aprovechamiento integral de las materias primas con el fin de obtener una serie de productos químicos que sean económicamente competitivos en el mercado. (Klages, 1978)

En la actualidad las condiciones para el aprovechamiento de los residuos agrícolas ha mejorado notablemente. Los mayores conocimientos en reacciones de síntesis permiten la obtención de un mayor número de productos químicos con rendimientos más elevados..(Klages, 1978)

En la década de los años treinta, el furfural comenzó a utilizarse como disolvente selectivo o como agente de refino de aceites lubricantes (desarrollados por la Hercules Powder Company).

Durante la Segunda Guerra Mundial la producción de furfural aumentó espectacularmente como consecuencia de la elevada demanda de plásticos, para lo cual se requería 1,3-butadieno de elevada pureza. A partir de este momento se comenzó a utilizar el furfural para la separación de hidrocarburos  $C_4$  y  $C_5$  mediante destilación extractiva. (Klages, 1978)

A finales de los años cuarenta se abre un nuevo campo en la comercialización del furfural: la obtención de nylon a través del adiponitrilo. El proceso se inicia en 1949 transformándose el furfural en furano, tetrahydrofurano y adiponitrilo. Con esta finalidad se establece una factoría en Niágara Falls, new York, en 1949. En este mismo año la producción norteamericana asciende a 68,000 t/año t el 60 por 100 del furfural obtenido se utiliza como intermedio químico. (Klages, 1978)

Sin embargo, a principios de los años sesenta, el furfural es desplazado por el butadieno, más barato, como materia prima para la obtención del nylon, y la planta de Niágara Falls, la más importante en los Estados Unidos, cierra en el año 1969. Es en este momento cuando el mercado del furfural se orienta hacia productos que no podían ser sintetizados a partir del butadieno. Las resinas alcohol-furfurílicas se convirtieron en los productos derivados de mayor importancia comercial. (Klagcs, 1978)

## 1.2. ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DEL FURFURAL.

### 1.2.1. ESTRUCTURA QUIMICA DEL FURFURAL

El furfural es el más importante de los compuestos que contienen el anillo furánico, el cual es un sistema heterocíclico de cinco miembros, caracterizado por un átomo de oxígeno. Es un aldehído con el grupo  $-CHO$  (formilo) en la posición 2 (o  $\alpha$ ), y se obtiene en gran escala partiendo de olotes de maíz, cáscaras de avena, cáscaras de la semilla de algodón y otros residuos agrícolas que contienen pentosanas. (Klages, 1978)

El furfural se puede representar por la estructura según la figura N° 1. (Klages, 1978)

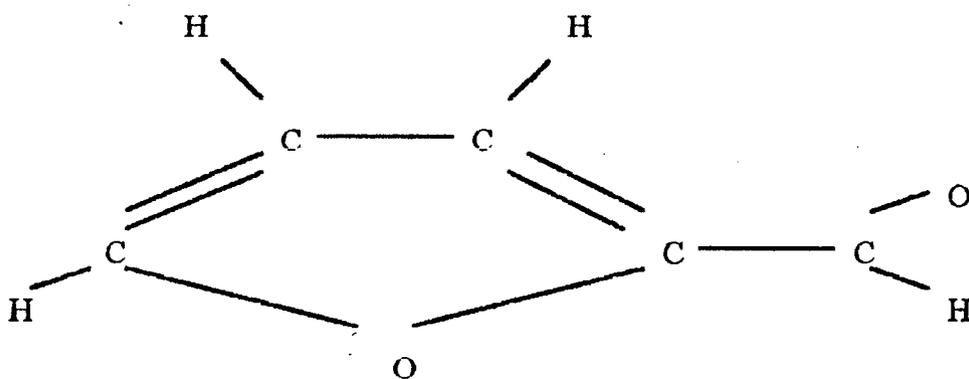


Fig. N° 1: Estructura Química del Furfural

El anillo furánico, de acuerdo a la regla de Huckel, constituye un sistema aromático, en el cual el átomo de oxígeno anular contribuye con un par de electrones al sistema  $\pi$  deslocalizado.

El furfural es por lo tanto un aldehído aromático, por lo que su comportamiento químico es muy similar al benzaldehído.

Al furfural se le conoce con los siguientes nombres:

- Furaldehído
- Fural
- Furfuraldehído
- 2-Furano carboxaldchído
- Aldehído furóico
- 2-formil furano (Klages, 1978)

### 1.2.2. PROPIEDADES FISICAS:

El furfural (2-furaldehído, fural, furfurol, 2-furancarboxaldehído)  $C_4H_3O-CHO$ , es un líquido, fácilmente destilable, con un olor parecido a almendra, incoloro cuando es puro, el furfural industrial tiene un color que varía entre claro y pardo. (Rudolph, 1976)

#### A) Solubilidad.-

Es más denso que el agua y poco soluble en ella, siendo sin embargo soluble en solventes de menor polaridad, tales como etanol, éter etílico, acetona, benceno y cloroformo. En el cuadro N° 1, se muestra la solubilidad del furfural-agua a diversas temperaturas. (Rudolph, 1976)

#### B) Coloración.-

Es un líquido transparente, incoloro recién destilado algo parecido al benzaldehído.

#### C) Olor.-

A esencia de canela y de almendras amargas. (Rudolph, 1976)

En el cuadro N° 1, se muestra la gráfica de solubilidad del furfural en agua, así como la curva de puntos de ebullición y de condensación. (Rudolph, 1976)

**Cuadro Nro. 1:** SOLUBILIDAD MUTUA DEL FURFURAL - AGUA

TEMPERATUR °C	FURFURAL % PESO	
	CAPA DE AGUA	CAPA DE FURFURAL
10	7,9	96,1
20	8,3	95,2
30	8,8	94,2
40	9,5	93,3
50	10,4	92,4
60	11,7	91,4
70	13,2	90,3
80	14,0	88,7
90	16,6	86,5
97.9	18,4	84,1

**Fuente:** Kirk, R. y Othmer, D., 1961

En el cuadro N° 2, se presentan las propiedades físicas del furfural.

**Cuadro Nro. 2: PROPIEDADES FISICAS DEL FURFURAL**

Propiedades		Parámetros	
Peso molecular		96.09	
Pto. De ebullición (a 1 atm.)		(323.06°F)	161.7°C
Pto. De fusión		- 36.5°C	
Indice de Refracción a 20°C (68°F)		1.5261	
Indice de refracción a 25°C (77°F)		1.5235	
Densidad a 20°C (68°F)		1.1598 g/ml	
Densidad a 25°C (77°F)		1.1545 g/ml	
Ctc. Dieléctrica a 25°C (77°F)		38.0	
Calor de Combustión		560.3	Kcal/mol
Coeficiente de dilatación		0.0011 /°C	
Temperatura de inflamación		315 - 357 °C	
Temperatura °C	39.9      92.3	120.3	131.6
Presión de vapor (mmHg)	8.0      69.0	214.3	310.0
	140.2      154.4	159.0	160.9
	411.0      625.0	707.0	744.0

Fuente: Klages F., 1978

**1.2.3. PROPIEDADES QUIMICAS:**

Las reacciones químicas del furfural son las que corresponden tanto al grupo aldehído como el núcleo furánico.

- Por oxidación se convierte en ácido furóico.
- Se reduce al alcohol furfurílico.
- Se convierte en furano, haciendo pasar vapores de agua sobre catalizadores (cal) o en presencia del paladio por calentamiento en fase líquida, o por descarboxilación del ácido furóico.
- Da por reacción de Cannizzaro en presencia de álcalis fuertes Na OII acuoso, alcohol furfurílico y ácido furoico.
- Con cianuro potásico etanólico se forma furoína (condensación benzóica) y ésta por oxidación produce furilo.
- Reacciona con anilina formando un anillo, puede dar las reacciones de Perkin y Claisen, y se oxida con facilidad al ácido correspondiente con óxido de plata.

- Con clorato sódico se oxida a ácido fumárico.
- Se condensa con dimetil amina en presencia de cloruro de zinc, formando verde de furfural diluido (análogo al verde de malaquita).
- Una reacción característica del furfural es el color rojo, que produce con anilina y ácido clorhídrico, también produce color verde con una astilla de pino humedecida con ácido clorhídrico.
- El núcleo es susceptible de oxidación espontánea por el oxígeno atmosférico, la cual da productos ácidos, pero puede ser inhibido por la adición de cantidades catalíticas de sustancias básicas, como aminas terciarias.
- La oxidación catalítica del furfural en fase de vapor, dá ácido maléico.
- El núcleo es menos susceptible a la fusión hidrolítica que los alquifuranos, debido al carácter negativo del grupo aldehído. Incluso a temperatura elevadas es necesario exponerlo en forma prolongada para producir una destrucción importante del furfural por ácidos diluidos.
- Como otros aldehídos, el furfural se condensa con compuestos que tienen el grupo metileno activo, como los ésteres y los anhídridos carboxílicos alifáticos, las cetonas, los aldehídos, los nitritos, las nitroparafinas y con los fenoles para formar resinas.
- El núcleo en el furfural tiene un carácter menos diénico que el furano. Sin embargo, a temperaturas elevadas, se añade dos moléculas de butadieno a una de furfural, reacción del tipo Diels Alder, en que el aldehído desempeña el papel dienófilo. (Nelson, 1984)

#### 1.2.4. PROPIEDADES TERMODINAMICAS:

Cuadro Nro. 3: Propiedades Termodinámicas

Calor de vaporización (160°C, Kcal/g-mol)	9.22
Calor específico (cal/g/deg.)	
14 a 80°C (57.2-176°F)	0.401
20 a 100°C (68-212°F)	0.416

<b>Conductividad térmica</b>		
BTU/h.pie <sup>2</sup> a 100°F		0.1525
cal/seg.cm <sup>2</sup> a 38°C		6.3 x 10 <sup>-3</sup>
<b>Calor de combustión (líq. 298.2°K)</b>		
Kcal/mol		- 560.3

**Fuente:** Dunlop, 1987

### 1.2.5. PROPIEDADES DEL FLUIDO:

**Cuadro Nro. 4: Propiedades del Fluido**

<b>Viscosidad, cps.</b>		
a 0°C (32°F)		2.48
25°C (77°F)		1.49
38°C (100.4°F)		1.35
54°F (129.2°F)		1.09
99°C (210.2°F)		0.68
<b>Tensión superficial, dinas/cm.</b>		
a 0°C (32°F)		43.5
29.9°C (85.9°F)		40.7
30.0°C (86°F)		41.1
<b>Coefficiente de difusión de vapor, cm<sup>2</sup>/seg.</b>		
a 17°C (62.6°F)		0.076
25°C (77°F)		0.087
50°C (122°F)		0.107

**Fuente:** Dunlop, 1987

### 1.2.6. PROPIEDADES ELECTRICAS:

Cuadro Nro. 5: Propiedades Eléctricas

Constante dieléctrica		
a	1°C (33.8°F)	46.9
	20°C (68°F)	41.9
	25°C (77°F)	38
	50°C (122°F)	34.9
Conductividad específica		
	mínimo	$0.26 \times 10^{-5}$
	máximo	$0.37 \times 10^{-5}$

Fuente: Dunlop, 1987

### 1.2.7. OTRAS PROPIEDADES:

Cuadro Nro. 6: Otras Propiedades

Presión crítica (psia), (Kg/cm <sup>2</sup> )	798,56.1
Temperatura crítica, °C	397 (746.6°F)
Volumen molar, 25°C, ml/mol	83.19
Molecular association	1.11
Solubilidad en	
agua (% agua a 20°C)	8.3
alcohol	$\infty$
éter	$\infty$

Fuente: Dunlop, 1987

### 1.2.8. ESTABILIDAD DEL FURFURAL:

En contacto con el aire y por acción de la luz, aumenta la acidez y la formación de polímeros, tomando enseguida color amarillo hasta pardo y finalmente se transforma en una masa oleosa; pudiéndose evitar esta autoxidación guardándolo en una atmósfera libre de oxígeno, o mediante agregado de sustancias antioxidantes.

El furfural, es muy estable al calor en ausencia de oxígeno. A 230°C, necesita una exposición de muchas horas para producir cambios perceptibles en las propiedades físicas del furfural con excepción del color. (Klages, 1978, Connat & Blatt, 1987)

### 1.2.9. SOLUBILIDAD DE VARIAS SUSTANCIAS EN FURFURAL.

**Cuadro Nro. 7: Solubilidad de Sustancias en Furfural**

Acetona	S
Acidos:	
Acético	S
Benzoico	14.8
Butírico	S
Cinámico	4.1
Cítrico	3.6
Fórmico	S
Láctico	S
Maleico	R
Oleico (U.S.P.)	S
Oxálico	4.8
Oxálico (anhydrous)	3.6
Palmítico (technical)	1.6
Ftálico	17.6
Propiónico (técnico)	S
Salicílico	11
Estearico (U.S.P.)	2.1
Succínico	3.0

Tartárico	10.9
Abietic (technical)	9.4
Naphthenic acids (practical)	S
Sebacic (m.p., 132 - 133°C)	0.8
Alcohol:	
Amílico	M
n-butílico	S
etilenglicol	S
glicerol	2.1 - 2.8
isobutílico	S
n-octílico	S
Acetato amílico	M
Benceno	S
Acetato butílico	M
Tetracloruro de carbono	S
Aceite de ricino	M
Cloroformo	S
Dietilenglicol monobutil éter	M
Dietilenglicol monoetil éter	M
Dietilftalato	M
Acetato de etilo	S
Etilenglicol monobutil éter	M
Etilenglicol monoetil éter	M
Tricloruro férrico	0.55
Tricloruro férrico hexahidratado	20.0
Acido cianhídrico	M
Aceite de linaza	M
Nitrobenzeno	M
Nitrotoluceno	M
Paraldehido	M
Piridina	M

Tolueno	S
Cloruro de cinc	20.6

S = Infinitamente soluble

M = Miscible en igual volumen a temperatura ambiente

R = Reacción (6)

Fuente: Terence Owen, 1988

### 1.2.10. SOLUBILIDAD DE RESINAS SELECCIONADAS EN FURFURAL

(A 23°C (73.4°F))

Cuadro Nro. 8: Solubilidad de resinas en Furfural

RESINA	FABRICANTE	ACCION DEL SOLVENTE
Nitrocelulosa	Hercules RS ½ sec.	VS
Etilcelulosa	Hercules N-50	VS
Cellulose acetate		
butyrate	Eastman	VS
Polyvivil	Union Carbide	
butyral	“Bakelita”	S:VSH
Vinyl acetate	Union Carbide	
	“Bakelita”	SH(B)
Vynil acctate	Union Carbide	
Chloride	“Bakelita”	SH(B)
PVC	Uniroyal “Marvinol”	
	VR-10	I
PVC	Goodrich, “Geon”	
	222	SII
Nylon	Du pont “Zitel”31	I (B)
Nylon	Du pont “Elvarnide”	I (B)
Polietileno	Du pont “Alathon”	I (B)

