

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

UES BIBLIOTECA CENTRAL



INVENTARIO: 10111569

APROVECHAMIENTO DE LOS DESECHOS DE LA INDUSTRIA JABONERA  
PARA RECUPERACION DE GLICERINA

SEMINARIO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

RODOLFO ANTONIO AQUINO RIVERA

PARA OPTAR EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO  
EN EL GRADO DE LICENCIADO

MAYO DE 1975

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR EN FUNCIONES:

DR. CARLOS ALFARO CASTILLO

SECRETARIO GENERAL:

DR. MANUEL ATILIO HASBUN

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO: ING. RODOLFO JENKINS G.

VICE DECANO: ARQ. GUILLERMO GONZALEZ G.

SECRETARIO: ING. WERNER E. HEYMANN

DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA:

COORDINADOR DE LAS ACTIVIDADES ACADEMICO DOCENTES:

ING. GUSTAVO NERY IRAHETA A.

DIRECTOR DEL TRABAJO:

LIC.VICTOR MANUEL SEGURA LEMUS

Jefe de la Sección de Control de Calidades del Centro

Nacional de Tecnología Agropecuaria (CENTA)

Profesor Titular de Química Analítica

Profesor Titular de Tratamiento de Aguas

ASESORES:

ING.GUSTAVO NERY IRAHETA A.

Gerente de Producción de ELASTEX

Coordinador de las Actividades Académico Docentes

del Departamento de Ingeniería Química

Profesor Titular de Físico Química

LIC.BLANCA MARGARITA AREVALO DE GIL

Profesor Titular de Físico Química

Profesor Titular de Procesos Unitarios

D E D I C A T O R I A

A MIS ABNEGADOS PADRES:

PORFIRIO AQUINO QUEVEDO

MARTHA RIVERA DE AQUINO

A MI ADORADA NOVIA:

MILÁGRO LUCIA AGUILAR RUIZ

A MIS QUERIDOS HERMANOS:

PORFIRIO

ROSA ADELA

JULIA DOLORES

OSCAR EDMUNDO

MARTHA GLADIS

ADRIAN ALCIDES

A G R A D E C I M I E N T O S

A INDUSTRIAS UNISOLA S.A. POR LA COLABORACION  
PRESTADA EN LA OBTENCION DE MUESTRAS DE LEJIA Y  
EL USO DE SU LABORATORIO.

A LOS ASESORES DE MI TRABAJO Y DE MANERA ESPECIAL  
AL DIRECTOR, LIC.VICTOR MANUEL SEGURA LEMUS.

## I N D I C E

	<u>No. Página</u>
INTRODUCCION	1
CAPITULO I	
ANALISIS QUIMICO DE MUESTRAS DE DESECHO Y ANALISIS ESTIMADO DE PRODUCCION Y CALIDAD DE DESECHOS DE JABONERIAS	3
I.1	
Propiedades Físicas y Químicas de la Glicerina	3
I.2	
Reacciones Químicas que presenta	3
I.3	
Usos de la Glicerina	5
I.4	
Análisis de muestras de desechos	7
I.4.1	
Muestreo	7
I.5	
Métodos para análisis de mues- tras de desechos	7
I.5.1	
Determinación de Glicerol	7
a) Método de oxidación del Peryodato de Sodio	7
b) Reacciones que se llevan a cabo	8
c) Cálculo del equivalente gramo del Glicerol	8
d) Aparatos y Material utilizados	9

	<u>No. Página</u>
e) Reactivos utilizados	9
f) Procedimiento	12
g) Cálculo del porcentaje de Glicerol	14
I.5.2 Determinación de Cloruro de Sodio	15
a) Método de Mohr de determina- ción de Cloruros en Legías	15
b) Reacciones que se llevan a cabo	16
c) Cálculo del equivalente gramo del Cloruro de Sodio	16
d) Material utilizado	16
e) Reactivos utilizados	17
f) Procedimiento	17
g) Cálculo del porcentaje de Cloruro de Sodio	17
I.5.3 Determinación de Carbonato é Hidróxido de Sodio en Lejías	18
a) Método de C. Winkler	18
b) Material y equipo utilizados	19

	<u>No. Página</u>
c) Reactivos utilizados	19
d) Procedimiento	20
e) Reacciones que se llevan a cabo en la dterminación de Hidróxido de Sodio	20
f) Cálculo del equivalente gramo del Hidróxido de Sodio	21
g) Cálculo del porcentaje de Hidróxido de Sodio	21
h) Cálculo del equivalente gramo del Carbonato de Sodio	21
i) Reacciones que se llevan a cabo en la determinación de Carbonato de Sodio	21
j) Cálculo del porcentaje de Carbonato de Sodio	21
I.5.4 Resultados obtenidos de los análisis de diferentes muestras	22
I.6 Análisis estimado de producción de desechos y calidad	23



	<u>No. Página</u>	
CAPITULO II	RECOPIACION DE METODOS DE SEPARACION DE GLICERINA	25
II.1	Generalidades	25
II.2	Métodos de separación de Glicerina	26
II.3	Comentarios al Capitulo II	41
CAPITULO III	EVALUACION DE LOS METODOS DE SEPARACION EN DESECHOS Y DEFINI- CION DE LA CALIDAD DE LA GLICERINA SEPARADA	44
III.1	Teoría sobre los métodos de separación de Glicerina	44
	Método de Van Ruybecke de Destilación de la Glicerina	49
	Proceso de obtención y puri- ficación de Glicerina con eva- poración en multiple efecto	50
	Disposición de equipo en una planta de purificación de Lejía de Jabón	52
	Evaporador de Simple efecto con cajas de sal	54

III.2	Métodos de separación efectuados	58
	a) Método V modificado	58
	b) Método VI modificado	59
	c) Método XIV modificado	61
III.3	Comparación de la calidad de Glicerina separada con Glicerinas importadas cali- dad Industrial y Reactivo	65
	Resultados obtenidos en los diferentes métodos efectuados	66
	Propiedades de soluciones pre- paradas de Glicerinas importa- das calidades Industrial y Reactivo	
III.4	Conclusiones al Capitulo III	70
CAPITULO IV	ESTUDIO DE MERCADO	71
IV.1	Generalidades de Mercado	71
	Tabla de precios de reactivos calidad industrial	73

	<u>No. Página</u>
Valor de reactivos utilizados en cada método utilizando Acido Clorhídrico	74
valor de reactivos utilizados en cada método utilizando Acido Sulfúrico	75
Tabla de Costos Primos para los métodos de separación efectuados	76
IV.2 Mercado de la Glicerina	78
IV.2.1 Antecedentes	78
IV.2.2 Identificación de calidades	78
IV.2.3 Areas de mercado	78
IV.2.4 Datos sobre producción e Impor- tación de Glicerina.	79
IV.3 Conclusiones al Capítulo IV	84
 BIBLIOGRAFIA	 86

## I N T R O D U C C I O N

El objetivo del presente seminario, es utilizar un subproducto que hasta el momento, es un desecho para la industria jabonera.

Hasta 1948, la Glicerina era obtenida casi completamente como un subproducto del jabón y por lo tanto, su abastecimiento dependía directamente de dicha producción.

A principios de 1948 se comercializó la producción de Glicerina sintética y en 1955 había alcanzado el 35% de la producción total; del 65% restante, la cuarta parte era producida por hidrólisis directa. Esta pérdida gradual en el porcentaje de producción se considera debida a la disminución en la demanda de jabones por la creciente producción de detergentes sintéticos.

(4)

Sin embargo, la fabricación de Glicerina como subproducto de la fabricación de jabones, no ha disminuido.

Actualmente la Lejía, que es una solución acuosa conteniendo Glicerina del 8 al 12% en peso, Cloruro de Sodio del 8 al 12% en peso y otras sustancias, no está siendo utilizada en nuestro país. (Ver sección I.6)

En la industria jabonera, específicamente en la producción de jabones finos, se separa la Lejía del jabón, siendo ésta la que se desecha. En la fabricación de jabones para uso doméstico, no se separa la Lejía sino que se evapora el agua y la Glicerina queda en el Jabón.

Es conveniente hacer conciencia en los fabricantes de jabón, de la demanda actual de Glicerina y de la cantidad de dinero que están perdiendo por no separar la Lejía; además, la separación de ésta de los jabones, no disminuye su poder detergente.

Para recuperar la Glicerina, los jaboneros deben cambiar su sistema actual de producción, por el sistema de bandejas, en el cual se facilita la separación de las capas jabonosas (sólida) y acuosa (Lejía), lo que compensaría la inversión, pues no es lógico estar importando Glicerina para diversos usos si es posible producirla en el país.

ANALISIS QUIMICO DE MUESTRAS DE DESECHO Y ANALISIS ESTIMADO  
DE PRODUCCION Y CALIDAD DE DESECHOS DE JABONERIAS

I.1 Propiedades físicas y químicas de la Glicerina (4) y (7)

$\text{CH}_2\text{OH} - \text{CHOH} - \text{CH}_2\text{OH}$  1,2,3 Propanotriol, Glicerol o Glicerina. Líquido incoloro, transparente, viscoso, higroscópico, de sabor dulce.

Peso Molecular = 92.09

Punto de Fusión = 17.9°C

Punto de Ebullición normal = 290.0°C

$d_{25}^{25} = 1.2620$  (Glicerol 100%)

Presión de vapor a 20°C = 0.00035 mm de Hg

Viscosidad a 20°C = 939 centipoises (Glicerol 98%)

Calor específico a 26°C = 0.5795 cal/gr (Glicerol 99.94%)

Calor de vaporización a 55°C = 21,060 cal/mol

Punto de inflamación = 177°C

Punto de combustión = 204°C

Solubilidad: Completamente miscible con Agua y Alcohol, insoluble en los hidrocarburos; poco soluble en Eter, Acetato de Etilo y Dioxano.

Sus soluciones son neutras.