- S = Soluble de 1 a 10 gr/100 gr. de solvente  
VS = Soluble de 10 a más por 100 gr. de solvente.  
H = Temperatura, 70-75°C, tiempo 1 hora.  
B = Cloudy (no tan preciso)  
1 = Menos que 1 gr. por 100 gr. de solvente. (6)

Fuente: Terence Owen, 1988

### 1.3. USOS DEL FURFURAL.-

El furfural como insumo es usado para la elaboración de productos de gran importancia industrial, tales como:

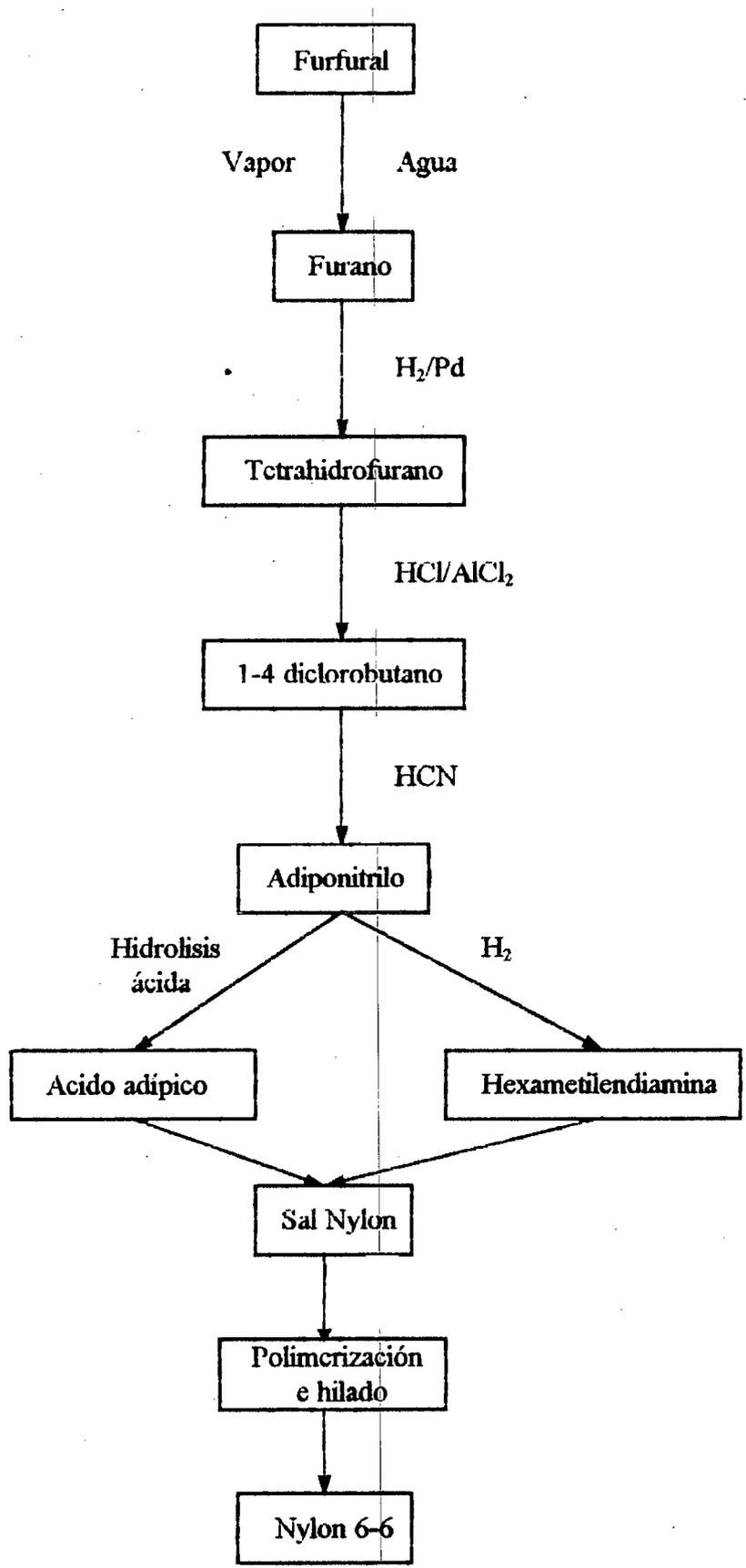
#### 1.3.1. Intermedio Químico:

El uso comercial más reciente e importante del furfural es como compuesto químico intermedio.

La producción del nylon implica la conversión del furfural en furano y después en tetrahydrofurano, que se somete a condiciones que provoquen la apertura del anillo para producir 1,4-diclorobutano. Este es convertido por el cianuro de sodio en adiponitrilo,  $\text{CN}(\text{CH}_2)_4\text{CN}$  que es hidrogenado y convertido en hexametilendiamina,  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_6\text{NH}_2$ . La hidrogenación del furfural a alta presión en fase líquida usando un catalizador de óxido de cobre y óxido de cromo da alcohol furfurílico, que a su vez puede ser hidrogenado y convertido en el alcohol saturado.

Puede producirse muchos otros compuestos de importancia industrial o potencial partiendo del furfural, como la L-lisina, el pirrol, la piperidina, el metilfurano, el metiltetrahydrofurano, el dihidropirano, el ácido levulínico, el 1,5-pentanidol (glicolpentametileno), el piperileno (1,3-pentadieno), el oleato de tetrahydrofurfúrico), la piridina, el ácido furoico y la hidrofuramida. (Griffin, 1970)

En el Figura N° 2 se muestra la conversión de furfural a nylon 6-6.



**Figura Nro 2:** CONVERSION DEL FURFURAL EN NYLON 6-6

### **1.3.2. Disolvente Selectivo en la refinación de Aceites Lubricantes:**

En la refinación de aceites lubricantes con disolventes para aumentar la estabilidad en las condiciones de trabajo y mejorar la relación viscosidad-temperatura, el furfural es uno de los disolventes más empleados. Se tratan con él, los combustibles Diesel y los aceites lubricantes densos de una viscosidad superior a 20 Segundos Saybolt Universal a 99°C. La producción de aceite extraído de cada fábrica varía entre 60,000 y 100,000 barriles por día y los materiales tratados son residuos y destilados nafténicos y parafínicos. (Griffin, 1970)

En el procedimiento de refinación con furfural se somete a extracción la materia prima con furfural a temperaturas hasta 450°C, para obtener un aceite refinado y un extracto; los componentes aromáticos y olefínicos indeseables del aceite son disueltos selectivamente por el furfural y separados de los componentes parafínicos y nafténicos útiles.

El aceite entra cerca del fondo de una columna de extracción en contra corriente y el furfural se aplica en un punto próximo al extremo superior de la columna. (Griffin, 1970)

El extracto se saca por el fondo de la columna con casi todo el furfural. Las pérdidas del furfural como disolvente son generalmente de 0.02% o menos por ciclo. (Griffin, 1970)

### **1.3.3. Formador de Resinas:**

El furfural y el fenol reaccionan fácilmente para formar resinas solubles y fusibles, que pueden convertirse en infusibles por el calor en presencia de un catalizador como la hexametilenotetramina. Los productos de condensación fenol-furfural se caracterizan por su prolongada capacidad de fluencia y su rápida cura, es útil para la formación de piezas grandes o piezas de molde complicadas. Las resinas de fenol-furfural son también útiles en forma de barnices y como aglomerantes de resinas. (Griffin, 1970).

#### 1.3.4. Agente Decolorante de la Colofonia:

El furfural elimina los cuerpos colorantes de la colofonia impura y produce un artículo de color claro que puede competir con la colofonia de trementina en la industria jabonera, en la industria papelera y en la fabricación con barnices. Después de separar por destilación fraccionada con vapor, la mayor parte de los compuestos que producen el color rojo rubí, característico de la colofonia impura, los otros cuerpos colorantes que reaccionan con un álcali para dar productos rojos se extraen con furfural de una solución de la colofonia impura en gasolina caliente. Puesto que la gasolina y el furfural son casi completamente inmiscibles a temperaturas bajas, una solución furfural-gasolina-colofonia se separa en dos capas al enfriarse. Por evaporación de la capa de gasolina se obtiene una colofonia de color claro y el furfural se recupera por destilación de la otra capa. (Griffin, 1970)

#### 1.3.5. Fabricación de Butadieno:

El butadieno es uno de los principales componentes del caucho sintético GR-S para usos generales. El furfural, aunque no está presente en el caucho GR-S terminado, se usa para la destilación extractiva en uno de los principales procesos para la fabricación de butadieno del petroleo. Las pérdidas del furfural son muy pequeñas (0.01 - 0.02%), de la cantidad en circulación. Los hidrocarburos con cuatro átomos de carbono, como el n-butano, el iso-butano, el 1-buteno, el 2-buteno; tienen puntos de ebullición análogos, pero características de solubilidad muy diferentes. Cuando la destilación de las mezclas se realiza en presencia del furfural, se altera suficientemente la volatilidad relativa de los diversos hidrocarburos C<sub>4</sub> para que su separación resulte fácil. (Rafols, 1985)

#### 1.3.6. Marcador de Kerosene:

El principal uso que tiene el furfural en el Perú es con la finalidad de ejercer control en la comercialización del kerosene doméstico; se le utiliza como marcador del

kerosene para evitar adulteraciones del Diesel N° 2 o venderlo como kerosene industrial.

Para tal efecto, se adiciona una cantidad determinada de furfural a toda la producción nacional de kerosene doméstico, de tal forma que es posible detectarlo posteriormente. El proceso de detección es el siguiente: Se agrega una solución acética de anilina tridestilada que se obtiene con ácido acético, agua destilada y anilina bidestilada. Si se forma una coloración rojo grosella en el fondo indica la presencia del furfural. (Rafols, 1985)

### 1.3.7. Otros usos:

Se emplea en la avicultura, como insecticida y germicida en forma de pomadas o disoluciones.

Se usa en la industria farmacéutica, en donde se fabrican medicamentos de una amplia gama de usos como el furodone, la furantroína, furaxolina, etc.

Se emplea también en las purificaciones de resinas de madera, aceites de petróleo y aceites vegetales; en la fabricación de algunos plásticos fenólicos. En la segunda guerra mundial se empleó en la elaboración de caucho sintético, sobre todo en la purificación del butadieno.

Otro uso del furfural, es como agente de flotación; así, vemos que resulta comercial el proceso de extracción líquido-líquido del  $ZnCl_2$  a partir del  $SO_4$ , por el furfural.

También se usa el furfural en la fabricación de betunes para calzado, quitapinturas, barnices, fungicidas, bactericidas, ahuyentadores de insectos, curtidos, colas, etc.

Se puede decir que gracias a la abundancia de materias primas en algunos países, caso de los Estados Unidos, la química del furano habrá alcanzado un desarrollo comparable con la química del benceno. (Rudolph, 1970)

## **1.4.NATURALEZA Y ASPECTOS GENERALES DE LA CORONTA DE MAIZ.**

### **1.4.1. TAXONOMIA.**

La ubicación de esta planta en la botánica sistemática es la siguiente: (Hill, 1981)

División	:	Traqueofito
Clase	:	Monocotiledónea
Sub clase	:	Micrانتinas
Orden	:	Glumiflorimeas
Familia	:	Graminaceas
Género	:	Zea
Especie	:	Maíz
Nombre Científico:		Zea Maiz

### **1.4.2. VARIEDADES.**

El maíz pertenece a la familia de las gramíneas. Es una planta extremadamente variable con un gran número de variedades que difieren ampliamente en tamaño y en forma. Las muchas variedades o clases de maíz pueden ser divididas naturalmente en seis grupos o razas: Maíz dentado, maíz cristalino, maíz dulce, maíz harinoso, maíz palomero (reventador) y maíz tunicado. (Hill, 1981)

#### **Maíz Dentado:**

Este tipo se caracteriza por una pequeña depresión de las coronas de los granos maduros, la cual es ocasionada por el encogimiento del almidón suave en la corona del grano a medida que éste va secándose. El encogimiento se limita a las porciones suaves y almidonosas de la corona del grano, debido a que el almidón de las otras partes es mucho mayor en algunas variedades que en otras. El maíz dentado puede ser amarillo, blanco o rojo. La mayor parte del maíz cultivado comercialmente es amarillo, aunque para la manufactura de alimentos humanos se prefiere al maíz blanco. También se

presenta gran variación entre las diversas variedades en la longitud de tiempo requerido para su maduración. Esto es especialmente cierto de las variedades híbridas que han sido desarrolladas para diversas áreas. Las variedades de maduración temprana son esenciales para las zonas selvática y la disponibilidad de ellas ha hecho que el cultivo del maíz en esas regiones sea un negocio relativamente seguro y exitoso. (Hill, 1981)

#### **Maíz Cristalino:**

Los granos de maíz cristalino están formado por una pequeña cantidad de almidón suave rodeado por completo por una gran proporción de almidón duro. Debido a que los granos son muy duros, generalmente es necesario molerlos antes de darlos al ganado. Muchas de las variedades de maíz cristalino son de madurez muy precoz, pero también se cultivan variedades intermedias y tardías, éstas últimas principalmente en zonas tropicales. En comparación con el maíz dentado, muchas variedades de maíz cristalino germinan mejor en la primavera en suelos húmedos y fríos y maduran con mayor rapidez. Por estas razones, se cultivan más al norte que los tipos dentados. (Hill, 1981)

#### **Maíz Dulce:**

El maíz dulce se cultiva principalmente para consumo humano y es cosechado inmaduro. Los granos tienen un contenido relativamente alto de azúcar y pueden ser enlatados, congelados o comidos en la espiga. La mayor parte del maíz dulce es producida para la industria de enlatado, pero parte es cultivado por hortelanos y por casi todos los hortelanos domésticos. Prácticamente todas las variedades de maíz dulce tienen grano amarillo o blanco. Al madurar, los granos se caracterizan por su apariencia arrugada y traslúcida, como de caramelo. La planta es de altura mediana y tiene una tendencia amacollar mayor que la del maíz dentado. (Hill, 1981)

#### **Maíz Reventador:**

El maíz reventador generalmente se caracteriza por tener en todo el grano un almidón de tipo duro y cristalino, pero en algunas variedades hay una pequeña porción de almidón suave cerca del centro del grano. Los granos de maíz reventador son por lo general amarillos o blancos en algunas variedades son rojos, pintos o cafés. Independientemente del color de la cubierta, el grano reventado es blanco o amarillo. (Hill, 1981)

#### **Maíz Harinoso:**

El maíz harinoso o maíz suave es de importancia comercial reducida. Los granos no son dentados y están formados principalmente por almidón suave, exceptuando una pequeña y delgada capa de almidón duro situado alrededor del grano cerca de la cáscara. Debido a la gran cantidad de almidón suave presente, el maíz harinoso puede ser molido fácilmente, siendo popular entre los indios del suroeste de los Estados Unidos. Los colores más comunes del grano son el blanco y el azul, pero pueden ser otros numerosos colores. (Hill, 1981)

#### **Maíz Tunicado:**

El maíz tunicado no es de importancia comercial en los Estados Unidos. Se le cultiva sólo como curiosidad o para estudios de mejoramiento y afines. En este tipo de maíz cada grano está encartado en una cubierta o vaina propia y la espiga está rodeada por una cubierta (espigas) similar a la de otros tipos de maíz. Algunos investigadores piensan que el maíz tunicado es un tipo primitivo que dio origen a otras clases de maíz. (Hill, 1981)

### **1.4.3. COMPOSICION QUIMICA.**

La composición de la coronta de maíz varía según la naturaleza del terreno en el cual crece y según el tipo de maíz, tal como se aprecia en el cuadro N° 9. (Rudolph, 1970)

Se ha encontrado que estructuralmente la coronta del maíz puede dividirse en cuatro partes: 1) salvado fino, 2) salvado grueso, 3) anillo leñoso, 4) corazón. El contenido de cenizas varía de 1.64 a 2.30% y el mayor componente que presenta en su composición es la celulosa que varía de 49.4 a 59.8%. (15)

Las pentosanas se encuentran formando parte de las hemicelulosas que contienen principalmente unidades de azúcares diferentes a la glucosa. Por lo general la unidad predominante en las hemicelulosas es la xilosa y que originalmente estas unidades de azúcares están realmente presentes en forma anhidra que es la xylosa menos una molécula de agua (xilana).

La coronta de maíz también contiene lignina en cantidades menores del 11.8%. (Rudolph, 1970)

#### 1.4.4. USOS INDUSTRIALES.

Son muchas las aplicaciones industriales propuestas para las corontas del maíz, y aunque el tema a merecido atención, solamente unas pocas han podido realizarse con carácter económico. Por ser una materia prima muy semejante a otros residuos agrícolas, como la paja, aserrín y residuos de madera, etc., y de composición muy similar, contiene celulosa, hemicelulosa y lignina, así como una pequeña cantidad de cenizas y otras sustancias solubles, puede afirmarse que existe competencia entre las mismas. La característica más importante de los carozos de maíz es su contextura y la dureza de su porción leñosa. De ahí que las corontas molidas encuentran importantes aplicaciones industriales. (Rudolph, 1970)

##### a) Fabricación de Pipas de Fumar a partir de las corontas:

Quizá uno de los más antiguos empleos de la coronta es en la fabricación de pipas para fumar. Existen varias fábricas en el mundo que elaboran esta clase de productos con éxito, para lo cual se precisa un carozo leñoso blanco, con poco corazón en el centro y suficiente dureza. Existen variedades apropiadas, los residuos de las fábricas de pipas suelen destinarse a combustible, suministrando así la mitad de las necesidades de la fábrica. (Rudolph, 1970)

##### b) Fabricación de Vinagres:

Una cierta cantidad de corontas se utilizan en la elaboración de vinagre. Sabido es que el carozo, por su porosidad, puede ser apropiado para la oxidación del vino, y así los microorganismos que producen el vinagre lo oxidan más rápidamente por tener una gran superficie de contacto con el aire. En muchos casos, las corontas sustituyen con ventaja a las virutas de madera. (Rudolph, 1970)

**c) Cama para pollitos:**

Existe marcado interés en aprovechar las corontas de maíz molidos groseramente para camas de aves, especialmente para ponedoras. Para ello, las corontas molidas deben pasar por una malla de 1 cm. aproximadamente, reteniéndose con la malla núm. 8 (2.38 mm de abertura), aunque algunos avicultores lo prefieren de un tamaño ligeramente mayor. Los carozos destinados a esta aplicación deben ser de color claro, limpios y absorbentes. (Rudolph, 1970)

**d) Limpieza de Pieles:**

Se utiliza la parte leñosa de la coronta molida que pase por el cedazo núm 12 (1.68 mm de abertura) y que se retenga por el cedazo núm. 20 (0.84 mm de abertura). Limpio de polvo y salvado, se usa en grandes cantidades en la industria peletera. Es un material absorbente y con el grado de abrasión preciso que requieren las pieles. (Rudolph, 1970)

**e) Pulido de Metales:**

Durante las última Guerra mundial, en los Estados Unidos se utilizaron las corontas de maíz para limpiar cilindros, pistones y otras partes de los aviones que estaban oxidadas o que era preciso recuperar de los aparatos averiados. La operación se realizaba mediante una fuerte corriente de aire que lanzaba los carozos molidos, así como la cascarilla de arroz, contra las superficies metálicas. Las partículas se pasan por un ventilador para separar la parte del corazón y del salvado. Es conveniente que tenga una humedad de un 13%. (Rudolph, 1970)

**f) Absorbente para Aceites:**

La coronta de maíz granulado puede aplicarse como absorbente para aceites, al mismo tamaño de granulado que para el pulido de metales. Y como material de limpieza puede competir con el aserrín de madera. En la mayoría de compuestos

para limpieza, se emplean arena y aceite en diversa proporción. Estas mezclas suelen emplearse en EEUU para la limpieza de suelos de oficinas y fábricas. (Rudolph, 1970)

**g) Jabón para Manos:**

En ciertas fábricas que manejan aceites lubricantes para motores, es necesario un jabón que sea absorbente para facilitar la limpieza. En estos casos, se puede mezclar durante la fabricación polvo de coronta de maíz que pase por la malla 35, con lo cual se consigue un jabón ligeramente abrasivo. (Rudolph, 1970)

**h) Material para Empaquetado:**

La coronta de maíz granulada también sirve para proteger, durante el transporte, partes metálicas o piezas de maquinaria. Por ser absorbente, evita la corrosión de las partes metálicas por disminuir el contenido en humedad y por tanto la oxidación, al mismo tiempo que por ser mullido las piezas quedan protegidas de los golpes. (Rudolph, 1970)

**i) Utilización para planchas de Acero:**

En las fundiciones se aplican corontas granuladas para limpiar de aceite y algunas impurezas las planchas de acero. (Rudolph, 1970)

**j) Para el Cultivo de Hongos:**

Facilitan un mullido de la mezcla utilizada con tierra para el crecimiento de setas y champiñones.

**k) En Pozos de Petróleo:**

La circulación de lodos en el barrenado de los pozos de petróleo se facilita con corontas que pase por una malla de 0.5 cm. (Rudolph, 1970)

**l) Pulpa, Papel y Cartonajes:**

Para esta elaboración no presenta buenas características, ya que la cantidad de alfa-celulosa es baja, contiene muchas impurezas y su fibra es corta. De todas formas, se ha aplicado en la elaboración de cartonajes gruesos y tableros, utilizando una resina como aglomerante se han logrado artículos de suficiente resistencia para el ramo de la construcción, particularmente tejas o baldosines con excelentes características acústicas. (Rudolph, 1970)

**m) Producción de Gas:**

En los gasógenos para motores pueden emplearse también corontas de maíz, produciendo un gas similar al de madera. (Rudolph, 1970)

**n) Producción de Calor y Luz en Granjas:**

Se sabe que los productos que contienen azúcares, almidones, celulosas o hemicelulosas, fermentan con tipos de bacterias anaerobias, produciendo éstas una mezcla de gases que aproximadamente tiene esta composición: Dióxido de carbono (50%), Metano (25%), Hidrógeno (25%). Esta mezcla de gases es perfectamente combustible. Una tonelada de corontas puede producir 26,4 m<sup>3</sup> de gas con 4.464 cal por Kg por m<sup>2</sup>. La fermentación es bastante lenta y la masa precisa de cuidadosa vigilancia en la temperatura. Debe añadirse algún compuesto que contenga nitrógeno para alimentar las bacterias y evitarse que se formen ácidos durante el proceso. (Rudolph, 1970)

**o) Sacarificación de Coronta:**

Por el proceso Scholler es posible obtener azúcares fermentescibles a partir de las corontas de maíz, obteniéndose de 3,300 Kg de coronta elaborados en instalación apropiada durante 8 horas diarias, los siguientes resultados: 1,000 Kg de glucosa en solución al 10%, 800 Kg de xilosa en solución al 15%, 100 Kg de furfural 500 Kg. de lignina.

El proceso se basa en una impregnación continua de las corontas previamente molidas, con la solución de ácido sulfúrico. La máquina para esta impregnación está basada, en líneas generales, en un expeller o prensa continua para aceites en la cual la camisa de agua exterior puede calentarse a temperaturas comprendidas entre 20 y 100°C.

De estos cuatro productos la glucosa puede fermentarse y producir alcohol, butanol o acetona, y otra serie de productos. Por fermentar la xilosa y producir butanol, acetona y alcohol existen proceso especiales. (Rudolph, 1970)

**Cuadro Nro. 9:** COMPOSICION QUIMICA TIPICA DE LA CORONTA DE MAIZ.

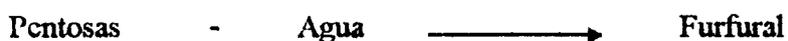
Análisis	% Peso
Humedad	8.8
Cenizas	1.96
Pentosanas	23.9
Celulosa	54.24
Lignina	11.1

**Fuente:** Rudolph, 1970

## 1.5. OBTENCION DE FURFURAL.-

El furfural se produce industrialmente mediante la hidrólisis ácida de materiales vegetales ricos en pentosanos, los cuales se hidrolizan a elevadas temperaturas.

Esta reacción transcurre según las ecuaciones siguientes:



En la deshidratación de las pentosas se forman además de furfural, otros compuestos como el alcohol metílico, acético, cetonas y otros. También el furfural se transforma en ácido fórmico, resinas y otros productos de descomposición, por eso en la industria se obtienen rendimientos de 40 - 60% del cual pudiera esperarse según la cantidad de pentosanos presentes en la materia prima.

Los pentosanos son los polisacáridos de donde se recupera el furfural. En el cuadro N° 4 se muestran varios productos agrícolas con sus respectivos porcentajes de pentosanos, con el contenido normal de humedad y el rendimiento de furfural en laboratorio de la sustancia seca. (Klages, 1978)

**Cuadro Nro. 10:** MATERIALES AGRICOLAS CON SU CONTENIDO EN PORCENTAJE EN PESO DE HUMEDAD, PENTOSANOS Y RENDIMIENTO DE FURFURAL.

Producto Agrícola	Humedad %	Pentosanos %	Furfural %
Frijol	8.5	14.5	8.55
Rábano	10.2	17.2	10.1
Piel de Castaña	8.4	11.6	6.8
Pulpa de Castaña	12.2	5.0	2.9
Rastrojo de Papa	8.6	19.1	11.4
Rastrojo de Tomate	8.7	23.8	13.9
Rastrojo de Melón	13.4	24.4	14.3
Rastrojo de Zapallo	7.1	14.4	8.4
Cáscara de Nuez de Nogal	10.8	19.4	11.3
Cáscara de Avellana	10.3	23.5	13.8
Americano Blanco	7.8	28.5	16.6
Coronta de Maíz	7.1	22.5	11.9
Afrecho de Avena	10.9	17.5	9.7
Bagazo	50.0	18.0	11.3
Cáscara de Arroz	11.8	16.0	6.7
Médula de Bagazo	60.0	20.0	11.0

Fuente: Rudolph, 1970



■ Producto secundario de Sacarificación Hidrolítica.

■ Producto Secundario de la Industria de Papel.

## **1.7. ETAPAS DEL PROCESO DE OBTENCION DEL FURFURAL.**

### **1.7.1. Impregnación**

Consiste en mezclar íntimamente la materia prima con una solución acuosa de un ácido mineral, mediante una agitación constante, esto permite una mezcla homogénea, quedando lista para la próxima operación. (Dunlop, 1987)

### **1.7.2. Destilación**

En esta etapa se llevan a cabo las reacciones de obtención del furfural. El proceso se basa en que el furfural y el agua que ascienden en forma de vapor, formando un azeótropo a 97.9°C cuya composición en % molar es: agua 90.8 y furfural 9.2 y que al condensar y subenfriar estos vapores que arrastran al furfural se forman dos capas de líquidos. La capa superior contiene agua con cierto porcentaje de furfural en peso y la capa inferior contiene furfural con cierto porcentaje de agua. (Dunlop, 1987)

### **1.7.3. Neutralización**

Es una etapa importante y se realiza con la finalidad de neutralizar a la solución que contiene el furfural, evitándose de esta manera la posible reacción secundaria de polimerización, que contribuye a la pérdida del furfural frente a los ácidos minerales diluidos transformándose casi completamente en compuestos de peso molecular mayor.

Para la neutralización se emplea carbonato sódico. (Dunlop, 1987)

### **1.7.4. Saturación**

Esta operación se realiza empleando cloruro sódico, el cual disminuye drásticamente la solubilidad del furfural con el agua.

El agua tiene una constante dieléctrica elevada. Cuando las moléculas de agua se interponen entre los iones sodio y cloruro, disminuye su atracción electrostática en dichos iones; a consecuencia de ello, los iones se separan y la sal se disuelve en agua. (Dunlop, 1987)

#### **1.7.5. Segunda Destilación**

La disolución saturada, es sometida a una nueva destilación con la finalidad de separar el producto. Los vapores al ser condensados forman dos capas de líquidos igual que en el primer destilado. (Dunlop, 1987)

#### **1.7.6. Segunda Saturación**

Tan igual como en la primera destilación, esta etapa se realiza para separar el agua contenida en el segundo destilado, empleando siempre cloruro de sodio.

#### **1.7.7. Extracción**

Para aislar el furfural, el cual no se puede separar por filtración, se agota su disolución con un disolvente que sea miscible en el líquido que contenga al producto. Como disolvente suele emplearse generalmente éter etílico, el cual es miscible en el furfural y de muy baja solubilidad en el agua. De este modo se separa el producto, cuando aquel no forma una capa líquida bien definida.

Se debe evitar la formación de emulsiones, que impiden la separación limpia de las dos capas líquidas. El medio más seguro de evitar este contratiempo es no agitar violentamente la disolución, se puede destruir las emulsiones produciendo un vacío en el interior del embudo, añadiendo una gota de alcohol, saturando la fase acuosa con sal común, o abandonando la mezcla durante una noche. (Dunlop, 1987)

En cualquier proceso de extracción se necesita:

- 1.- Contacto de la disolución líquida original con el disolvente.
- 2.- Separación de las fases líquidas formadas.
- 3.- Recuperación del disolvente.

### 1.7.8. Tercera Destilación

En esta etapa se recupera el disolvente empleado en la extracción y se consigue la purificación del producto.

Esta operación se realiza en dos etapas mediante una destilación simple a presión atmosférica se recupera el solvente, seguidamente se destila el furfural a presión reducida. (Dunlop, 1987)

### 1.7.9. Secado

El calentamiento por encima del punto de ebullición del agua, no conduce a una deshidratación total, y a veces va acompañado de sobresaltos cuando son pequeñas cantidades, se les puede dejar largo tiempo en los desecadores; el procedimiento más eficaz, es el de agitarlos con deshidratantes durante varios días y después separar el líquido por filtración o destilación. Se puede calentar también el líquido a reflujo con el deshidratante. (Dunlop, 1987)

Los principales deshidratantes son:

- **Cloruro cálcico.**- Puede ser fundido o granulado, que por tener más superficie es más activo. No se debe echar un gran exceso de agente desecador porque habría pérdida del producto; lo que se hace es llevar a cabo la desecación fraccionadamente, separando la solución de cloruro cálcico. No se puede emplear el cloruro para separar aquellos líquidos como alcoholes, aminas y fenoles que dan compuestos de adición (estos cuerpos se descomponen por el agua).
- **Hidróxido o carbonato potásico.**- Se emplean para secar bases; no sirven para secar ácidos, aldehídos, acetona; logran una deshidratación buena.