I.2 Reacciones que presenta

El Glicerol (Glicerina), alcohol trivalente, forma éster-

res, éteres, haluros, aldehidos, aminas y algunos compuestos no saturados como la acroleína; puesto que es un alcohol, la Glicerina puede formar también sales como el Gliceróxido de Sodio. (1)

Por oxidación, la Glicerina da una gran variedad de productos según las condiciones en que se verifica la reacción. Puede producir explosión si se trata la Glicerina con oxidantes fuertes como el Trióxido de Cromo, Cloruro de Potasio y Permanganato de Potasio. En las soluciones diluídas, la oxidación se realiza con mayor lentitud, formándose diversos productos de descomposición. El hierro que a veces se encuentra en la Glicerina, es causa de oscurecimiento en mezclas que contengan fenoles, salicilatos, tanino, etc. Con Acido Bórico o Borato de Sodio, la Glicerina forma un complejo denominado Acido Glicerobórico, que tiene una acidéz mucho mayor que la del Acido Bórico. (1)

Usando agentes oxidantes suaves, es posible oxidar solamente un grupo hidróxilo para obtener Gliceraldehido ( $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CHOH}-\text{CHO}$ ) y Dihidroxiacetona ( $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CO}-\text{CH}_2\text{OH}$ ). Estos compuestos pueden considerarse como la Aldosa y la Cetosa más sencillas y la mezcla de los dos compuestos obtenidos partiendo de la Glicerina, se ha llamado también Glicerosa. El Acido Nítrico convierte la Gli-

cerina en Acido Glicérico ( $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CHOH}-\text{COOH}$ ) que se funde a  $134-135^\circ\text{C}$  cuando es puro, pero que por lo general se obtiene en forma de líquido oleoso y siruposo, soluble en Agua y en Alcohol Etilico pero insoluble en Eter. (10)

### I.3 Usos de la Glicerina

Los usos de la Glicerina en la industria son muy numerosos; las mayores cantidades se emplean en la fabricación de resinas sintéticas, gomas de ésteres, Dinamita, Nitroglicerina,, en el tratamiento del Tabaco, en la fabricación de películas de celulosa, envolturas para carnes y tripas artificiales. (1)

Se usa también en la fabricación de pastas dentrificas, cosméticos, productos farmacéuticos y productos alimenticios. (1)

Se utiliza también en los líquidos anticongelantes, para las instalaciones automáticas de lluvia contra incendios, para evitar la escarcha sobre el vidrio, para impedir la acumulación de hielo sobre superficies, en líquidos electrolíticos, para hacer telas galvanizadas y pararrayos. (5)

Se emplea en líquidos hidráulicos, en líquidos refrigerantes y en líquidos para enfriar metales al cortarlos. (8)



En la fabricación del caucho, en los tratamientos del cuero, en el acabado y apresto de los tejidos. (8)

Encuentra uso en los compuestos del cemento, en especial en los cementos a base de Glicerina y Litargirio para --  
tinias y fregaderos, reparación de válvulas, reparación de alambiques y unidades destiladoras, para evitar la corrosión por los ácidos en cementos, para juntas de tuberías, cementos para hornos y compuestos para volver a roscar piezas. (10)

Se usa también en líquidos para embalsamar, en pinturas, para ocultar o proteger superficies por pulverización, - en lubricantes para frenos de aire, en la fabricación de termómetros de mercurio, manómetros para motores, equipo eléctrico y para refinación del petróleo. (5)

En materiales de limpieza como agentes humectantes, en emulsificantes, emulsiones de cera y protectores industriales para la piel. (8)

En trabajos de laboratorio e investigación para la fabricación de reactivos químicos, colorantes básicos y compuestos químicos é insecticidas diversos. (8)

En adelgazadores de alquitrán, en productos de asfalto, productos cerámicos y fotográficos, tratamientos del cuero y adhesivos. (14)

Es uno de los productos más valiosos en farmacia; es di-

solvente y antiséptico, apenas inferior al Alcohol. (15)✓

Es de gran utilidad para conservar sustancias húmedas - por su higroscopicidad.

Es un emoliente usualmente útil en diversas enfermedades de la piel y se adapta a gran número de aplicaciones por su sabor agradable y carencia de toxicidad. (15)

#### I.4 Análisis de Muestras de Desechos.

##### I.4.1 Muestreo

Las muestras de Lejía fueron colectadas en INDUSTRIAS UNISOLA S.A., de tamaño aproximado de 500 mililitros, en frascos transparentes de boca ancha, a temperatura aproximada de 60 - 80°C tapándose inmediatamente y dejando enfriar a temperatura ambiente.

Las muestras tenían materia jabonosa en suspensión, la cual fue necesario eliminarle por filtración, debido a que provoca interferencia con los análisis.

#### I.5 Métodos para análisis de muestras de desechos

##### I.5.1 Determinación de Glicerol

a) Método de oxidación del Peryodato de Sodio: (11)  
Este método determina Glicerina y otros polialcoholes que contengan tres o más grupos hidróxilo adyacentes.

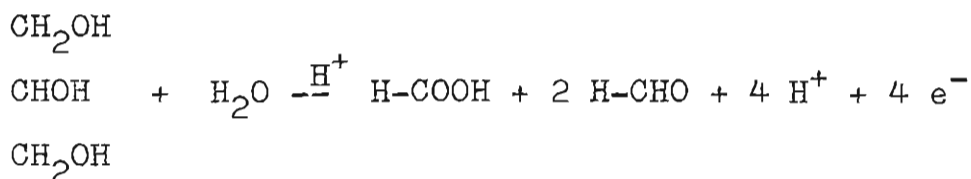
La Glicerina reacciona con el Peryodato de Sodio en solución ácida, formando Metaldehido y Acido - Fórmico.

El Acido Fórmico es una medida del contenido de Glicerina en la muestra, determinándose éste por neutralización con Hidróxido de Sodio.

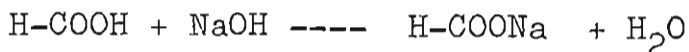
Es aplicable a cualquier solución de Glicerina, siempre y cuando no contenga además, compuestos polihídricos con tres o más grupos hidroxílicos adyacentes, a menos que - estos compuestos sean removidos antes del análisis con el reactivo de Peryodato de Sodio.

b) Reacciones que se llevan a cabo: (13)

b-1) Descomposición de la Glicerina en Metaaldehído y Acido Fórmico por acción oxidante del Acido Peryódico.



b-2) Neutralización del Acido Fórmico con solución de Hidróxido de Sodio.



c) Cálculo del equivalente gramo del Glicerol: (2)

$$\text{Eq. NaOH} = \text{eq. HCOOH} \times \frac{1 \text{ mol HCOOH}}{\text{eq. HCOOH}} \times \frac{1 \text{ mol glicerol}}{1 \text{ mol HCOOH}}$$

$$\frac{92.09 \text{ g}}{\text{mol glicerol}}$$

Equivalente del Glicerol = Eq. NaOH = 92.09 gr. de Glicerol.

Miliequivalente del Glicerol = 0.09209 gramos

d) Aparatos y Material utilizados: (11)

- 1- Bureta calibrada de 50 mililitros. El tiempo de descarga no debe ser menor de 90 segundos para 50 mililitros.
- 2- Pipetas de 50 ml con tiempo de descarga estandarizado, para descargar la misma cantidad de muestra y blanco.
- 3- Agitador de velocidad variable, eléctrico o mecánico.
- 4- Medidor de pH
- 5- Beaker de 600 mililitros.
- 6- Frascos volumétricos de 500 mililitros
- 7- Balanza analítica

e) Reactivos utilizados: (11)

e.1- Solución de Peryodato de Sodio

- a) Disolver 60 gr. de Peryodato de Sodio ( $\text{NaIO}_4$ ) en agua destilada conteniendo 120 ml de Acido Sulfúrico 0.1 N y diluir a 1000 ml. Almacenar en botella oscura de vidrio.
- b) Prueba de calidad de la solución:  
Pipetear 10 ml de la solución de Peryodato de Sodio en un frasco volumétrico de 250 ml. aforar y agitar vigorosamente.  
Colocar de 0.6 a 0.5 gramos de Glicerina Químicamente Pura en 50 ml de agua destilada, añadir 50 ml. de solución diluida de Peryodato.

de Sodio con una pipeta.

Preparar un blanco utilizado 50 mililitros de Agua Destilada. Dejar descansar 30 minutos, agregar 5 mililitros de Acido Clorhídrico, 10 ml. de solución de Yoduro de Potasio al 15% y rotar para mezclar. Dejar descansar 5 minutos y agregar 100 mililitros de - Agua Destilada. Titular con solución 0.1 N de Tiosulfato de Sodio, agitando continuamente hasta que el color amarillo casi desaparece.

Añadir 1 ó 2 mililitros de Solución Indicadora de Almidón y continuar la titulación, agregando la solución de tiosulfato suavemente hasta que el color azul desaparezca. La solución de peryodato es satisfactoria cuando la titulación de la solución conteniendo Glicerol dividida entre la titulación del blanco, está entre 0.750 y 0.765.

- e.2- Solución de Hidróxido de Sodio 0.1250 N estandarizada con Ftalato Acido de Potasio usando Fenolftaleína como indicador.
- e.3- Solución de Hidróxido de Sodio 0.05 N
- e.4- Solución de Acido Sulfúrico 0.2 N
- e.5- Ftalato Acido de Potasio

- e.6- Solución indicadora de Fenolftaleína al 1% en Alcohol de 95%
  
- e.7- Solución indicadora de Azul de Bromotimol al 0.1% en Agua Destilada. Disolver 0.1 gramos de indicador seco en 16 de Hidróxido de Sodio 0.01 N moliendo el indicador con el álcali en un mortero. Transferir a un frasco volumétrico de 100 ml. aforar con Agua Destilada y mezclar vigorosamente.
  
- e.8- Solución de Etilen Glicol. Mezclar un volumen de Etilen Glicol y un volumen de Agua Destilada.
  
- e.9- Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N estandarizada.
  
- e.10 Acido Clorhídrico
  
- e.11 Solución indicadora de Almidón. Hacer una pasta homogénea de 10 gramos de Almidón Soluble, en agua fría. Agregar a esto, 1 Litro de Agua Destilada hirviendo, agitar rápidamente y enfriar.  
Agregar Acido Salicílico para preservar el indicador.
  
- e.12 Solución de Yoduro de Potasio. Disolver 150

gramos en Agua Destilada y aforar a 1 Litro.

e.13 Solución Tampon (pH=4). Secar 50 gramos de -  
Ftalato Acido de Potasio a 100°C durante dos  
horas y enfriar a temperatura ambiente en un  
desecador. Transferir 10.21 grs. de Ftalato  
Acido de Potasio seco a un frasco volumétrico  
de 1 Litro. Disolver en Agua Destilada y  
mezclar vigorosamente.

f) Procedimiento: (11)

f.1-Cuando la muestra es menor de 50 mililitros  
diluir con Agua Destilada hasta ese volumen  
en el paso de la titulación.

El peso aproximado de muestra a ser tomado  
para análisis de contenido de Glicerol, se  
dá en la tabla siguiente:

% de Glicerol en productos a analizar	Muestra a ser pesada en grs.
100 ó menos	0.40 - 0.53
90 ó menos	0.45 - 0.55
80 ó menos	0.50 - 0.60
70 ó menos	0.55 - 0.75
60 ó menos	0.65 - 0.85
50 ó menos	0.80 - 1.00
40 ó menos	0.90 - 1.30
30 ó menos	1.20 - 1.80
20 ó menos	1.80 - 2.60
10 ó menos	4.00 - 5.00
5 ó menos	7.00 -11.00
2.5 ó menos	16.00 -20.00
1.0 ó menos	40.00
0.5 ó menos	80.00

2. Añadir 5 ó 7 gotas de indicador Azul de Bromotimol a la muestra en el beaker de 600 mililitros y acidificar con Acido Sulfúrico 0.2 N hasta un color verde definido ó color amarillo verdoso. Neutralizar con Hidróxido de Sodio 0.05 N hasta el punto final del indicador, un color azul definido libre de color verde.
- Agregar una gota cada vez cuando se aproxima -



al punto final, transición verde oscuro a azul.

En este punto, preparar un blanco conteniendo 50 mililitros de Agua Destilada, pero no Glicerol y ajustar el pH a la par de la muestra de manera idéntica, utilizando el indicador, antes de agregar la solución de Peryodato de Sodio.

Agregar 50 ml de solución de Peryodato de Sodio con una pipeta, agitar, cubrir con un vidrio de reloj y dejar descansar 30 minutos a temperatura ambiente.