## II- MATERIALES Y METODOS

### 21. MATERIALES Y METODOS

#### 2.1.1. MATERIALES

■ **Lugar de Ejecución:** El presente trabajo de Investigación fué realizado en los laboratorios de Química Orgánica de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de Trujillo, para tal efecto se utilizaron corontas de maíz procedentes de las provincias de Picota, Lamas y Tabalosos de la Región San Martín.

■ **Materia prima** : Coronta de maíz  
■ **Agente de Reacción** : Solución ácida acuosa (Acido Clorhídrico)  
■ **Solvente** : Eter etílico

#### ■ **Material de vidrio**

■ **Balón de tres bocas** : 2000 ml.  
■ **Refrigerante de Liebig** : 40 cm.  
■ **Embudo de decantación** : 250 ml.  
■ **Matraces Erlenmeyer** : 300, 500 y 1000 ml.  
■ **Vasos de precipitación** : 200 y 300 ml.  
■ **Probetas graduadas** : 100 y 500 ml.  
■ **Balon Engler** : 1000 ml.  
■ **Matraz Kitasato** : 500 ml.  
■ **Ampolla Kjeldahl** : 100 ml.

#### ■ **Material de Plástico**

■ **Mangueras**  
■ **Tapones de jebe**  
■ **Pinzas y depósitos**

## ■ Reactivos

■ Acido clorhídrico concentrado

■ Anilina

■ Carbonato de sodio

■ Cloruro de sodio

■ Cloruro de calcio anhidro

■ Eter etílico.

## 4.1.2. EQUIPOS.

■ Equipo de destilación simple

■ Equipo de destilación simple al vacío

■ Balanza de triple brazo

■ Balanza analítica : SARTORIUS 2492. S: + - 0.0001 g.

■ Cocina eléctrica : 2,000 watts

■ Termómetros : Rango 0 - 360 °C

■ Cronómetro : 1/60 s.

■ Refractómetro : BAUSCH & LOMB I

■ Espectrofotómetro Infrarrojo : PERKIN - ELMER 700<sup>a</sup>

■ Espectrofotómetro Ultravioleta Visible

■ Estufa : SARGEN E.R.

■ Mufla : SYBRON-THERMOLYNE

■ Densímetros : Rango:

1.15 - 1.17 g/ml.

1.70 - 1.90 g/ml.

1.60 - 1.80 g/ml.

■ Desecador : (con sílica Gel)

### **2.1.3. METODOS DE CONTROL.**

Humedad .- Método gravimétrico de humedad.

Cenizas .- Método de incineración directa.

Pentosanos .- Método dosaje del furfural

Furfural .- Método de Fehling.

Determinación densimétrica : Se usó un densímetro.

Determinación del índice de refracción : Se emplea el refractómetro BAUSCH &  
LOMB I

Identificación del furfural : Se empleó el método de análisis cualitativo, mediante  
reacción con anilina y se usó también el  
espectrofotómetro infrarrojo PERKIN-ELMER 700 A.

## **2.2. ANALISIS DE LA CORONTA DE MAIZ.**

### **2.2.1. HUMEDAD:**

Se basó en la pérdida de peso que experimenta un cuerpo cuando éste es sometido a la acción del calor debido a la liberación de agua.

### **2.2.2. CENIZAS:**

Se utilizó el método de incineración, se destruye la materia orgánica, quedando solo al final cenizas.

### **2.2.3. DETERMINACION DE PENTOSANAS:**

Dosaje de furfural, producto por acción de ácido clorhídrico mediante una solución de bromuro-bromato y conversión a porcentaje de pentosanas.

El furfural es oxidado por el bromuro-bromato actuando como dador de oxígeno.

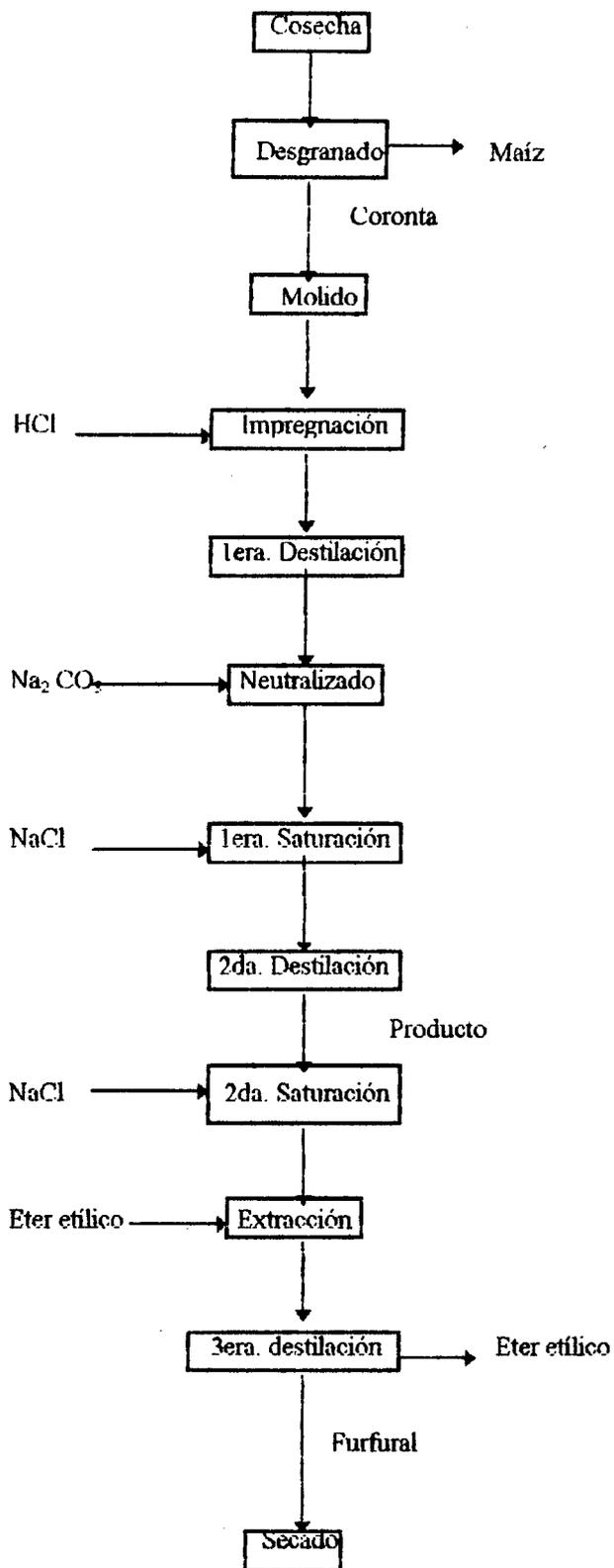


Figura N° 4: Flujograma del Producto de Obtención de Furfural

## 2.3.- ANALISIS DEL AGENTE DE REACCION.

### 2.3.1. ANALISIS DEL ACIDO MINERAL:

Se baso en la reacción de neutralización de los ácido fuertes con las bases fuertes.

## 2.4. OBTENCION DE FURFURAL A NIVEL DE LABORATORIO.

Para la obtención de furfural se siguió el flujograma de la Fig. # 4 (Pág. 37) el cual es un proceso de manufactura industrial descubierto por Brownlee en el año de 1921 y se obtuvo de la bibliografía consultada (Dunlop y Smith).



### 2.4.1. Impregnación:

En balón de tres bocas de 2000 ml. se coloca 150 g. de coronta de maíz, luego se adiciona 475 ml. de solución ácida al 25% en peso en ácido mineral y se procede a mezclar intimamente. El volumen de la solución ácida variará de acuerdo a los porcentajes en peso que se emplearán en cada uno de los ensayos.

### 2.4.2. Primera Destilación:

Instalar el equipo de destilación simple conteniendo la mezcla preparada en balón de destilación usando como medio de calefacción un baño de aceite de parafina para el control de ésta etapa se hace reaccionar aparte en un tubo de ensayo unas gotas de condensado con anilina en presencia de ácido acético, el cual dará una coloración roja. Finalmente se ensaya el efecto de la concentración y tipo de la solución ácida en el tiempo, temperatura y rendimiento, con tal objetivo se agrega solución ácida a diferentes concentraciones: 15, 20, 25 y 30% en peso.

#### **2.4.3. Neutralización:**

El destilado obtenido se neutraliza con carbonato de sodio, anotando el peso del neutralizante empleado.

#### **2.4.4. Primera Saturación:**

Una vez neutralizado el primer destilado, el cual contiene gran cantidad de agua, es sometido a saturación con cloruro de sodio (sal común).

#### **2.4.5. Segunda Destilación:**

Luego de haber sido saturado el primer destilado, se somete a una segunda destilación con la finalidad de ir concentrando el producto. Para el control de esta etapa se procede al igual que la primera destilación, esto es, haciendo reaccionar gotas del destilado con anilina en presencia de ácido acético.

#### **2.4.6. Segunda Saturación:**

El segundo destilado se vuelve a saturar con cloruro de sodio con la finalidad de separar el agua existente en éste.

#### **2.4.7. Extracción:**

Una vez saturado el segundo destilado se vierte en un embudo de decantación de 250 ml., luego se adiciona éter etílico para agotar el furfural, se agita cuidadosamente y luego se deja en reposos hasta que se formen dos fases, una fase acuosa en la parte superior del embudo de color amarillo; luego se abre la llave y se vierte la fase acuosa separándola de la fase orgánica que contiene el furfural. Con la fase acuosa que ha sido vertida se procede nuevamente al agotamiento por una o dos veces más con la finalidad de extraer la máxima cantidad de furfural.

#### **2.4.8. Tercer Destilado:**

La fase orgánica producto de la extracción es sometido a destilación simple a 35°C con la finalidad de recuperar el éter empleado en la extracción, quedando como residuo el producto que contiene el furfural.

#### **2.4.9. Secado:**

El producto obtenido es sometido al secado con cloruro de calcio anhidro, para eliminar en lo posible la mayor cantidad de agua.

### **2.5. ANALISIS DEL PRODUCTO FINAL.**

#### **2.5.1. ANALISIS CUANTITATIVO:**

##### **2.5.1.1. Determinación de aldehído como azúcar reductor mediante la valoración con el Reactivo de Fehling.**

Se basó en la oxidación de los aldehídos por acción del licor o reactivo de Fehling (con complejo entre  $\text{Cu}^{2+}$  y el Ión tartrato) a la vez que reducen a las sales de cobre al estado de óxido cuproso.

##### **2.5.1.2. Determinación de Acido Acético:**

Se basó en la reacción del ácido acético con hidróxido de sodio.

##### **2.5.1.3. Determinación de agua usando sal anhidra:**

Se basó en la gran solubilidad de una sal anhidra con el agua, mediante el método gravimétrico de humedad.

#### **2.5.1.4. Determinación de Alcoholes:**

Se baso en la reacción de alcoholes con el reactivo de Lucas.

#### **2.5.1.5. Determinación de Acetona:**

Se baso en la reacción de la acetona, con yodo en NaOH produciendo precipitado de yodoformo.

### **2.5.2. IDENTIFICACION DEL PRODUCTO.**

Para determinar la presencia de furfural en el producto obtenido se hicieron los siguientes análisis:

#### **2.5.2.1. Prueba por condensación con anilina:**

Se baso en la reacción del furfural con anilina en presencia de ácido acético produciendo un precipitado de color rojo.

#### **2.5.2.2. Determinación del Índice de Refracción:**

Permite determinar el índice de refracción del producto obtenido y compararlo con el índice de refracción del furfural.

#### **2.5.2.3. Determinación de la Densidad:**

Determinar experimentalmente la densidad del producto.

#### **2.5.2.4. Determinación de la estructura del producto usando la Espectroscopía Infrarroja:**

Se baso en la identificación de los grupos funcionales en el producto obtenido.

#### **2.5.2.5. Determinación de la Estructura del Producto usando la Espectroscopía**

##### **Ultravioleta Visible:**

Se baso en detectar las transiciones electrónicas de sistemas conjugados y proporcionar información acerca de la longitud de onda y estructura de la parte conjugada de la molécula.

### III.- RESULTADOS

#### 3.1. Análisis de la Coronta de Maíz:

En el cuadro N° 11 (Pág. 46), se presentan los resultados de los análisis de la coronta de maíz, realizado en el laboratorio.

#### 3.2. Análisis del Agente de Reacción:

Los análisis del ácido clorhídrico, utilizado como agente de reacción se muestran en el cuadro N° 12 (Pág. 47), respectivamente.

#### 3.3. Primera Destilación:

En el cuadro N° 13 (Pág. 48), se presentan el tiempo y volumen obtenido de la primera destilación, para el agente de reacción empleado (ácido clorhídrico) para un rango de concentración de 10 - 30% peso de ácido.

#### 3.4. Neutralización:

La cantidad de carbonato sódico empleado para la neutralización del primer destilado empleando como agente de reacción ácido clorhídrico, se muestran en el cuadro N° 14 (Pág. 49).

#### 3.5. Saturación:

Al primer destilado después de ser neutralizado es saturado con cloruro de sodio (sal común). La cantidad de sal común requerida para la saturación se muestra en el cuadro N°15 (Pág. 50).

En la Figura N° 5 (Pág. 59), se observa la variación de Cloruro de sodio empleado para la saturación del primer destilado, en función del porcentaje del agente de reacción empleado.

### **3.6. Segunda Destilación:**

En el cuadro N° 16 (Pág. 51), se presenta el volumen obtenido en la segunda destilación, correspondiente a los ensayos con las diferentes concentraciones del agente de reacción.

### **3.7. Segunda Saturación:**

La cantidad de cloruro de sodio empleado en la saturación del segundo destilado, para los diferentes ensayos en función del agente de reacción y su concentración, se muestra en el cuadro N° 17 (Pág. 52) .

En la Figura N° 6 (Pág. 60) se muestra la variación del peso del NaCl empleado para la saturación del segundo destilado.

### **3.8. Extracción:**

En el cuadro N° 18 (Pág. 53) se presentan los resultados de la extracción líquido-líquido empleando como solvente éter.

### **3.9. Tercer Destilado:**

En el cuadro N° 19 (Pág. 54) se muestra la cantidad recuperada del solvente empleado en la extracción.

### **3.10. Secado:**

La muestra líquida fue secada con cloruro cálcico anhidro, a temperatura ambiente y a presión atmosférica. Los resultados de esta operación se muestran en el cuadro N° 20 (Pág. 55).

### **3.11. Análisis cuantitativo del Producto:**

En el cuadro N° 21 (Pág. 56) , se presenta el análisis cuantitativo del furfural como azúcar reductor, mediante valoración con reactivo de Fheling..

En la Figura N° 7 (Pág. 61), se muestra la variación del rendimiento en función de la concentración del agente de reacción.

En el cuadro N° 22 (Pág. 57), se presentan los resultados del análisis del furfural, indicando los contenidos de humedad, ácido acético y acetona - alcohol, en función de la concentración del ácido clorhídrico.

### **3.12. Identificación del Producto:**

#### **3.12.1. Prueba por Condensación con Anilina:**

El resultado de esta prueba fue positivo, la formación de un compuesto de color rojo nos indica la presencia del furfural.

#### **3.12.2. Característica del Producto:**

En el cuadro N° 23 (Pág. 58), se muestran las propiedades físicas del producto determinadas experimentalmente.

Los valores obtenidos son los que se presentan en la literatura.

#### **3.12.3. Espectro Infrarrojo:**

En la Figura N° 8 (Pág. 62), se muestra el espectro infrarrojo del producto final.

#### **3.12.4. Espectro ultravioleta:**

En la figura N° 9 (Pág. 63), se muestra el espectro ultravioleta del producto final.



**Cuadro Nro. 11:      COMPOSICION QUIMICA DE LA CORONTA DE MAIZ.**

ANALISIS	% PESO
Humedad	8.73
Cenizas	2.06
Pentosanas	20.18

**Cuadro Nro. 12:** ANALISIS DE PUREZA DEL ACIDO CLORHIDRICO.

COMPONENTE ENSAYO	HCl, % PESO	H <sub>2</sub> O, % PESO
1	31.14	68.85
2	32.36	67.64
3	30.29	69.70
$\bar{X}$	31.26	68.73

**Cuadro Nro. 13: PRIMERA DESTILACION.**

**Tiempo de Reacción y Volumen de Destilado**

Coronta de Maiz : 150 gr.

Agente de reacción : HCl

Método de calefacción : Baño de aceite de parafina

Nro.	HCl % PESO	TIEMPO HORAS	TEMPERATURA °C	VOLUMEN ml.
1	10	3:10	105	945
2	15	2:45	102	725
3	20	2:20	105	695
4	25	2:10	104	640
5	30	2:00	105	500

**Cuadro Nro. 14: NEUTRALIZACION DEL PRIMER DESTILADO**

Agente neutralizante  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Nro.	ACIDO % PESO	1er. Destilado	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (grs)
1	10	945	17.3
2	15	725	19.0
3	20	695	24.2
4	25	640	25.0
5	30	500	27.4

**Cuadro Nro. 15: SATURACION DEL PRIMER DESTILADO**

Agente de Saturación NaCl

Nro.	ACIDO % PESO	1er. Destilado	NaCl (grs)
1	10	945	142.0
2	15	725	115.0
3	20	695	99.2
4	25	640	71.9
5	30	500	45.6

**Cuadro Nro. 16: SEGUNDO DESTILADO**

Nro.	ACIDO % PESO	Producto (ml)	Residuo (ml)	T (°C)	P (mmHg)
1	10	725	220	75	68
2	15	564	161	77	65
3	20	542	153	76	68.5
4	25	495	145	74	67
5	30	365	135	77	66.5

**Cuadro Nro. 17: SATURACION DEL SEGUNDO DESTILADO**

Agente de saturación: NaCl

Nro.	ACIDO % PESO	NaCl (grs)
1	10	154.8
2	15	127.2
3	20	91.4
4	25	52.3
5	30	28.2

**Cuadro Nro. 18:** VOLUMEN DE ETER UTILIZADO  
EN LA EXTRACCION

Nro.	ACIDO % PESO	Eter (ml)
1	10	145
2	15	150
3	20	215
4	25	190
5	30	140

**Cuadro Nro. 19: VOLUMEN DE ETER RECUPERADO**

Nro.	ACIDO % PESO	Eter Recuperado	% Recup.
1	10	75	51.72
2	15	80	53.33
3	20	120	55.81
4	25	98	51.57
5	30	78	55.71

**Cuadro Nro. 20: SECADO DEL PRODUCTO.**

Nro.	ACIDO % PESO	D (gr.)	W (gr.)
1	10	0.96	0.85
2	15	1.13	1.00
3	20	1.32	1.06
4	25	1.20	0.98
5	30	1.04	0.87

Donde:

D = Peso de CaCl gastado (gr)

W = Peso del agua absorvida por la sal (gr)

**Cuadro Nro. 21:** DETERMINACION DEL FURFURAL COMO AZUCAR REDUCTOR.

Nro.	ACIDO % PESO	Furfural (gr)	Rendimiento (%)
1	10	5.4	3.60
2	15	5.9	3.93
3	20	8.63	5.75
4	25	7.86	5.24
5	30	6.98	4.65

**Cuadro Nro. 22 : COMPOSICION QUIMICA DEL PRODUCTO**

Materia Prima : Coronta de Maíz

Agente de Reacción : Acido Clorhídrico

Nro.	ACIDO % PESO	COMPONENTES			
		FURFURAL %	HUMEDAD %	AC. ACETICO %	ACETONA-ALC. METILICO %
1	10	94.64	3.370	1.225	0.765
2	15	96.69	1.422	1.036	0.852
3	20	99.19	0.994	0.082	0.534
4	25	97.00	2.297	0.096	0.607
5	30	96.94	2.328	0.082	0.650

**Cuadro Nro. 23: PROPIEDADES FISICAS DEL PRODUCTO OBTENIDO**

A TEMPERATURA DE 25 °C

Muestra	Densidad (gr/ml)	Indice de Refracción	Color	Olor
1	1.1596	1.5262	Transparente	Esencia de canela y almendras.
2	1.1598	1.5261	Transparente	Esencia de canela y almendras.
3	1.1596	1.5261	Transparente	Esencia de canela y almendras.
X	1.1597	1.5261	Transparente	Esencia de canela y almendras.

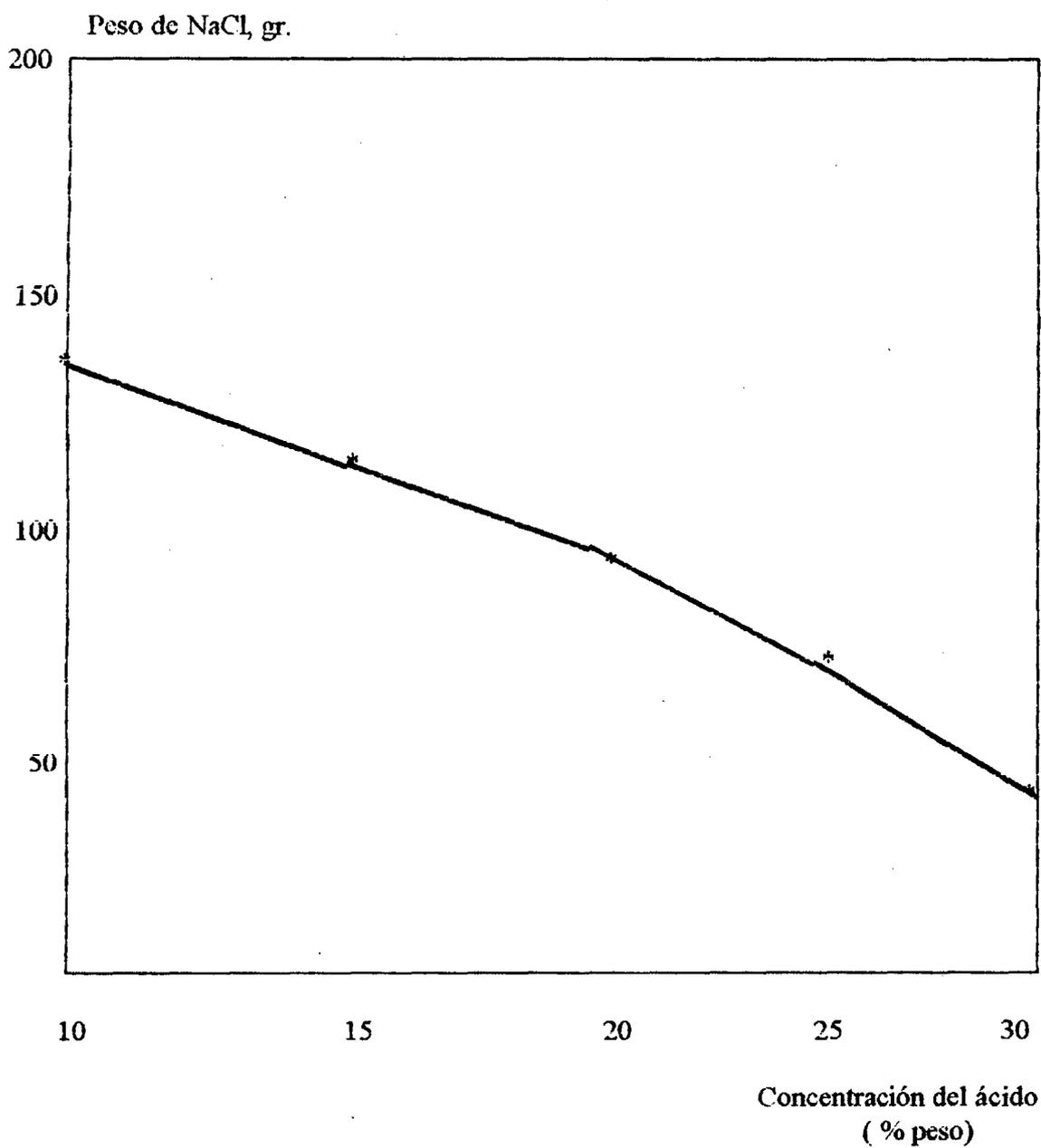
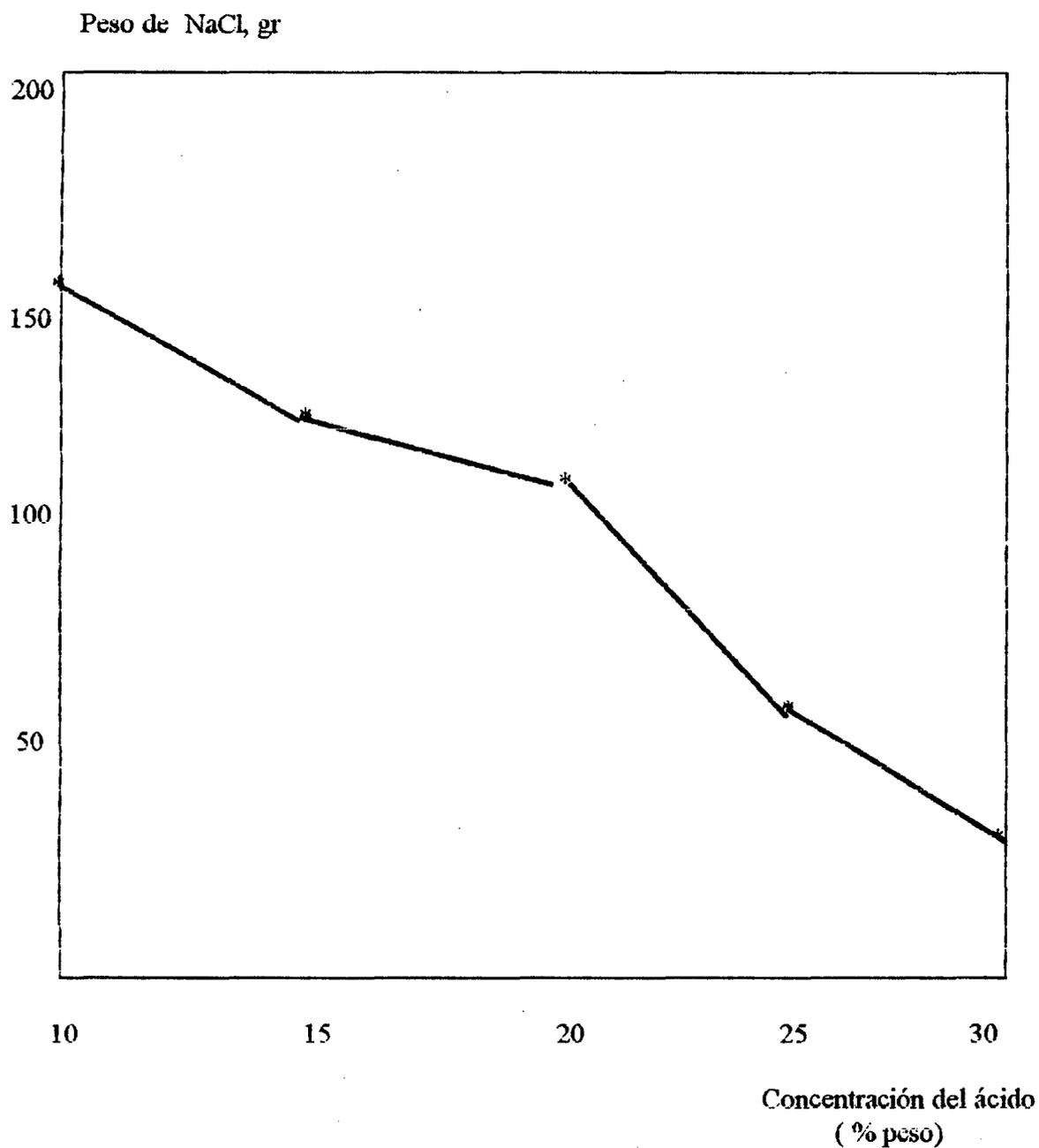
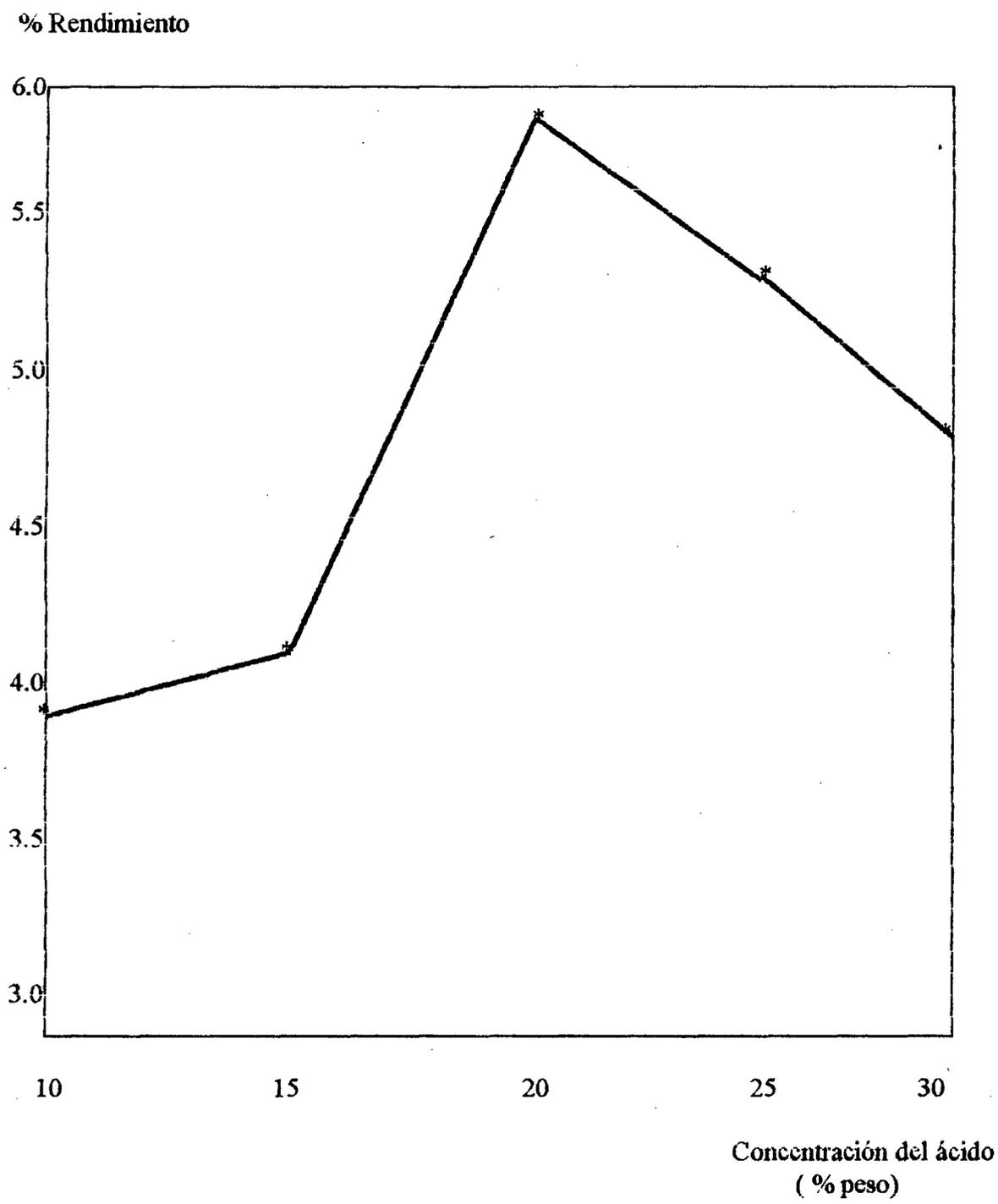


Figura N° 5: Variación del peso de NaCl necesario para saturar el primer destilado en función de la concentración del HCl.