Al final de este período añadir 10 mililitros de disolución de Etilen Glicol-Agua y dejar reposar 20 minutos. Diluir a aproximadamente 300 mililitros y titular, con NaOH 0.125 N, utilizando el medidor de pH para determinar el punto final, pH = 6.5 ± 0.1 para el blanco y 8.1 para la muestra. Cuando se acerca al punto final, agregar el álcali gota a gota.

g) Cálculo del porcentaje de Glicerol: (11)

$$\% \text{ Glicerol} = \frac{(S - B) \times N \times 9.209}{W}$$

S = Mililitros de solución NaOH para titular la muestra.

B = Mililitros de solución de NaOH para titular el blanco.

N = Normalidad de la solución de NaOH

W = Peso de la muestra en gramos

### I.5.2. Determinación de Cloruro de Sodio

a) Método de Mohr de determinación de cloruro en Lejías:  
(3).

Este método de determinación por precipitación, utiliza un indicador que forma con la solución reactivo añada, un precipitado difícilmente soluble y francamente coloreado en el punto de equivalencia.

Como la totalidad de los cloruros han precipitado en forma de cloruro de Plata difícilmente soluble, en el transcurso de la valoración de una solución de Cloruro de Sodio, un ligero exceso de iones Plata es capaz, junto con los iones de Cromato, de rebasar el producto de solubilidad del Cromato de Plata, de color rojo y difícilmente soluble.

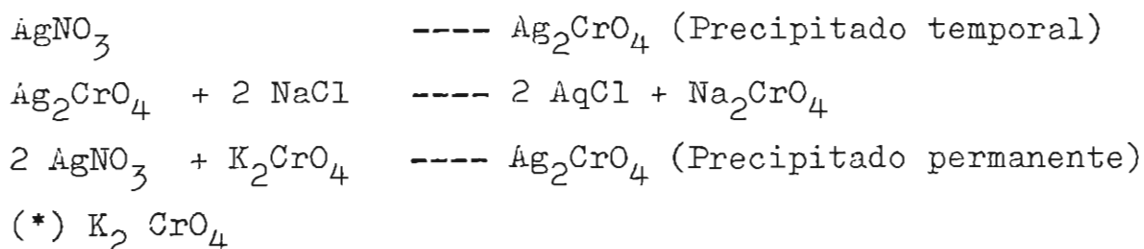
Si a una solución de cloruro, con solución de Cromato de Potasio se añade solución de Nitrato de Plata, se forma primeramente Cloruro de Plata y el precipitado rojo de Cromato de Plata que pueda formarse desaparece al agitar, porque reacciones con los iones de cloruro y forma Cloruro de Plata soluble en menor inten-

sidad.

Cuando todo el Cloruro se ha transformado en Cloruro de Plata, la siguiente gota de solución de Nitrato de Plata comunica al líquido un color rojizo, característico de la formación de Cromato de Plata.

b) b) Reacciones que se llevan a cabo: (17)

Indicador (\*)



c) Cálculo del equivalente gramo del Cloruro de Sodio: (2)

$$\text{Eq. AgNO}_3 = \text{eq. NaCl} \times \frac{58.5 \text{ gr NaCl}}{\text{eq. NaCl}}$$

$$\text{Eq. NaCl} = \text{Eq. AgNO}_3 = 58.5 \text{ gramos de NaCl}$$

$$\text{Miliequivalente de NaCl} = 0.0585 \text{ gramos}$$

d) Material utilizado:

- 1- Erlenmeyer de 250 mililitros
- 2- Pipetas volumétricas
- 3- Bureta calibrada de 50 mililitros
- 4- Filtro Gooch
- 5- Crisol de Platino
- 6- Balanza analítica

e) Reactivos utilizados: (3)

1- Solución de Cromato de Potasio al 1% P/V

2- Carbonato de Calcio

3- Solución de Nitrato de Plata estandarizada 0.1 N

f) Procedimiento: (3)

f.1-Pesar 3 muestras (0.3 - 0.5 gramos) y colocar cada muestra en frascos erlenmeyer de 250 mililitros.

f.2-Añadir a cada muestra, 75 mililitros de Agua Destilada y un mililitro de Cromato de Potasio al 1% P/V. Agregar 1 gramo de Carbonato de Calcio para determinar el viraje de la titulación.

f.3-Titular la solución con Nitrato de Plata hasta alcanzar el punto final (café rojizo tenue).

f.4-Determinar una titulación en blanco y sustraer del volumen gastado en la titulación de la muestra.

g) Cálculo del porcentaje de Cloruro de Sodio: (3)

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(V_A - V_B) \times N \times \text{meq. del NaCl} \times 100}{W}$$

$V_A$  = Mililitros de solución de  $\text{AgNO}_3$  para titular la muestra.

$V_B$  = Mililitros de solución de  $\text{AgNO}_3$  para titular el blanco.

N =Normalidad exacta de la solución de  $\text{AgNO}_3$

W=Peso de la muestra en gramos

I.5.3 Determinación de Carbonato e Hidróxido de Sodio en Lejías.

a) Método de C. Winkler (2)

Todos los carbonatos reaccionan con los ácidos de manera similar a la igualdad:



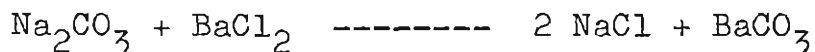
El Acido Carbónico, débil y fácilmente volátil, es desalojado completamente por los ácidos minerales.

De ahí que los carbonatos pueden valorarse directamente con un ácido, exactamente como los hidróxidos. La determinación se efectúa en frío con ayuda de Anaranjado de Metilo como indicador.

Los carbonatos se pueden determinar por valoración directa ó por diferencia; éste último método se emplea siempre que se trata de la determinación de carbonatos insolubles en agua.

El método de C. Winkler consiste en averiguar el álcali total contenido en la Lejía, por valoración alcali-

métrica en frío y con ayuda del Anaranjado de Metilo como indicador. En una segunda muestra se precipitan luego los iones carbonato en forma de Carbonato de Bario in soluble, por adición de un exceso de solución neutra de Cloruro de Bario:



Por último se valoran los iones hidróxilo que han quedado en solución, con Acido Oxálico 0.1 N empleando Fe nolftaleína como indicador. El Acido Oxálico gastado - para ello da, pues, la cantidad de hidróxido alcalino i nicialmente existente y restándola del contenido alcalino total, se obtiene la proporción del carbonato alcalino. Es más conveniente utilizar Acido Oxálico, pues és te, a diferencia del Acido Clorhídrico o Acido Sulfúrico, no ataca al Carbonato de Bario.

b) Material y equipo utilizado:

- 1- Erlenmeyer de 250 mililitros
- 2- Pipetas volumétricas
- 3- Buretas calibradas de 50 mililitros
- 4- Frascos volumétricos

c) Reactivos utilizados: (2)

- 1- Acido Clorhídrico 0.1 N
- 2- Indicador de Anaranjado de Metilo al 1% en solución acuosa.

- 3- Indicador de Fenolftaleína al 1% en solución alcohólica al 50%.
- 4- Solución de Cloruro de Bario 0.1 N
- 5- Solución de Hidróxido de Sodio 0.1 N
- 6- Acido Oxálico 0.1 N

d) Procedimiento: (2)

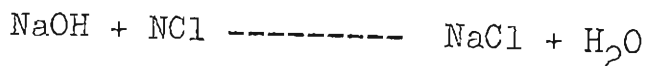
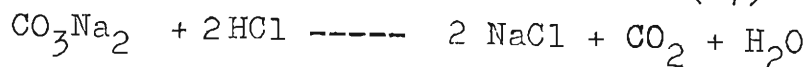
- 1- Pesar 10 gramos de muestra, colocarlos en un frasco volumétrico de 500 mililitros y aforar con Agua Destilada hervida y exenta de Anhídrido Carbónico.
- 2- Tomar una alícuota de 25 mililitros de ésta solución y valorar en frío con Acido Clorhídrico 0.1 N después de añadir Anaranjado de Metilo, como indicador.

Resultado =  $V_A$  mililitros de HCl 0.1 N gastados

- 3- Se añaden unas gotas de Fenolftaléina a 50 mililitros de solución 0.1 N de Cloruro de Bario y se neutraliza exactamente con solución de Hidróxido de Sodio 0.1 N. Se agregan luego 25 mililitros de la solución que se analiza. Dejar reposar 10 minutos y el líquido enturbiado por el Carbonato de Bario precipitado, se valora lentamente y agitando sin cesar con Acido Oxálico 0.1 N hasta la decoloración del indicador.

Resultado =  $V_B$  mililitros de Acido Oxálico 0.1 N gastados.

e) Reacciones que se llevan a cabo: (17)



f) Cálculo del equivalente del Hidróxido de Sodio (2)

$$\text{Eq. HCl} = \text{Eq. NaOH} \times \frac{39.999 \text{ gr NaOH}}{\text{eq. NaOH}}$$

$$\text{Eq. NaOH} = \text{Eq. HCl} = 39.999 \text{ gr de NaOH}$$

$$\text{Meq NaOH} =$$

g) Cálculo del porcentaje de Hidróxido de Sodio (2)

$$\% \text{ NaOH} = \frac{V_B \times N \times \text{meq. NaOH} \times 100}{W} \times \frac{500}{25}$$

$V_B$  = Mililitros gastados de Acido Oxálico 0.1 N

N = Normalidad del Acido Oxálico

W = Peso de la muestra en gramos

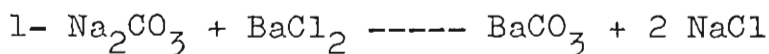
h) Cálculo del equivalente del Carbonato de Sodio (2)

$$\text{Eq. Ac. Oxálico} = \text{Eq. Na}_2\text{CO}_3 \times \frac{(105.984 \text{ gr Na}_2\text{CO}_3 / 2)}{\text{Eq. Na}_2\text{CO}_3}$$

$$\text{Eq. Na}_2\text{CO}_3 = \text{Eq. Acido Oxálico} = 52.992 \text{ gr de Na}_2\text{CO}_3$$

$$\text{Meq Na}_2\text{CO}_3 = 0.052992 \text{ gr de Na}_2\text{CO}_3$$

i) Reacciones que se llevan a cabo: (16)



j) Cálculo del porcentaje de Carbonato de Sodio: (2)

$$\% \text{ Na}_2\text{CO}_3 = \frac{(V_A - V_B) \times N \times \text{meq. Na}_2\text{CO}_3 \times 100}{W} \times \frac{500}{25}$$

$V_B$  = Mililitros de Acido Oxálico 0.1 N gastados

$V_A$  = Mililitros de Acido Clorhídrico 0.1 N gastados

N = Normalidad del Acido Clorhídrico y del Acido Oxálico

W = Peso de la muestra en gramos



I.5.4 Resultados de los Análisis en diferentes muestras

En la presente tabla, se reportan los resultados de los análisis de 17 muestras diferentes, estando las cantidades expresadas en por ciento peso, y el pH en sus unidades.

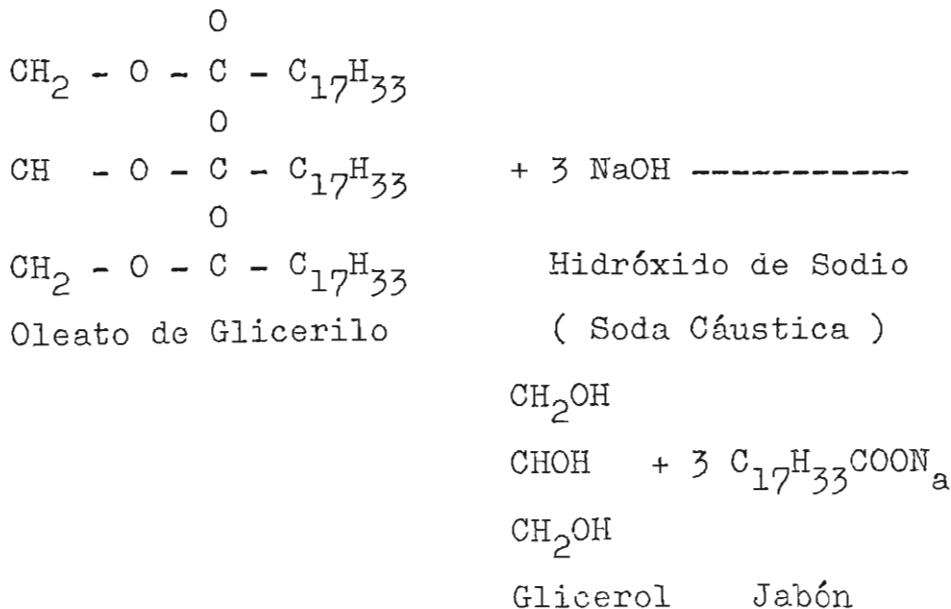
Muestra	pH	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaOH	NaCl	Glicerol
1	12.6	0.053	0.839	10.19	10.35
2	12.7	0.265	1.359	10.65	11.18
3	13.0	0.159	1.759	10.50	11.16
4	13.1	1.007	1.119	9.27	10.91
5	11.8	0.106	0.099	10.80	8.75
6	13.1	1.007	1.079	8.29	11.53
7	12.1	0.265	0.239	10.10	11.00
8	12.4	0.265	0.319	11.18	11.82
9	11.3	0.106	0.119	8.99	11.45
10	12.8	0.053	0.639	9.24	8.61
11	12.4	0.159	0.319	9.39	9.75
12	12.0	0.530	0.599	9.41	10.23
13	13.0	0.265	1.599	8.42	8.65
14	12.8	0.053	1.079	10.88	9.18
15	13.0	0.159	0.479	11.18	9.38
16	12.9	0.636	0.679	9.40	9.54
17	12.5	0.265	0.319	11.40	10.01
$\bar{X}$	12.6			10.70	10.84

I.6 Análisis estimado de Producción de Desecho y Calidad

Según datos obtenidos , se reporta que actualmente en - el país, se estan procesando aproximadamente 250 Toneladas cortas de Sebo mensuales ( 2,000 lbs/Tonelada corta), de las cuales se emplean 75 toneladas aproximadamente para jabonería fina y 175 toneladas para jabonería ordinaria.

Según lo establecido por los fabricantes de jabones finos, por cada tonelada de Sebo que entra al proceso del jabón, se produce aproximadamente una tonelada de Lejía con un contenido promedio de 10% en peso de Glicerol, 10% de -- Cloruro de Sodio y otras sustancias.

La reacción de Saponificación para la obtención del jabón, se presenta a continuación: (14)



El Sebo animal consta en su mayor parte, de Oleato de Glicerilo, el cual reacciona con el Hidróxido de Sodio para dar como productos finales: Glicerol y Jabón.

Los pesos moleculares del Oleato de Glicerilo y del Glicerol son 1028 y 92 respectivamente. Además, teniendo en cuenta que la Lejía contiene aproximadamente 10% en peso de Glicerol, se justifica de esta manera lo aseverado por los jaboneros, de que por cada tonelada de Sebo se produce aproximadamente una tonelada de Lejía, con un contenido promedio de 10% en peso de Glicerol.

\*

Estequiométricamente se comprueba que por cada tonelada de Sebo ( asumiendo 100% de Oleato de Glicerilo ), se produce aproximadamente 0.09 toneladas de Glicerina pura.

Luego se observa, que la cantidad aproximada de la Lejía que se está desochando es 75 toneladas, partiendo del sebo utilizado para jabonería, lo que significa que se desperdicia aproximadamente 7.5 toneladas de Glicerina mensuales. Además, si los fabricantes de jabón ordinario se deciden a cambiar su sistema de fabricación, la cantidad disponible de Lejía para recuperar la Glicerina, sería mayor.

CAPITULO II

RECOPIACION DE METODOS DE SEPARACION DE CLICERINA

II.1 GENERALIDADES

El tratamiento de la Lejía consiste en una serie de operaciones destinadas a eliminar todas las impurezas orgánicas. (15)

La calidad de la grasa utilizada en el procedimiento de saponificación afecta directamente el color de la Glicerina producida. (1)

Por esta razón, cuanto más blanca es la grasa original, tanto más facil es purificar la Glicerina obtenida de la Lejía. (1)

Los compuestos químicos más empleados para separar las impurezas de los líquidos que contienen Glicerina, son: Alumbre, Cloruro Férrico, Cloruro de Calcio, Cal, Carbonato de Sodio Anhidro. (1)

Las sales de Hierro y Aluminio se usan como coagulantes y precipitantes; las otras sirven como precipitantes y neutralizadores. (10)

Los objetivos de los diferentes procesos de separación de Glicerina pueden reducirse a: (8)

1- Remover o destruir materiales albuminosos, resinosos y jabonosos de la Lejía.

- 2- Facilitar la remoción de la sal disminuyendo de alguna manera su solubilidad en Glicerina.
- 3- Economizar el costo de concentración al punto donde el producto pueda ser usado como Glicerina Cruda o purificada por destilación.

La Lejía como subproducto de la producción de jabón, ha llegado a tener un valor que aumenta cada año como consecuencia de la creciente demanda de detergentes, por lo que los jaboneros, para soportar sus costos, están tratando de recobrar de los desechos, un producto útil para la industria. (14)

## II.2 MÉTODOS DE SEPARACION DE GLICERINA

A continuación se presenta una serie de procedimientos para separar la Glicerina. (1), (10) y (15)

### METODO I

Hervir la Lejía con un ácido graso que remueve todo el Hidróxido y Carbonato de Sodio, y simultáneamente coagula la albúmina. Entre los otros agentes coagulantes están la Albúmina de Huevo, Gelatina, Sales de Alúmina, Sales de Cromo, Hidróxido de Calcio, Acido Tánico, Cloruro de Calcio, etc.

Se hace pasar alternadamente una corriente de Acido Clorhídrico gaseoso para volver la sal más insoluble, y Acido Carbónico gaseoso para convertir las sales de

Soda alcalinas, en bicarbonatos.

Se satura con Acido Clorhídrico hasta neutralizar y el líquido claro neutro es evaporado hasta una densidad de 32 ° Bé ( 57 ° Tw ). La Glicerina presente es posteriormente liberada de impurezas, haciéndole fluir aire caliente para remover la humedad, por lo cual también las sales de la solución son precipitadas, siendo muy ligeramente solubles en Glicerina -- anhidra. La Glicerina es extraída por medio de un -- Hidroextractor o por Dialisis.

#### METODO II

Combinar la Glicerina presente en la Lejía, con ácidos para formar glicéridos insolubles y las materias extrañas son eliminadas lavando con agua. La Glicerina es recobrada saponificando los glicéridos.

#### METODO III

Neutralizar el álcali libre con Acido Clorhídrico, luego separar las materias albuminosas y gelatinosas por medio de Acido Tánico, luego filtrar y evaporar el líquido que contiene Glicerina y Cloruro de Sodio y finalmente someter a destilación la Glicerina.

#### METODO IV

Calentar la Lejía por medio de vapor en **serpentes** dentro de un tanque, y el alcali es neutralizado agregando Acido Sulfúrico al 5% (1 parte de agua, 1 parte de ácido a 168 ° Tw); la masa se reduce a 1/10 de su volumen por evaporación. Se agrega luego Carbonato de Calcio al líquido filtrado y se continúa la concentración hasta que se alcanza una consistencia siruposa. La masa es colocada entonces en un hidroextractor para separar la Glicerina de las sales.

#### METODO V

Tratar la Lejía con Cloruro de Sodio para absorber el exceso de agua. Dejar reposar y separar el líquido -- claro por filtración; luego se trata el líquido con - Acido Sulfúrico o Clorhídrico. La parte así vuelta in soluble es precipitada con albúmina, gelatina o cualquier cloruro o sulfato metálico soluble en frío. El líquido claro se filtra, se hierve y luego se vuelve alcalino con Hidróxido de Calcio que precipita las sa les metálicas; se deja reposar y se trata con la cantidad adecuada de Bicarbonato de Sodio para precipi-- tar el Hidróxido de Calcio y se neutraliza con Acido - Clorhídrico.

El líquido se hierve para concentrar la Glicerina y -  
cristalizar las sales. Finalmente se destila la Glice-  
rina.

#### METODO VI

Evaporar la Lejía hasta alcanzar una densidad de 28 -  
32 ° Tw ( 18 -20 ° Bé ) y enfriar. Separar las mate-  
rias jabonosas sobrenadantes. Luego las materias al-  
buminosas son removidas calentando y agregando una -  
sal metálica. La remoción de las materias albuminosas  
en esta etapa, previene su descomposición por la eva-  
poración posterior y produce una Glicerina más pura -  
y más concentrada.

La alcalinidad del líquido es neutralizada primero -  
por ácido, luego es tratado con un ligero exceso de  
Carbonato de Calcio y hervido para precipitar las sa-  
les crómicas agregadas como decoloradoras y para neu-  
tralizar cualquier ácido remanente haciendo sedimen-  
tar al mismo tiempo la sal metálica usada para preci-  
pitar las materias albuminosas. El líquido resultan-  
te es filtrado y evaporado para producir Glicerina.

#### METODO VII

Enfriar el líquido con Glicerina proveniente de la -  
saponificación para separar la mayor parte de los -



ácidos grasos como emulsión y evaporar en un recipiente de hojalata o revestido de Plomo, con adición ocasional de Acido Esteárico blanco, que tiene el efecto de descomponer las sales cálcicas de los ácidos orgánicos volátiles. Cuando se forma el Estearato de Calcio, se debe renovar el abastecimiento de Acido Esteárico.

Las impurezas se van con el Estearato del Calcio y la Glicerina se encuentra pura debajo de una capa de Acido Esteárico y Estearato cuando se ha continuado la evaporación hasta que la densidad es 36 - 40 ° Tw ( 22 -24 ° Bé ) a 60 ° F ( 15.5 ° C ).

#### METODO VIII

Hervir la Lejía con 3/4 de su peso de Hidróxido de Calcio para precipitar las materias grasas y resinosas. Neutralizar con exceso de Acido Clorhídrico y hervir. Finalmente el exceso de ácido es removido con Hidróxido de Calcio y el producto es evaporado y destilado.

#### METODO IX

Concentrar la Lejía, tratarla con un ligero exceso de ácido mineral y dejar descansar unas horas, después de lo cual se remueve la nata sobrenadante y el líquido se neutraliza exactamente con una base.