**Figura N° 5:** Variación del peso del NaCl necesario para saturar el segundo destilado en función de la concentración del agente de reacción.



**Figura N° 6:** Variación del rendimiento en función de la concentración de ácido clorhídrico.

REMARKS

1- la muestra se colocó entre dos  
ventanas de NaCl

ORIGIN \_\_\_\_\_

PURITY \_\_\_\_\_

SPEED \_\_\_\_\_ NORMAL  FAST \_\_\_\_\_

SLITS \_\_\_\_\_ NORMAL  WIDE \_\_\_\_\_

PHASE \_\_\_\_\_ líquido \_\_\_\_\_

CONCENTRATION \_\_\_\_\_

THICKNESS \_\_\_\_\_ 8 elm \_\_\_\_\_

DATE \_\_\_\_\_ 2 settembre 1997 \_\_\_\_\_

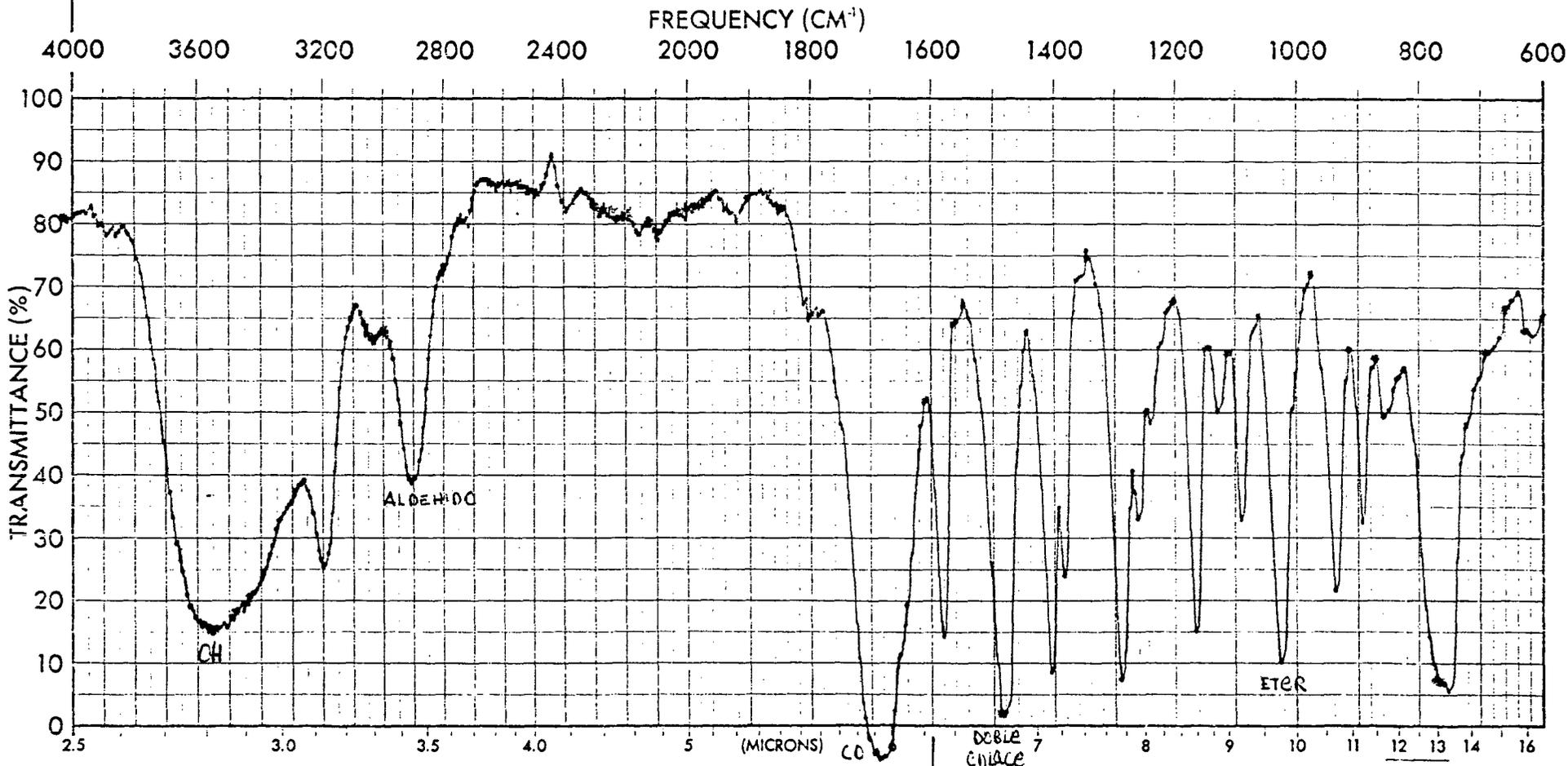
OPERATOR \_\_\_\_\_ Ing. Napoleón Dupanloup \_\_\_\_\_

PERKIN-ELMER

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_

SAMPLE 1 \_\_\_\_\_

SAMPLE 2 \_\_\_\_\_



62

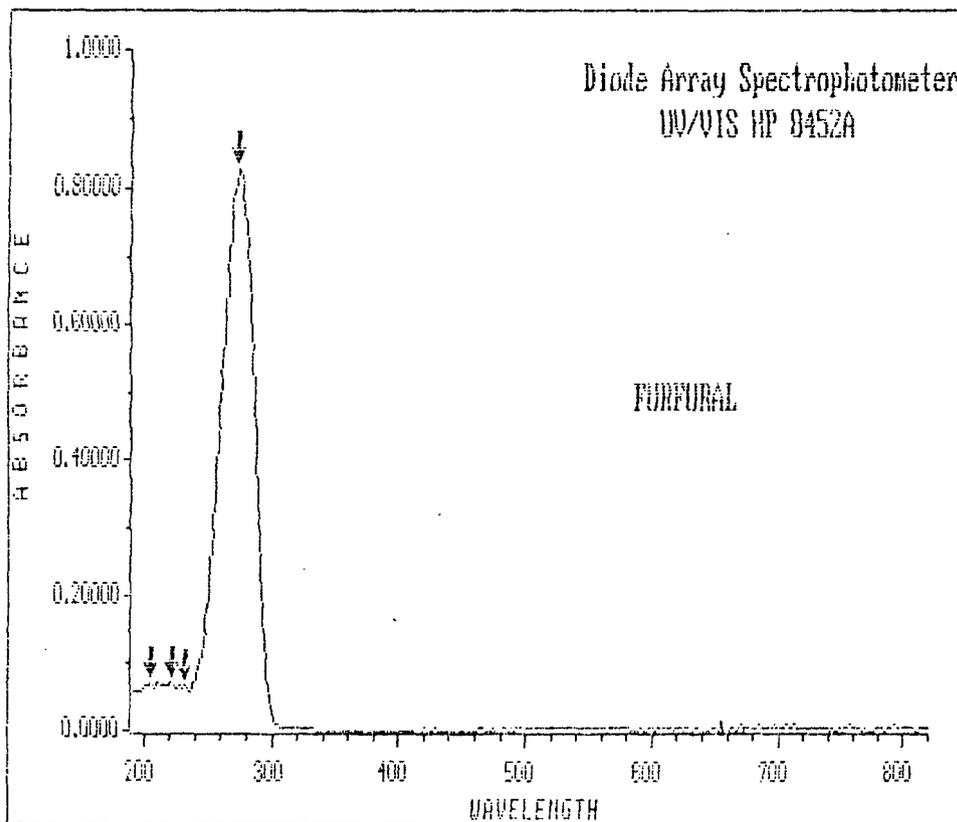
SAMPLE

SPECTRUM NO.

---> WAVELENGTH SCAN REPORT <---

Date : 09-02-1997  
Time : 10:29:39  
Operator : N. Yupanqui Gil

Sample Name : PURFURAL                      Function : Absorbance  
Solvent Name : CLOROFORMO                  Wavelength Range : 190 to 820 nanometers  
Concentration : 1.0000                      Integration Time : 1 seconds  
Units : %                                      Std Deviation : OFF



Annotated Wavelengths:

1 : Wavelength = 206	Result = 0.073639
2 : Wavelength = 222	Result = 0.070404
3 : Wavelength = 232	Result = 0.066589
4 : Wavelength = 274	Result = 0.828201

## IV.- DISCUSION

### 4.1. ANALISIS DE LA CORONTA DE MAIZ.

Los análisis experimentales de la coronta de maíz mostrados en el cuadro N° 11, corresponden al rango de la composición química presentada en el cuadro N° 9 (Pág. 27).

Los análisis de celulosa y otros componentes presentes en la coronta de maíz, no fueron realizados puesto que no son de importancia en el presente trabajo.

### 4.2. ANALISIS DEL AGENTE DE REACCIÓN:

La determinación de la pureza del agente de reacción es importante puesto que nos permite determinar la cantidad de ácido requerido para formar la solución de éste a diferentes concentraciones.

### 4.3. PRIMER DESTILADO:

Es la etapa más importante del proceso, puesto que en esta se produce la reacción entre las pentosanas y la solución ácida. Esta etapa nos permite determinar la temperatura y tiempo óptimo de reacción.

Del cuadro N° 13 (Pág. 48), se observa que la temperatura y el tiempo óptimo de reacción son de 105°C y 2,20 horas respectivamente.

Estos valores se obtienen al emplear ácido clorhídrico al 20% en peso como agente de reacción, lo cual permite obtener el máximo rendimiento de furfural.

El control de la reacción fue realizado haciendo reaccionar el destilado con anilina en presencia de ácido acético.

### 4.4. NEUTRALIZACION:

Del cuadro N° 14 (Pág. 49), se aprecia que a mayor concentración de ácido, se requiere mayor cantidad de agente neutralizante ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), según la bibliografía consultada, cuando se emplea el HCl como agente de reacción se utiliza mayor cantidad de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , debido a que es arrastrado por los vapores de agua en mayor proporción, por ser un ácido muy volátil.

#### **4.5. PRIMERA SATURACIÓN:**

El consumo de NaCl utilizado en la saturación del primer destilado, indica que la cantidad de agua contenida en éste es máxima cuando se utiliza HCl como agente de reacción a menores concentraciones, disminuyendo para concentraciones mayores.

#### **4.6. SEGUNDO DESTILADO:**

La Temperatura promedio del segundo destilado fue de 75°C a una presión de 68 mmHg para las diferentes concentraciones, así mismo de los resultados de esta experiencia que se muestran en el cuadro N° 16 (Pág. 51), se puede deducir que el mayor volumen de destilado se obtiene para la menor concentración del ácido.

#### **4.7. SEGUNDA SATURACIÓN:**

Del cuadro N° 17 (Pág. 52), se aprecia que el mayor contenido de agua en el segundo destilado se produce cuando se emplea HCl al 10% en peso y al 15% en peso en la reacción, siendo menor la cantidad de agua para concentraciones mayores.

#### **4.8. EXTRACCION:**

Con el objeto de encontrar la máxima cantidad de furfural, es que se procedió a esta experiencia empleando éter etílico como solvente, puesto que se trata de una sustancia moderadamente polar, lo cual hace que tenga una gran afinidad por el furfural.

Del cuadro N° 18 (Pág. 53), se puede decir que a mayor cantidad de éter empleado corresponde a un mayor rendimiento del furfural, por lo tanto el mayor rendimiento se obtendrá al emplear HCl al 20% en peso.

#### **4.9. TERCER DESTILADO:**

Con la finalidad de recuperar la máxima cantidad de éter empleado en la extracción, se procedió a una tercera destilación puesto que el método mas apropiado y que se basa en la gran diferencia de los puntos de ebullición entre el éter etílico y el furfural.

Del cuadro N° 19( Pág. 54), se deduce que la recuperación del solvente guarda relación directa con la cantidad empleada, esto es si se emplea mayor cantidad de éter la recuperación es mayor.

En términos promedios la recuperación de éter es aproximadamente de 55%. La pérdida del solvente se debe en parte a que una pequeña cantidad queda disuelta en la fase acuosa al efectuarse la extracción y la mayor cantidad de pérdida se debe a su gran volatilidad.

#### **4.10. SECADO:**

Del cuadro N° 20 (Pág. 55), se observa que la pequeña cantidad de cloruro de calcio anhidro, empleado para el secado del producto, se debe a la poca cantidad de agua existente en el producto, puesto que la mayor cantidad fue eliminada en las anteriores etapas.

#### **4.11. ANALISIS CUANTITATIVO DEL PRODUCTO:**

Al comparar los rendimientos del cuadro N° 21 (Pág. 56), se aprecia que el mayor rendimiento de furfural se obtiene al emplear ácido clorhídrico al 20% en peso.

En el cuadro N° 22 (pág. 57), se presenta que la pureza en términos promedios de furfural en el producto seco son de 96.69, 99.19, 97.00% respectivamente, así mismo la presencia de pequeñas cantidades de ácido acético, alcohol metílico y acetona, se debe a la reacción de la lignina presente en la coronta de maíz con la solución ácida.

En el cuadro N° 21 (Pág. 56), se presenta el rendimiento de furfural obtenido.