Esta Glicerina cruda es entonces purificada mezclándola mecánicamente con aproximadamente  $1/3$  de su masa de algún solvente conveniente que disolverá las impurezas, Se puede utilizar un hidrocarburo obtenido de la destilación de Alquitrán de Hulla, Petróleo u otro aceite mineral, Bisulfuro de Carbono, Alcohol Amílico, Eter u otro solvente conveniente en el cual la Glicerina sea prácticamente insoluble.

#### METODO X

Mezclar la Glicerina concentrada cruda con más de su propio volumen de Alcohol Metílico o Eílico y separar las sales por filtración. Agregar Oxido de Plomo o sales solubles de plomo para remover las últimas trazas de cloro y el filtrado final es destilado para eliminar el alcohol que también arrastra algunos de los ácidos grasos volátiles, como éteres, efectuando así una purificación posterior de la Glicerina.

Es usual emplear una máquina centrífuga o un filtro prensa para extraer las últimas trazas de Glicerina cruda de las sales depositadas durante la concentración.

#### METODO XI

Neutralizar la alcalinidad libre y combinada de la Lejía con Acido Sulfúrico. Los ácidos grasos que estaban

en solución como jabón son también liberados. Utilizando Alumbre como agente clarificante insoluble se precipita el jabón de aluminio. La Lejía así tratada bajo condiciones convenientes, es filtrada. Los ácidos grasos solubles permanecen en solución y pasan con el filtrado, el cual se concentra efectuándose una separación de aproximadamente 8/10 del Cloruro y Sulfato de Sodio, los cuales cristalizan y se pueden separar por filtración.

A la Glicerina medio cruda se añade Cloruro de Bario para que el Sulfato de Sodio que permanece en solución, sea precipitado como Sulfato de Bario insoluble. Además cualquier materia jabonosa presente es descompuesta y precipitada como jabón de Bario insoluble. Se agrega suficiente Acido Sulfúrico para descomponer la parte más grande de los compuestos básicos de los ácidos grasos volátiles, por lo cual los últimos son liberados y precipitados como compuestos insolubles de Bario. La mezcla se filtra y se agrega Acido Sulfúrico solamente después que se ha producido Sulfato de Bario en el líquido y no en exceso para descomponer el jabón de Bario ya precipitado.

La Glicerina medio cruda así tratada es reducida por evaporación a Glicerina cruda, efectuando así una sepa

ración más completa de las sales junto con la eliminación de la gran parte de ácidos grasos volátiles en el agua (Acido Acético, Butírico, Caprílico, etc.).

Cuando la Glicerina llega a ser más concentrada en el líquido remanente por evaporación, tiene lugar una combinación entre algo de Glicerina y parte de los ácidos grasos volátiles remanentes.

Luego se destila la Glicerina. Parte evitar la contaminación del destilado con los ácidos grasos o glicéridos, se agrega suficiente Carbonato de Sodio. Este se combina con todos los ácidos grasos presentes, ya sea que estén en estado libre o en combinación como glicéridos, se agrega suficiente Carbonato de Sodio. Este se combina con todos los ácidos grasos presentes, ya sea que estén en estado libre o en combinación como glicéridos; - el líquido se somete a destilación pasando la Glicerina, y los ácidos grasos se retienen junto con las sales remanentes.

Se continúa la destilación hasta que prácticamente toda la Glicerina ha destilado y el resíduo consiste esencialmente de Sulfato y Cloruro de Sodio, sales alcalinas de los ácidos grasos y alguna materia colorante proveniente de las grasas, junto con una pequeña cantidad de Glicerina.

## METODO XII

El primer paso en la recuperación de Glicerina es el tratamiento de la Lejía con Sulfato de Aluminio y Acido Sulfúrico o Clorhídrico. La adición de aproximadamente 4 a 14 Lbs. de Sulfato de Aluminio a cada 1000 Lbs. de Lejía precipita cualquier jabón disuelto, en forma de sales de aluminio insolubles y reacciona - con el exceso de Soda Cáustica para formar un precipitado flocculento de Hidróxido de Aluminio que tiene una alta capacidad absorciva para materiales albuminosos y otras impurezas orgánicas. También se agrega suficiente ácido para neutralizar cualquier remanente de Soda Cáustica después de la reacción con el - Sulfato de Aluminio. Después que se completa el tratamiento, la lejía clarificada es filtrada en un filtro prensa ordinario.

La Lejía tratada es evaporada para precipitar la masa de la sal y concentrar la solución hasta Glicerina cruda al 80%. Se utilizan evaporadores de doble - efecto de tubos verticales para evaporar la solución a una concentración de Glicerina de aproximadamente 40%, en cuyo punto es conocida como Glicerina medio cruda. La separación de la masa de sal ocurre en el

segundo efecto, asentándose la sal en el fondo del evaporador y de aquí cae en colectores de sal.

Se colocan válvulas en las tuberías que conducen desde los evaporadores a los colectores de sal, de tal manera que ésta pueda ser periódicamente admitida desde el evaporador y descargada. La sal recobrada, después de lavada y secada, es reutilizada para salar nuevas tandas de jabón.

En la concentración superior de Glicerina medio cruda hasta 80%, el primer efecto es desconectado del sistema, o se utiliza un evaporador separado de simple efecto, siendo empleado vapor a alta presión en uno u otro caso para calentar la solución. Con el vacío de 26 a 28 pulgadas en el evaporador, se alcanzará una concentración de 80% cuando la temperatura ha subido a 190 - 200°F. Ocurren pérdidas excesivas de Glicerina si se intenta concentración posterior. La Glicerina cruda ordinaria al 80% contiene cantidad considerable de sal y otras impurezas orgánicas e inorgánicas; la purificación y concentración posterior de este producto, para producir los grados comerciales de C.P. Glicerina, U.S.P. Glicerina, Glicerina para dinamita, etc., es verificada por destilación fraccionada de la Glicerina, separándola así de las impurezas no voláti-

les bajo vacío con ayuda de vapor sobrecalentado y tratando el producto destilado con carbón blanqueador y otros productos químicos.

### METODOS XIII

Primero se hierve la Lejía con ácidos grasos para reducir el contenido de álcali libre y de Carbonato de Sodio; se deja enfriar y el jabón sólido se separa desnatando el líquido. Este se somete luego al doble tratamiento (Si se trabaja con materiales muy impuros, se da a la Lejía un tratamiento preliminar con Cloruro e Hidróxido de Calcio para separar una parte de las impurezas), que consiste en los pasos siguientes:

- 1- Adición de un ácido y un coagulante seguido de filtración que elimina la mayor parte de impurezas.
- 2- Adición de Hidróxido de Sodio al filtrado, para precipitar y separar el resto de coagulante en solución y regular el pH del líquido hasta un punto en el cual es menos corrosivo al equipo empleado en el tratamiento posterior.

El primer paso se efectúa como sigue: Después de valorar una muestra, se añade aproximadamente partes iguales de Acido Clorhídrico de 20°Bé y Alumbre mientras se agita vigorosamente para conseguir una mezcla completa, Se saca una muestra y se filtra. El filtrado debe ser trans

parente y casi incoloro; la adición de unas cuantas gotas de Acido Clorhídrico no deben producir ningún precipitado (si se ha añadido una cantidad insuficiente de coagulante, el líquido tendrá color amarillento, que persistirá y será difícil de eliminar incluso por destilación). El líquido claro se bombea luego a través de un filtro prensa. Luego se añade Soda Cáustica al filtrado proveniente del tratamiento con ácido, hasta que dá justamente reacción alcalina con Fenolftaleína. El líquido tratado se bombea a través de filtro prensa, luego se concentra y se somete posteriormente a destilación.

#### ✓ METODO XIV

La Lejía se manda a un tanque donde se trata con Acido Clorhídrico para neutralizar el exceso de Hidróxido de Sodio y Cloruro de Hierro, para precipitar los ácidos grasos, jabones, sustancias protéicas, etc., al formar Hidróxido Férrico, precipitado voluminoso, agitando la masa por medio de una corriente de aire proveniente de un soplador.

Luego se pasa por un filtro prensa para separar el precipitado de compuestos de hierro. Esta Lejía es ahora ligeramente ácida y debe tratarse con solución de Hidróxido de Sodio de modo que el ligero exceso de hierro se precipite completamente.



Se filtra y está lista para evaporarla.

La evaporación es difícil a fuego directo, por las incrustaciones que forma la sal en las paredes.

La concentración se hace en un simple efecto, pero mejor han resultado los múltiples efectos, donde se reduce el costo de evaporación.

Del segundo efecto se recoge Glicerina cruda que contiene 80% de Glicerol.

La sal que se separa durante la evaporación en los evaporadores, se recoge en las cajas de sal en el fondo y se separa del sistema de tiempo en tiempo.

La sal así obtenida puede usarse de nuevo para la elaboración de jabones. Si el color de esta sal es inferior en comparación a la adquirida en el mercado, se usa para jabones de segunda clase.

La purificación de la Glicerina se hace por destilación, usándose vapor como medio de calentamiento y trabajando a condiciones de vacío.

Se usa el vacío para evitar la descomposición de la Glicerina y formación de Acroleína, puesto que la Glicerina ebulle a 290 °C a la presión atmosférica, descomponiéndose ligeramente. En este proceso se trabaja con un vacío de 27.5 pulgadas, usando vapor sobrecalentado que actúa como medio de calentamiento. Los vapores de Glicerina y de Agua pasan del alambique y se recogen en

una serie de condensadores de aire adaptados en columnas, donde se condensa la mayor parte de Glicerina, y el vapor con una pequeña cantidad de Glicerina pasa y se recoge en los condensadores de agua fría.

#### METODO XV

El siguiente proceso es de operación continua, con alto vacío y baja temperatura que combina la separación continua de la sal y la destilación para obtener Glicerina para Dinamita y Glicerina Pura. Se consigue así, alta calidad de Glicerina, bajo consumo de vapor; siendo un proceso continuo, requiere menos control; la operación es simple y fácil de controlar. Por la separación continua de la sal se evita la acumulación de impurezas en el alambique y mantiene la unidad de destilación continuamente en operación uniforme.

Se alimenta con Glicerina cruda al alambique. A medida que destila, la sal é impurezas se depositan y separan por las cajas de sal; en esta forma es posible destilar en operación continua. El alambique opera con un vacío de 0.25 a 0.50 pulgadas de presión absoluta y la presión del vapor en el serpentín de calentamiento, no excede de 6.5 atmosferas.

Así se destila con una temperatura del líquido en el

alambique de 157-160°C, que asegura la mínima descomposición de la Glicerina y mayor producción.

Los vapores de Agua y Glicerina dejan el alambique y pasan a un separador que elimina el material arrastrado.

Los vapores se condensan en una serie de tres condensadores. El primer condensador o precalentador, sirve para precalentar la Glicerina cruda que alimenta al alambique. Este precalentador y el segundo condensador o enfriador se mantienen a una temperatura para condensar - la mayor parte de la Glicerina, pero muy poca agua. La Glicerina condensada en estos dos primeros condensadores se recoge en el deodorizador. Estas Glicerinas tienen el peso específico requerido para las clases comerciales de Glicerina destilada.

El tercero y último condensador trabaja a temperatura más baja y condensa los restos de Glicerina en los vapores junto con algo de agua. Esta fracción contiene 90% de Glicerina y va a un concentrador, donde se le hace alcanzar el peso específico de la Glicerina para dinamita. La Glicerina terminada se bombea del deodorizador y concentrador. De las cajas de sal, el residuo Glicerina-Sal se envía a centrífugas para recuperar la sal.

Para obtener Glicerina Químicamente Pura, se redestila la Glicerina con vapor y vacío.

Mientras la Glicerina está caliente, se trata y se mezcla bien en tanques, agregándole carbón decolorante y luego se somete a filtrado.

### II.3 COMENTARIOS AL CAPITULO II

De los métodos mencionados, sólo se efectuarán los llamados "METODO V, METODO VI y METODO XIV", debido a que el equipo que se requiere para llevarlos a cabo y los reactivos químicos necesarios, se encuentran disponibles en el mercado.

Al hablar de los métodos, se hará alusión a ellos como "METODO V MODIFICADO, METODO VI MODIFICADO Y METODO XIV MODIFICADO", debido a que cuando se efectuaron los procedimientos, hubo necesidad de introducir variantes a efecto de conseguir un mejor resultado. (Ver sección III.2)

Al METODO V la modificación que se le hizo, fue la no adición de Cloruro de Sodio al principio y no adición de sal precipitante.

Al METODO VI la modificación que se le hizo consistió en no efectuar evaporación preliminar.

En el METODO XIV la modificación consistió en que la agitación no se hizo por medio de corriente de aire y la filtración se efectuó previamente en frío.

### CAPITULO III

#### EVALUACION DE LOS METODOS DE SEPARACION EN DESECHOS Y DEFINICION DE LA CALIDAD DE LA GLICERINA SEPARADA

##### III.1 Teoría sobre los métodos de separación

En la evaluación de los diferentes métodos de separación hay operaciones comunes, a saber: Filtración, Evaporación y Destilación.

La diferencia entre uno y otro método, solamente consiste en la clase de reactivos utilizados para los tratamientos, ya que todos involucran neutralización, precipitación y separación de sustancias albuminosas y gelatinosas y otras impurezas, para recobrar al final la Glicerina y la Sal.

Tales procesos consisten en etapas relativas a la remoción ó neutralización de álcali libre presente en la Lejía y de las impurezas orgánicas, obteniéndose una solución consistente de Agua, Glicerina y Sal, de la cual el Agua es eliminada por evaporación y al final se obtienen Glicerina y Sal.

La neutralización del álcali usualmente se efectúa por la adición a la Lejía, de un ácido adecuado hasta que se alcanza el punto de neutralización y la sal resultante de esta reacción, la cual se disuelve en la Lejía.

es posteriormente recobrada en forma de Cloruro de Sodio cuando se utiliza Acido Clorhídrico o como Sulfato de Sodio en el caso que se utilizara Acido Sulfúrico. (1)

Para remover las impurezas orgánicas de la Lejía, se le dá un tratamiento de manera que se vuelvan insolubles y puedan ser removidas por precipitación o filtración.

Para conseguir esto, se agrega un ácido que sea capaz de sacarla de la solución y una sal metálica que forme compuestos grasos metálicos insolubles, siendo de ésta manera coaguladas y precipitadas las sustancias albuminoides, cuando la Lejía es llevada a condiciones neutras de pH. (10)

Luego de ser sometida a los diferentes tratamientos de purificación y filtrado, se somete la Lejía a evaporación.

El agua pura a 100°C (212°F) hierve o desprende vapor a una presión igual a la presión de los alrededores. (6)

A presión atmosférica, el punto de ebullición aumentará de acuerdo a la cantidad de materia que esté disuelta en un líquido cualesquiera, siendo requerida entonces, no solo una cantidad más grande de calor para aumentar la temperatura de la solución al punto de ebullición, sino que además se incrementa la aplicación de calor para mantener la solución hirviendo o ebulliendo. (9)

En la siguiente tabla se muestra la influencia de reducir la presión, sobre el punto de ebullición del agua.

(7)

TEMPERATURA DE EBULLICION DEL AGUA A DIFERENTES

PRESIONES

Presión atmosférica.....	212°F
5 Pulgadas de vacío.....	195°F
10 Pulgadas de vacío.....	185°F
15 Pulgadas de vacío.....	160°F
20 Pulgadas de vacío.....	150°F
25 Pulgadas de vacío.....	130°F
26 Pulgadas de vacío.....	120°F
27 Pulgadas de vacío.....	112°F
28 Pulgadas de vacío.....	100°F
29 Pulgadas de vacío.....	72°F
29 1/2 Pulgadas de vacío.....	52°F

De la tabla se puede deducir que en un evaporador simple, en el cual se mantengan variados grados de vacío, una solución puede ser hervida y de esta manera concentrada, con un aumento de eficiencia a medida que se incrementa el vacío.

A partir de ésto se ve la ventaja que podría obtenerse verificando la evaporación en más de un efecto, pues - podemos obtener escalas descendentes de temperaturas de ebullición, utilizando como medio de calentamiento del



recipiente en el cual se mantiene el vacío y tiene lugar la evaporación o si el recipiente tiene en su interior una serie de tubos, los evaporadores pueden ser divididos en dos clases generales. (12)

La primera clase está representada por un evaporador con chaqueta de vapor y aislado.

La segunda clase de evaporadores puede ser dividida en dos clases de acuerdo a como el calor sea aplicado, en forma de vapor de la superficie exterior o interior de los tubos de la cámara de vapor.

Podemos establecer que el equipo para una planta de concentración de Lejía de jabón, comprende esencialmente:(1)

- 1- Evaporador de simple o múltiple efecto.
- 2- Suministro de agua para la condensación de vapor y su remoción por medio de un eyector.
- 3- Tanques para tratamiento de la Lejía.
- 4- Filtro prensa y tanque para almacenamiento del filtrado.
- 5- Tanque para almacenamiento del producto concentrado (Glicerina cruda.)
- 6- Filtro adecuado para la separación de los productos sólidos y líquidos descargados del evaporador.

7- Bombas adecuadas:

- a) Para la agitación de la Lejía.
- b) Para forzarla a pasar a través del filtro prensa.
- c) Para operar el filtro de sal localizado a un lado del evaporador.

8- Caldera para el suministro de vapor de agua para las distintas necesidades.

Después de haber obtenido Glicerina bruta por evaporación, se debe efectuar su purificación por destilación, utilizándose la destilación con vapor como medio de calentamiento, trabajando a condiciones de vacío.

Se usa el vacío para evitar la descomposición de la Glicerina y formación de Acroleína ( $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{CHO}$ ) a  $290^\circ\text{C}$  aproximadamente.

Método de Van Ruymbecke de Destilación de Glicerina.

Existen varios sistemas para efectuar la destilación de la Glicerina, siendo uno de los más usados el tipo Van - Ruymbecke presentado en el diagrama número 1, en el cual se trabaja con un vacío de 27.5 Pulgadas, usando vapor sobrecalentado que actúa como medio de calentamiento.(1)

Los vapores de Glicerina y de agua pasan del alambique y se recogen en una serie de condensadores de aire adaptados en columnas, en los cuales se condensa la mayor -

parte de Glicerina. El vapor de agua con una pequeña cantidad de Glicerina pasa y se recoge en los condensadores de agua fría.

Existen actualmente otros numerosos sistemas para destilar la Glicerina, trabajando con vapor y a presión reducida en operación continua, que mejoran la calidad de la Glicerina producida o efectúan cierta economía en el consumo de vapor.

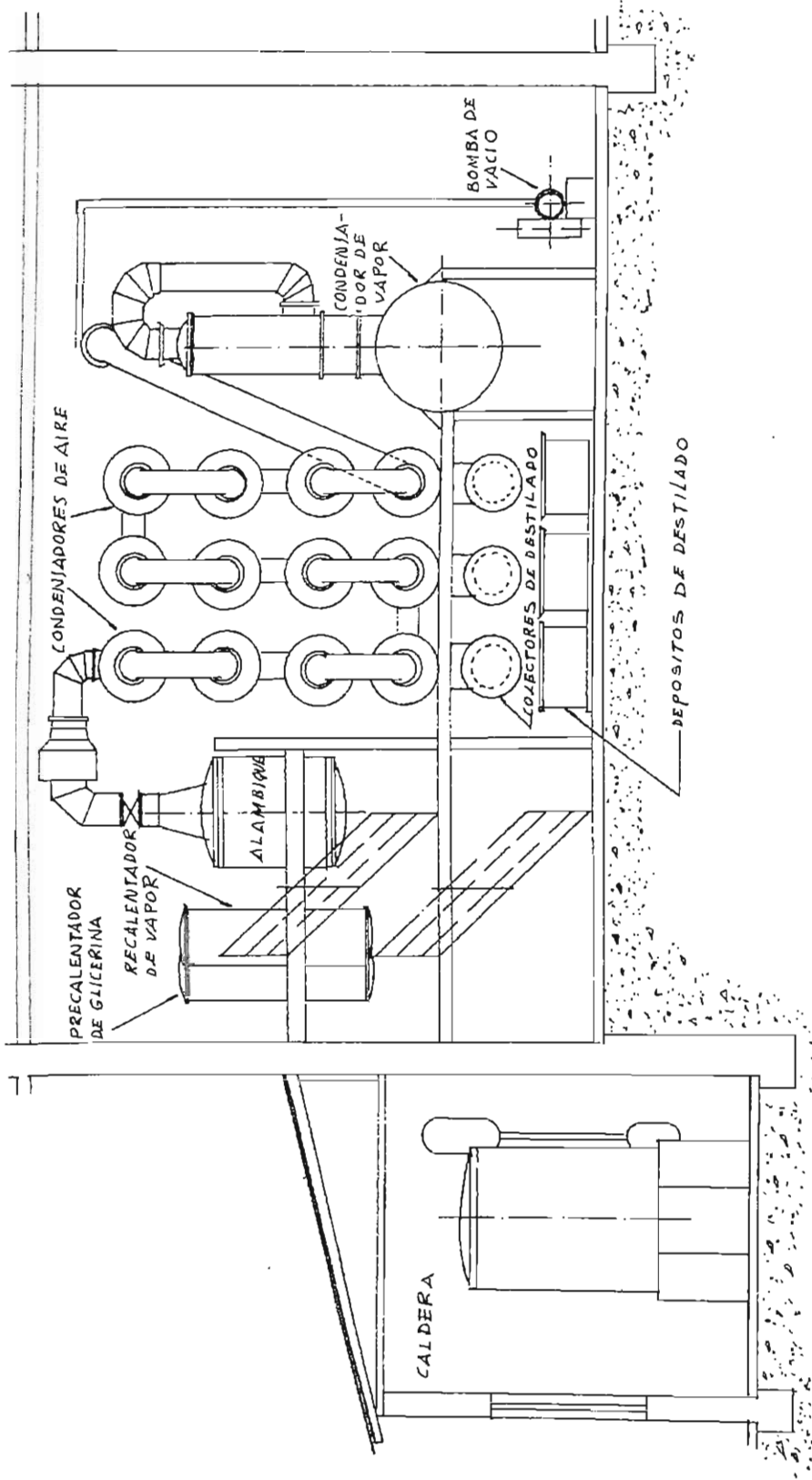
(Ver Página No. 51)

Proceso de obtención y purificación de Glicerina con evaporación en múltiple efecto.