En la figura N° 7 (Pág. 61), se muestra la variación del rendimiento del furfural en función a la concentración del agente de reacción.

En el cuadro N° 22 (Pág. 57), se muestra el análisis del furfural, indicando los contenidos de humedad, ácido acético y acetona- alcohol metílico, en función de las diferentes concentraciones del agente de reacción.

## **4.12. IDENTIFICACION DEL PRODUCTO:**

### **4.12.1. Prueba por Condensación con Anilina:**

Es una prueba sencilla y muy importante, puesto que nos permitió controlar la reacción en el primer destilado, así como la presencia del furfural en el segundo destilado.

### **4.12.2. Características del producto:**

Las propiedades físicas obtenidas del producto obtenido que se muestran en el cuadro N° 23 (Pág. 58), nos indica la presencia de furfural.

Los valores obtenidos de las medidas realizadas en el laboratorio están en el límite del porcentaje de error aceptable respecto a los valores teóricos. Estos errores se deben a la falta de toma de medidas y a la presencia de impurezas en el producto.

### **4.12.3. Espectro Infrarrojo:**

La principal aplicación de la espectroscopía infrarroja es la identificación de compuestos orgánicos.

Para la determinación de la estructura del producto nos basamos en la identificación de los grupos funcionales a partir del espectro infrarrojo de la muestra (Figura N° 8), Pág. 62, sin disolución alguna y revela los siguientes picos principales:

3550 (s, de banda ancha), 3180 (m), 2900 (m), 1680 (s), 1280 (s), 1030-1580 (m):

Donde:

s : strong (fuerte)

m : medium (mediano)

w : weak (débil)

Los resultados de la interpretación del Espectro Infrarrojo indica que el producto final contiene los siguientes grupos funcionales:

Banda	Grupo Funcional
3550	H - O - H
3180	= C - H - (aromático)
2900	- C - H - (aldehído)
1680	H - C = O (aldehído aromático)
1280	CO (éter aromático)
1030 - 1580	Doble enlace carbono-carbono

Los resultados de la interpretación del espectro infrarrojo confirma la presencia del furfural, además de rastros de otros productos.

### 3.12.1. Espectro Ultravioleta:

El enlace etilénico aislado posee una banda  $\pi \rightarrow \pi^*$ , de intensidad alta ( $\epsilon > 10000$ ) en las proximidades de 190 nm y que un grupo carbonilo aislado posee una banda  $n - \pi^*$  de baja intensidad próxima a los 275 nm.

Sin embargo cuando un grupo carbonilo es conjugado formando un carbonilo  $\alpha, \beta$ -no saturado, ambas bandas sufren desplazamientos batocrómicos hacia las regiones de 220 a 270 nm y 310 - 330 respectivamente.

Los derivados carbonílicos  $\alpha, \beta$ -no saturados se distinguen fácilmente por la presencia de una banda de alta intensidad de  $\epsilon < 100$  alrededor de 320 nm.

## V. CONCLUSIONES

1. Al culminar el presente trabajo de investigación se llegó a la conclusión de que es posible realizar la obtención de furfural a partir de la coronta del maíz a nivel de laboratorio en nuestra región, utilizando materiales y métodos simples y de fácil acceso.
2. El rendimiento mas alto de furfural se obtiene utilizando la concentración del ácido clorhídrico al 20% en peso, por lo que es superior a las demás condiciones de reacción. Por otro lado el acido Clorhídrico es el agente de reacción mas barato.
3. Para la primera destilación se utilizó el método de calefacción más adecuado que es el baño de aceite de parafina, por ser el que permite mejor el control de la temperatura y la transición de calor más homogénea.
4. El tiempo óptimo de reacción del primer destilado es de 2,20 horas y la temperatura de reacción más adecuada para el primer destilado es de 105°C.
5. La temperatura óptima de reacción del segundo destilado es de 75°C. y la presión óptima del segundo destilado (realizada al vacío) es de 66 mmHg.
6. El mejor agente de extracción líquido-líquido es el éter etílico (en comparación con el hexano que tiene muy bajo rendimiento) por tener la propiedad de ser soluble en sustancias orgánicas como el furfural.
7. Para la recuperación del éter la temperatura óptima de reacción es de 34.5°C, y el porcentaje de recuperación es del orden del 55.81%.
8. El producto obtenido tiene una pureza de 99.19%.
9. Al realizar el análisis cuantitativo del producto final llegamos a la conclusión de que hay presencia de trazas de agua, ácido acético, proveniente de la descomposición de la lignina.

## VI. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda hacer estudios de factibilidad para la instalación de una planta piloto que permita determinar las condiciones de operación para la producción de furfural a partir de la coronta de maíz, beneficiando así a los agricultores de la región San Martín é incentivando a la producción y aprovechamiento industrial de sus desechos para la obtención de furfural.
2. El Furfural debe ser almacenado en lugares de atmósfera inerte con la finalidad de evitar su oxidación, al mismo tiempo el producto debe ser almacenado en cilindros de acero inoxidable y ser totalmente cerrados.
3. Es recomendable realizar estudios para determinar la aplicabilidad de otros desechos vegetales de la región, tales como: cascarilla de arroz, rastrajos, los cuales pueden ser utilizados en el mismo proceso.
4. Estudiar la posibilidad de que una planta industrial de furfural a partir de corontas de maíz, puede utilizar alternativamente diferentes desechos vegetales, adoptando las condiciones de operación, pero siempre usando mayor cantidad de corontas de maíz por ser el producto con el mayor contenido de pentosanas.
5. Incentivar a las entidades públicas o del sector privado acerca de la conveniencia de fomentar el desarrollo de una industria nacional de insumos o intermedios para la industria química y farmacéutica.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Barceló, J.: 1959. "DICCIONARIO TERMINOLOGICO", 1º Edición, pág. 332, Editorial SALVAT S.A. Barcelona.
2. Brewster Q. 1965. "CURSO PRACTICO DE QUIMICA ORGANICA". 3º Edición. Pág. 73. Editorial Alhambra.
3. Cason. 1975. "QUIMICA ORGANICA MODERNA". Urmo S.A. Ediciones. España. Pág. 493.
4. Connat & Blatt : 1984. "QUIMICA DE LOS COMPUESTOS ORGANICOS", 2da. Edición en Castellano, Editorial Aguilar, pág. 290.
5. Conley T. Robert. 1979. "ESPECTOFOTOMETRIA INFRARROJA". Editorial Alhambra S.A. Madrid.
6. Dominguez, X. 1978. "EXPERIMENTOS DE QUIMICA ORGANICA". Pág. 193. Editorial Limusa - Eilley. S.A. México.
7. Dunlop. 1987. "THE QUAKER OATS COMPANY". Chicago III.
8. Gini Lacorte: 1968. "QUIMICA INDUSTRIAL". Librería y Editorial "El Ateneo". Florida 344- Bucnos Aircs. Pág. 982.
9. Griffin W. Roger. 1970. "QUIMICA ORGANICA MODERNA". Mc. Graw Hill. Editado en Editorial Reverté S.A. 1970. Barcelona. Pág. 305.
10. Hart Fisher. 1979. "ANALISIS DE LOS ALIMENTOS". Editorial Acribia. Zaragoza - España. Pág. 28.

11. Hill Albert F. 1981. "BOTANICA ECONOMICA" , Editorial Omega S.A. , Casanoca 220 - Barcelona, España, 1981.
12. Inpibia. 1989. "LA INDUSTRIA DEL PAPEL Y LA CELULOSA". Abril 1965.
13. Instituto Cubano de Investigación de los Derivados del Azúcar de Caña: 1989. "LOS DERIVADOS DEL FURFURAL", pág. 5 - 21.
14. Kirk, R y Othmer, D. : 1961. "ENCICLOPEDIA DE TECNOLOGIA QUIMICA" , 1era. Edición, Tomo VIII pág. 657 , Tomo IX, pág. 223, Tomo VII, pág. 498 - 454. Editorial UTEHA - México.
15. Klages F. 1978. "TRATADO DE QUIMICA ORGANICA". Tomo III. Campos Especiales. Editorial Reverté S.A. Pág. 270.
16. Nelson W. L. :1984. "REFINACION DE PETROLEOS" , pág. 308, Editorial REVERTE C.A., México.
17. Rafols Wilfredo 1985. "APROVECHAMIENTO INDUSTRIAL DE PRODUCTOS AGRICOLAS". Salvat Editora. Barcelona - Madrid.
18. Rudolph Mary. 1976. "QUIMICA ORGANICA SIMPLIFICADA". Editorial Reverté. S.A. 1976. España. Pág. 386.
19. Rodríguez F. Alva M. 1989. "PRACTICAS DE QUIMICA ORGANICA PREPARATIVA". UNT.
20. Scientific American. 1983. "LOS ALIMENTOS". H. Blume Ediciones. Madrid 1983. Pág. 302 - 310.
21. Smith L. O. 1989. "QUIMICA ORGANICA". Editorial Reverté S.A. México. Pág. 621.

22. Solomons, T. 1983. "QUIMICA ORGANICA". 2º Edición. Pág. 761-762. Editorial Limusa, México.
23. Streit Wieser A. 1974. "QUIMICA ORGANICA". Tercera edición. Impreso en México. Pág. 210 - 1095.
24. Stanley H. Pine. 1976. "QUIMICA ORGANICA". Cuarta Edición. Mc. Graw Hill. México.
25. Thacher Clarke: 1975. "MANUAL DE ANALISIS QUIMICO", Manuel Marín Editor. Provenza 293 - Barcelona, 1975. Pág. 475.
26. Terence C. Owen. 1988. "CARACTERÍSTICAS DE COMPUESTOS ORGANICOS". Editorial Reverté S.A. Barcelona. University of South Florida.
27. Villacorta Simón. 1972. "PRACTICAS DE QUIMICA ORGANICA". Dpto. De Química. UNT. Pág. 19.
28. Zappi V. Enrique : 1969. "TRATADO DE QUIMICA ORGANICA" . Librería y Editorial "El Ateneo". Florida 340 - Buenos Aires. Pág. 1067.
29. "LA INDUSTRIA QUIMICA EN AMERICA LATINA". 1983. Pág. 261. New York.
30. Wade, Jr. 1993. "QUIMICA ORGANICA". 2da. Edición. Impreso en México. Pág. 705-719..

# **ANEXOS**

## 1. Análisis de Humedad:

### Procedimiento:

En una cápsula de porcelana tarada, se coloca 5 g. de coronta de maíz y se lleva a la estufa a 100°C por espacio de 2 o 3 horas, se deja enfriar en un desecador y se pesa.

Relacionamos a 100 el resultado obtenido y se encuentra el porcentaje de humedad. (Thacher, 1975)

### Cálculos:

$$\% \text{ de Humedad} = \frac{W_i - W_f}{W_i} \times 100$$

Donde:

$W_i$  = Peso de la cáscara de arroz

$W_f$  = Peso de la cáscara de arroz seca. (Thacher, 1975)

## 2. Análisis de Cenizas:

### Procedimiento:

En un crisol de porcelana previamente tarado, se coloca 5 g. de coronta de maíz fresca, se lleva a sequedad en una estufa y se deja enfriar en un desecador.

Posteriormente se saca de la estufa y se agrega una pequeña cantidad de alcohol para realizar la inflamación del producto seco, luego se coloca en la mufla a 700°C y se deja en ésta hasta que la muestra quede en cenizas blancas.

El crisol es sacado de la mufla con pinzas y colocado inmediatamente en un desecador, y vez frío se pesa y se relaciona a 100 el resultado obtenido. (Thacher, 1975)

### Cálculos:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{W_c}{W_s} \times 100 \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde:

$W_c$  = Peso de ceniza.

$W_s$  = Peso de muestra seca. (Thacher, 1975)

### 3. Determinación de Pentosanas:

**Procedimiento:**

- Pesar 1 g. de muestra,  $\pm$  0,1 mg. De precisión.
- Colocar la muestra pesada en balón de destilación de 250 ml.
- Agregar 100 ml. de HCl (12,7%) y algunos trocitos de porcelana.
- Tapar y calentar regulando la llama del mechero para recoger 30 ml. de destilado en 10 minutos. Cada vez que se destilan 30 ml. , agregar sin dejar entrar aire 30 ml. de HCl que se introducen por el tubo embudo lentamente para no interrumpir la ebullición.
- Recoger 210 ml. de destilado, lo cual debe lograrse en 70 min.
- Poner 250 g. de hielo machacado al erlenmeyer con el destilado para obtener 0°C o menos.
- Agregar 50 ml. de solución de bromuro-bromato, tapar el erlenmeyer, dejar unos minutos, agitar y dejar en reposo 5 minutos (a 0°C).
- Al cabo de 5 minutos agregar 5 g. de yoduro de potasio, volver a tapar el erlenmeyer agitar vigorosamente y titular el exceso de yodo con tiosulfato de sodio 0.1N, utilizando la solución de almidón hacia el fin de la titulación, hasta la desaparición del color azul con una gota de tiosulfato. Efectuar un ensayo en blanco, en las mismas condiciones. (21)

**Cálculos:**

El peso del furfural correspondiente a 1 ml. de tiosulfato 0.1N es 0.048 g. El factor de conversión de pentosanas en furfural es de 0.727 y de 0.88 el de la xilosa, que predomina en los pentosanas.

El porcentaje de pentosanas será:

$$\% \text{ de pentosanas} = \frac{0.48 \times 100}{0.727 \times 0.88} \frac{(V_2 - V_1)}{M}$$

$$\% \text{ de pentosanas} = \frac{7.5 N (V_2 - V_1)}{M} \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde:

N = La normalidad del tiosulfato

V<sub>1</sub> = El volumen de tiosulfato gastado por la muestra.

V<sub>2</sub> = El volumen de tiosulfato gastado en el ensayo en blanco.

M = La masa de la muestra (Rodríguez, 1989)

#### 4. Análisis del Acido Mineral:

**Procedimiento:**

Pesar un vaso de precipitación de 100 ml. completamente seco y limpio. Con una pipeta tomar volumen de ácido mineral y verter en el vaso. Se vuelve a pesar el vaso y se adiciona 3 gotas de indicador de fenolftaleína. Verter en una fiola de 250 ml. y aforar a su volumen con agua destilada, luego tomar una alícuota de 10 ml. y verter en un matraz de 300 ml. seguidamente titular con hidróxido de sodio 0.1N, hasta viraje de incolor a color grosella. (Villacorta, 1972))

**Cálculos:**

$$\% \text{ de ácido mineral} = \frac{V \times N \times n}{W} \times 100 \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde:

V = Volumen de la solución de NaOH consumidos en la valoración.

N = Normalidad de la solución de NaOH en meq./ml.

W = Peso de la muestra

n = Miliequivalentes del Acido mineral. (Villacorta, 1972)

**5. Determinación de aldehído como azúcar reductor mediante la valoración con el Reactivo de Fehling:**

**Preparación de reactivo de Fehling:**

- Solución A: Se prepara disolviendo 1.76 g. de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  en 25 ml. de agua destilada.
- Solución B: Se prepara disolviendo 2.50 g. de NaOH, 8.5 g. de tartrato de sodio y potasio (sal de sliagnet) en 25 ml. de agua destilada.