Existe otro proceso de obtención y purificación de Glicerina, el cual comprende evaporación en múltiple efecto y se le representa en el diagrama 2. (10)

El múltiple efecto eleva la concentración hasta 75-80% Glicerol y a éste se le llama Glicerol crudo.

Se deja reposar en un tanque a alta temperatura por 48 horas para reducir las impurezas de grasas que puedan intervenir en el proceso posterior. El producto resultante de éste proceso (Glicerol crudo reposado) contiene aproximadamente 78% Glicerol, 0.2% ácidos grasos totales, 21.8% de agua.



A PROVECHAMIENTO DE DEJECOS DE LA INDUSTRIA JABONERA PARA RECUPERACION DE GLICERINA  
DESTILACION DE GLICERINA POR EL PROCESO VAN RUYMBECKE

RODOLFO ANTONIO AQUINO RIVERA

1 19-III-75

Este crudo reposado se destila bajo vacío (23.5 Pulgadas) y a unos 400°F (204°C), agregando antes pequeñas cantidades de Hidróxido de Sodio para saponificar residuos de grasas y evitar la posibilidad de que destilen juntos con el Glicerol.

El Glicerol destilado se condensa en tres etapas con - temperaturas decrecientes. En la primera se obtiene - Glicerina calidad reactivo y en la segunda y tercera, - Glicerina de menor pureza.

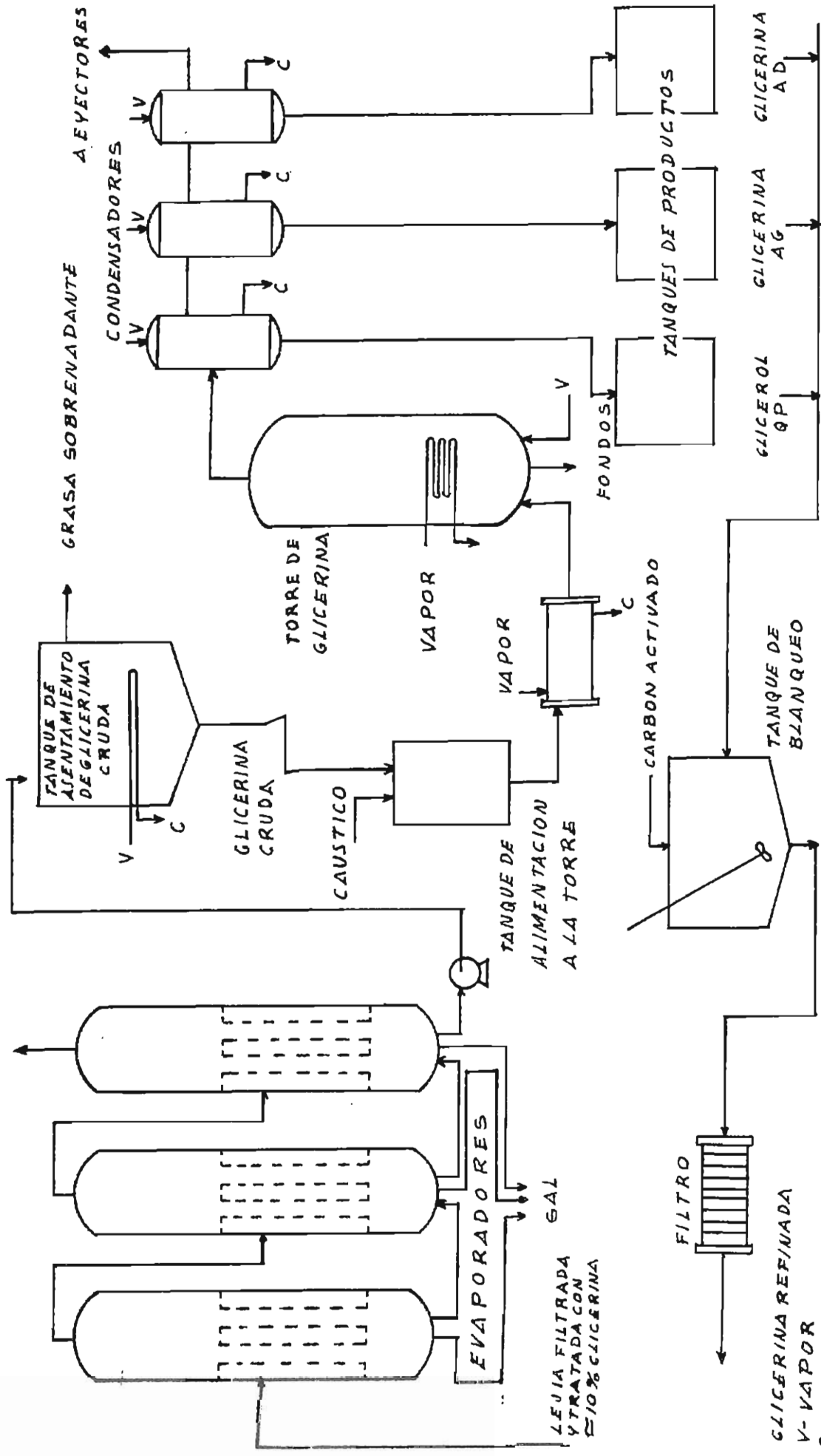
Se puede efectuar una purificación final, haciendo un proceso de blanqueo por medio de carbón activado seguido de filtración.

(Ver Página No. 53)

Disposición de Equipo en una planta de purificación de Lejía de jabón.

El diagrama número 3 presenta la disposición de equipo de una planta de purificación de Lejía de jabón llegando hasta la parte de evaporación, obteniéndose Glicerina cruda con una concentración aproximada de 80% de Glicerol. (15)

La Lejía luego de haberle eliminado la materia jabonosa



GLICERINA REFINADA  
 V- VAPOR  
 C- CONDENSADO  
 GP- QUIMICAMENTE PURA  
 AG- ALTA GRAVEDAD  
 AD- AMARILLA DESTILADA

APROVECHAMIENTO DE DESECHOS DE JABONERIA PARA RECUPERACION DE GLICERINA

OBTENCION DE GLICERINA CON EVAPORACION EN MULTIPLE EFECTO

RODOLFO ANTONIO AQUINO RIVERA

en suspensión, se hace llegar hasta el tanque de primer tratamiento en el cual se le neutraliza la alcalinidad y se agrega una sal metálica para precipitar las materias albuminosas y gelatinosas. Se hace pasar por un filtro prensa para eliminarle el precipitado, haciéndose pasar posteriormente al tanque de segundo tratamiento, en el cual se le añade una base a efecto de eliminarle el ligero exceso de ácido y llevarla a condiciones neutras de pH.

Se hace pasar luego otra vez por el filtro prensa y se lleva al tanque de alimentación, del cual se hará pasar hacia el evaporador, el cual está provisto de cajas de sal.

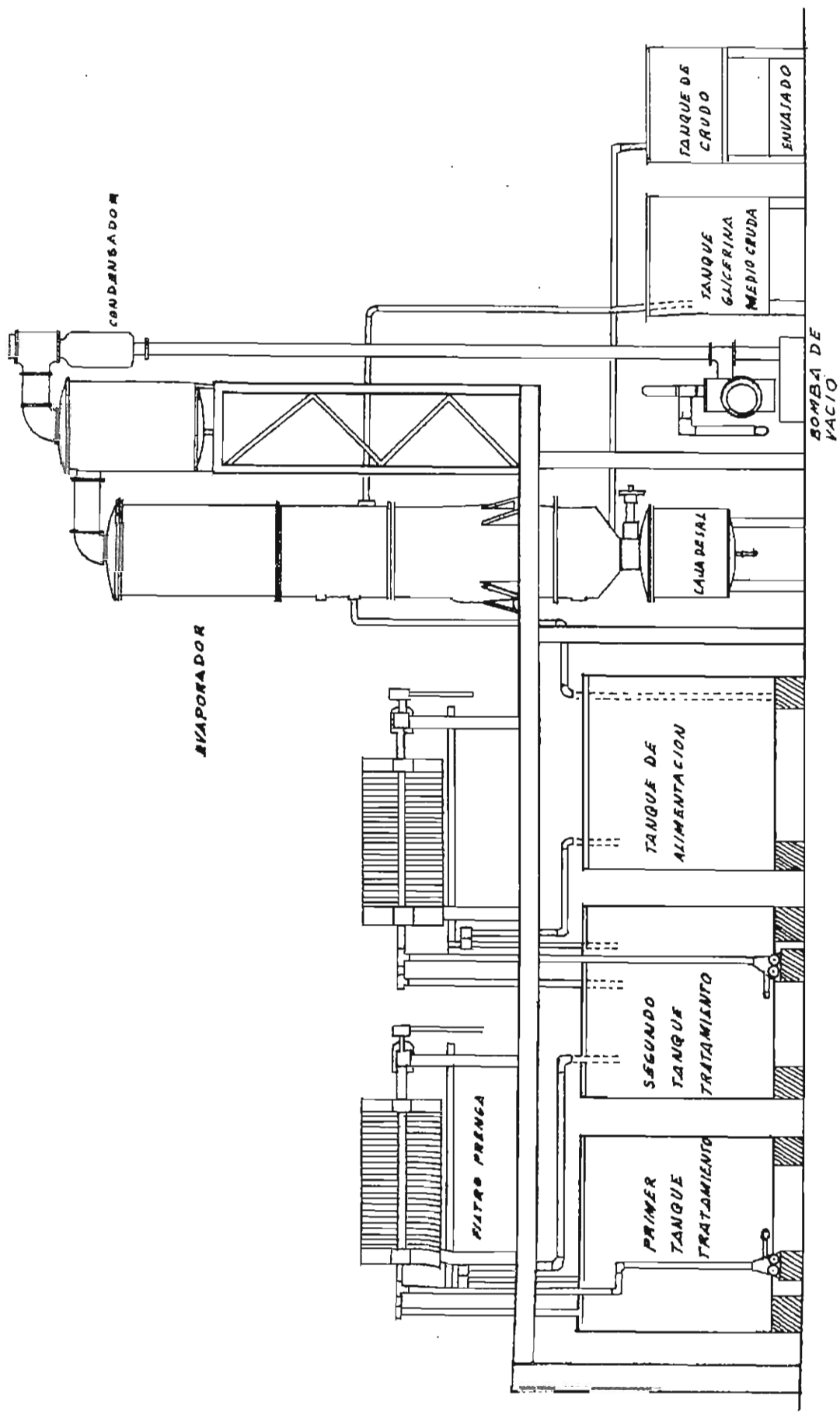
De aquí está lista la Lejía para mandarla a la planta de destilación.