El licor o reactivo de Fehling, se prepara mezclando la solución A y B en la proporción 1: 1 cuyo color es azul.

**Factorización del licor de Fehling:**

**Proccdimiento:**

En primer lugar hay que preparar una solución de glucosa al 0,5% por separado en un matraz erlenmeyer, se miden 10 ml. de Fehling A y 10 ml. de Fehling B, se diluye con agua destilada, agregar 2 a 3 gotas de indicador azul de metileno, llevar a ebullición y de una bureta dejar caer la solución de glucosa en pequeñas proporciones, procurando mantener siempre la ebullición.

El final de esta operación es hasta la aparición de un color rojo ladrillo. Anotar el número de mililitros gastados y efectuar los cálculos.

**Cálculos:**

$$f = \frac{A \times G}{S} \quad (\text{Ec. 5})$$

**Donde:**

- f = Factor de Fehling
- A = Peso de glucosa, g.
- G = Gastos de glucosa al 0,5%, ml.
- S = Volumen de glucosa al 0,5%, ml.

**Valoración con el licor de Fehling:**

**Procedimiento:**

En un matraz erlenmeyer de capacidad adecuada, medir 10 ml de Fehling A y 10 ml, de Fehling B, se diluye con agua destilada y se agrega gotas de azul de metileno, llevar a ebullición y de una bureta dejar caer la solución análisis (1°, 2°, 3° destilado) en pequeñas proporciones procurando mantener la ebullición.

El final de esta operación es la decoloración total del indicador; se anota el número de mililitros gastados y se realizan los cálculos. (Villacorta, 1972)

**Cálculos:**

$$A.R. = \frac{f \times V_t}{V_g} \quad (Ec. 6)$$

**Donde:**

A.R. = Peso de azúcar reductor, g.

f = Factor de fehling.

V<sub>t</sub> = Volumen total de solución análisis, ml.

V<sub>g</sub> = Volumen de sal análisis gastados en la valoración, ml. (25)

**6. Determinación de Acido Acético:**

**Procedimiento:**

En un matraz erlenmeyer de 250 ml. se coloca 50 ml. de agua destilada recientemente obtenida y enfriada sin agitación agregar 2,42 g. de solución análisis. Esta mezcla se titula con NaOH 0.4825N, fenolftaleína, para obtener el % de ácido acético, anotar el número de mililitros gastados y se hace los cálculos. (Villacorta, 1972)

**Cálculos:**

$$\% \text{ de Ac. Acético} = \frac{V \times N \times 0.06}{W} \times 100 \quad (Ec. 7)$$

Donde:

V = Volumen de solución de NaOH 0.4825 N (gastados), ml.

N = Normalidad de la solución de Na OH, ml.

W = Peso de la muestra, g. (Villacorta, 1972)

## 7. Determinación de Agua usando Sal Anhidra:

**Procedimiento:**

Pesar en balanza analítica 2,42 g. del producto final en un vaso de precipitación de 100 ml., se añade 0.58 g. de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  anhidro; luego se decanta y el residuo pastoso es secado en estufa a  $88^\circ\text{C}$ ; por diferencia de peso, se puede obtener el porcentaje de agua en el producto final.

Cálculos:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad (\text{Ec. 8})$$

Donde:

$W_1$  = Peso del residuo húmedo, g.

$W_2$  = Peso del residuo seco, g.

## 8. Determinación de Alcoholes:

**Preparación:**

En un matraz de 50 ml. disolver 8 g. de cloruro de zinc en 5 ml. de HCl químicamente puro.

**Procedimiento de análisis para determinar alcoholes primarios, secundarios y terciarios:**

Se dispone de tres tubos de ensayo secos y limpios agregar 1 ml. de la muestra a cada tubo; luego se adiciona 1,5 ml. de reactivo de Lucas a cada uno de los tubos de ensayo, agitar vigorosamente, colocarlos en baño maría; tomar cuidadosamente el tiempo en que se forman en cada tubo dos capas insolubles.

**Alcoholes terciarios:**

La formación inmediata de dos fases indica la presencia de estos alcoholes.

**Alcoholes secundarios:**

Se somete a baño maría durante 4 minutos; la formación de un precipitado nos indica la presencia de estos alcoholes.

**Alcoholes Primarios:**

Se somete a baño maría durante 15 minutos; si no se forma precipitado, esto nos indica la presencia de alcoholes primarios.

**Ensayo de diferencias de los alcoholes etílico y Métilico:**

**Ensayo del acetato.**

Se añade 1 ml. de ácido acético concentrado, a una mezcla de 1 ml. de muestra y 1 ml. de ácido acético glacial en un tubo de ensayo. La mezcla se calienta suavemente (sin llegar a ebullición) y después se enfría por debajo de 20°C y se añaden 5 ml. de una solución de sal común fría. Obsérvese el olor característico del éster formado. (Rodríguez, 1983)

## **9. Determinación de Acetona:**

**Procedimiento:**

En tubo de ensayo tomar 5 ml. de muestra y unos 5 ml. de solución de iodo ( $I_2/KI$ ); luego añadir hidróxido de sodio hasta la aparición de un precipitado amarillo que es el iodoformo. Esta reacción es característica de las metilcetonas.

## **10. Prueba por Condensación con Anilina:**

**Procedimiento:**

En un tubo de ensayo se toma una muestra del producto obtenido luego se adiciona anilina en presencia de ácido acético glacial. La aparición de una coloración roja o rosada, indicará la presencia de furfural.

## **11. Determinación del Índice de refracción:**

### **Procedimiento:**

Se procede a calibrar el refractómetro, manteniendo una lámpara eléctrica o pequeño foco junto a la mirilla del tubo de anteojo cerca al ocular; se hace girar el círculo graduando hasta cero. La luz debe ser cuidadosamente enfocada para obtener el máximo de intensidad y precisión. Para medir el índice de refracción de la muestra, primeramente se limpia el lente del refractómetro con un algodón humedecido con acetona, lo que se repite en cada muestra.

Luego se procede a medir cada una de las muestras colocando más gotas de ellas sobre el lente, se toma su respectivo valor para compararlos con los existentes en la bibliografía para dicho producto.

## **12. Determinación de la Densidad:**

### **Procedimiento:**

Pesar una probeta graduada en balanza analítica, luego adicionar un volumen determinado de muestra. Proceder a pesar la probeta conteniendo la muestra; por diferencia de peso se obtiene los gramos de muestra.

Por lo tanto la densidad del producto se obtiene dividiendo los gramos de muestra entre el volumen obtenido.

## **13. Determinación de la Estructura del Producto usando la Espectroscopía Infrarroja:**

### **Procedimiento:**

Preparar la muestra líquida sin ningún diluyente, colocar la muestra entre los dos platos circulares de cloruro de sodio. Luego someter la muestra a la acción IR en el rango de 4,000 - 600  $\text{cm}^{-1}$ .

#### **14. Determinación de la Estructura del Producto usando la Espectroscopía Ultravioleta**

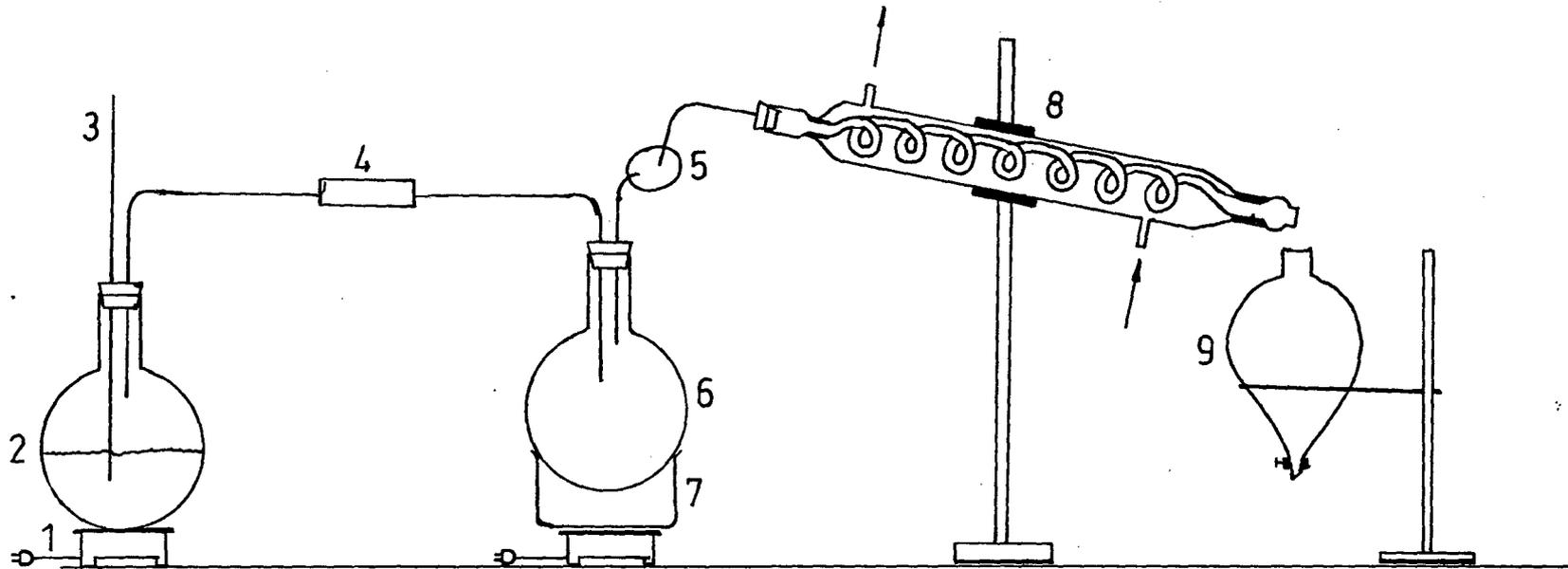
##### **Visible:**

##### **Procedimiento:**

La muestra se disuelve en un solvente que no absorva a mas de 200 nm. La solución de la muestra se coloca en una celda de cuarzo y se coloca un poco de solvente (cloroformo) en la celda de referencia.

Luego se somete la muestra a la acción UV de 190 a 820 nanómetros.

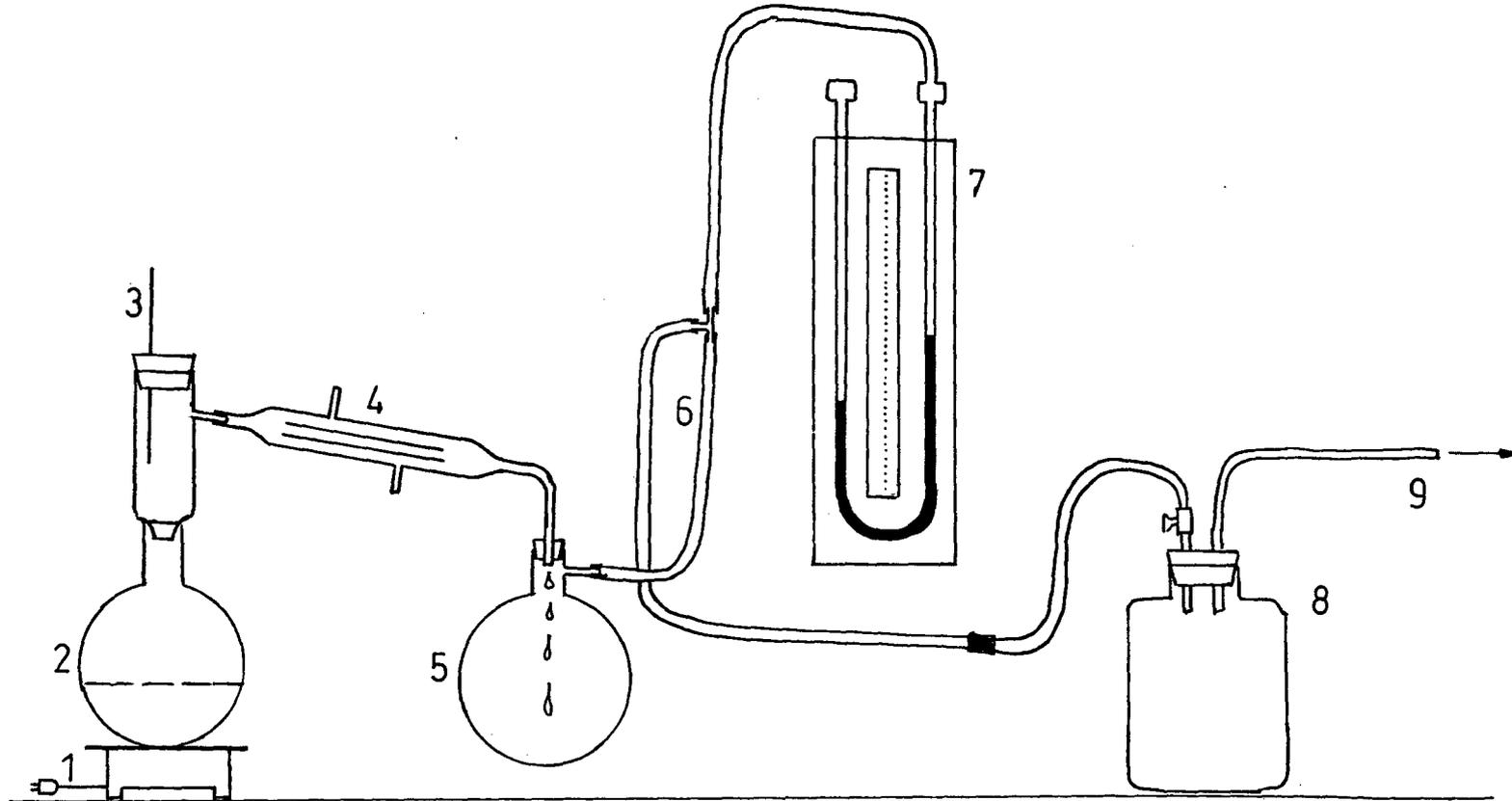
EQUIPO UTILIZADO EN LA  
PRIMERA DESTILACIÓN



1. COCINA ELÉCTRICA
2. BALÓN CONTENIENDO EL AGUA
3. COLUMNA BAROMÉTRICA
4. PUENTE DE VAPOR
5. AMPOLLA DE KHELUAL

6. BALÓN CONTENIENDO LA CORONTA EN EL ÁCIDO
7. RECIPIENTE DE ALUMINIO CONTENIENDO EL ACEITE DE PARAFINA
8. REFRIGERANTE DE LIEBEG
9. EMBUDO DE DECANTACIÓN
10. SOPORTE METÁLICO

EQUIPO UTILIZADO  
EN LA SEGUNDA  
DESTILACION



1. COCINA ELÉCTRICA
2. BALÓN CONTENIENDO EL PRODUCTO DE LA 1RA. DESTILACIÓN
3. TERMÓMETRO
4. PUENTE DE EDESTILACIÓN
5. BALÓN CONTENIENDO EL 2DO. DESTILADO

6. MANGUERILLAS DE PLÁSTICO
7. MANÓMETRO
8. FRASCO DE SEGURIDAD
9. BOMBA