(Ver Página No. 55)

#### Evaporador de simple efecto con cajas de sal

El diagrama número 4 presenta un evaporador de simple efecto con cajas de sal. (1)

El vapor, como medio de calentamiento, circula por el interior de los tubos colocados en forma perpendicular,



APROVECHAMIENTO DE DESECHOS DE LA INDUSTRIA JABONERA PARA RECUPERACION DE GLICERINA

PLANTA DE PURIFICACION DE LECIA Y EVAPORACION

RODOLFO ANTONIO AQUINO RIVERA

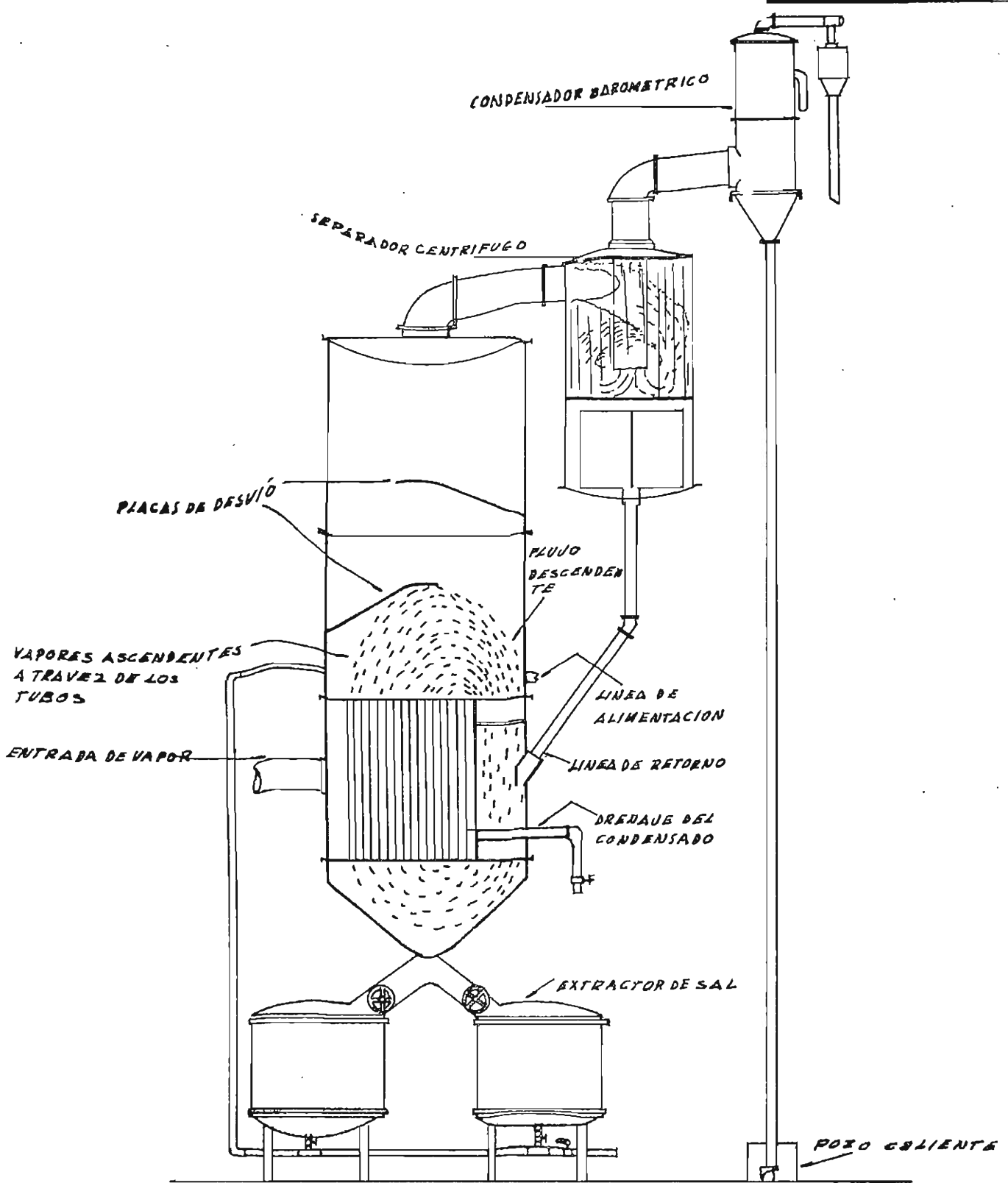


cuyas paredes son bañadas por la Lejía a concentrar, calentándose de esta manera y evaporándose el agua.

Al evaporarse el agua, se arrastran ciertas cantidades de Glicerina en forma de vapor, siendo condensados nuevamente, a su paso por las placas de desvío colocadas con tal propósito. Como siempre es arrastrada una pequeña cantidad de Glicerina, se hace pasar el vapor por un separador centrífugo, cuya misión es separar la Glicerina del agua y recircularla para el evaporador.

El vapor de agua se hace llegar hasta un condensador -- barométrico, el cual consiste esencialmente de una especie de ducha, para condensar el agua en forma de vapor y baja hasta un pozo caliente.

(Ver Página No. 57)



Δ PROVECHAMIENTO DE DESECHOS DE LA INDUSTRIA JABONERA PARA RECUPERACION DE GLICERINA

EVAPORADOR DE SIMPLE EFECTO CON CAJA DE SAL

RODOLFO ANTONIO AQUINO RIVERA

4

19-III-75

### III.2 Métodos de separación efectuados

Se efectuaron a nivel de Laboratorio los métodos V, VI y XIV Modificados, los cuales se describen a continuación.

#### a) Método V Modificado (1)

Se tomó una muestra de 800 ml de Lejía (896 gr.) previamente filtrada en frío para eliminar las materias jabonosas en suspensión, con un contenido de 8.9% en peso (79.74 gr) de Glicerol. No se le adicionó Cloruro de Sodio para evitar que cuando se separa la Sal en el proceso de evaporación, ésta arrastrara más Glicerina de la que sería arrastrada por la sal que tenía en disolución. Tenía un pH de 12.9 al inicio, habiéndose neutralizado con la adición de 70 ml de Acido Clorhídrico concentrado (Sp.Gr. 60/60°F = 1.19), obteniéndose un precipitado, por lo cual no se consideró necesaria la adición de albúmina, gelatina, cloruro o sulfato metálico en frío. Luego se sometió a filtración, eliminándole el precipitado gelatinoso.

Se llevó el líquido hasta ebullición y luego se volvió alcalino (pH = 8.9) con la adición de 10 gr. de Hidróxido de Calcio y luego de dejar reposar, se agregaron 10 gr de Bicarbonato de Sodio con el objeto de precipitar el exceso de Hidróxido de Calcio.

Luego se sometió nuevamente a filtración y posteriormente se llevó a cabo la evaporación, habiéndosele -- eliminado gran cantidad de agua y cristalizando la -- sal.

Como el producto obtenido era de un color amarillo bien intenso, se le agregó carbón activado para decolorarlo y posteriormente se filtró por succión, quedando un -- producto con las propiedades que se detallan en el cuadro número 1.

(Ver diagrama en Página No. 60)

b) Método VI Modificado (1)

Se tomó una muestra de 800 mililitros de Lejía (910 -- gramos) la cual había sido previamente filtrada en -- frío, sin habersele aplicado la evaporación preliminar que se recomienda en este método.

Esta Lejía contenía 9.0% en peso (81.9 gramos) de Glicerol. Se calentó la Lejía y se agregaron 2 gramos de Tricloruro Férrico para remover las sustancias albuminosas.

Posteriormente se agregaron 90 mililitros de Acido Clorhídrico concentrado para neutralizar la alcalinidad -- del líquido.

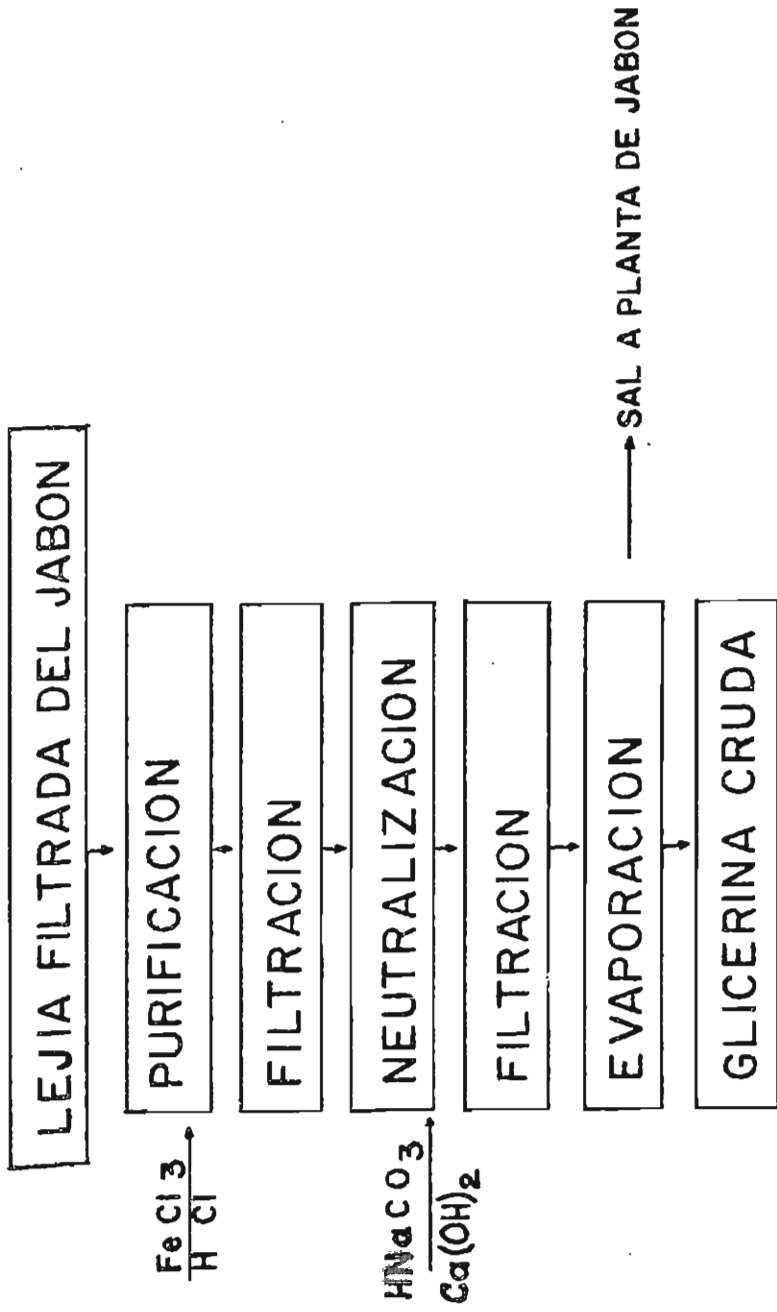


DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO V MODIFICADO

Luego se efectuó el proceso de filtración y se le agregaron 20 gramos de Carbonato de Calcio y se llevó a ebullición, con el objeto de eliminar por neutralización el ácido remanente y sedimentar la sal metálica que se había utilizado para precipitar las materias albuminosas.

Después de filtrado, se sometió el líquido a evaporación, eliminándose casi toda el agua y cristalizando la sal. Se obtuvo un producto amarillo oscuro, al cual se le adicionó Carbón Activo con el objeto de de colorarlo y posteriormente se efectuó la filtración por succión, habiendo quedado un producto con las proiedades detalladas en el cuadro número 1

(Ver diagrama en Página No. 62)

c) Método XIV Modificado (10)

La muestra tomada para efectuar este procedimiento fue de 800 mililitros de Lejía (878 gramos) conteniendo - 8.81% en peso (77.4 gramos) de Glicerol, la cual se - había filtrado previamente en frío.

Se le agregaron 75 mililitros de Acido Clorhídrico con centrado con el objeto de neutralizar el exceso de Hidróxido de Sodio y 2 gramos de Tricloruro Férrico para

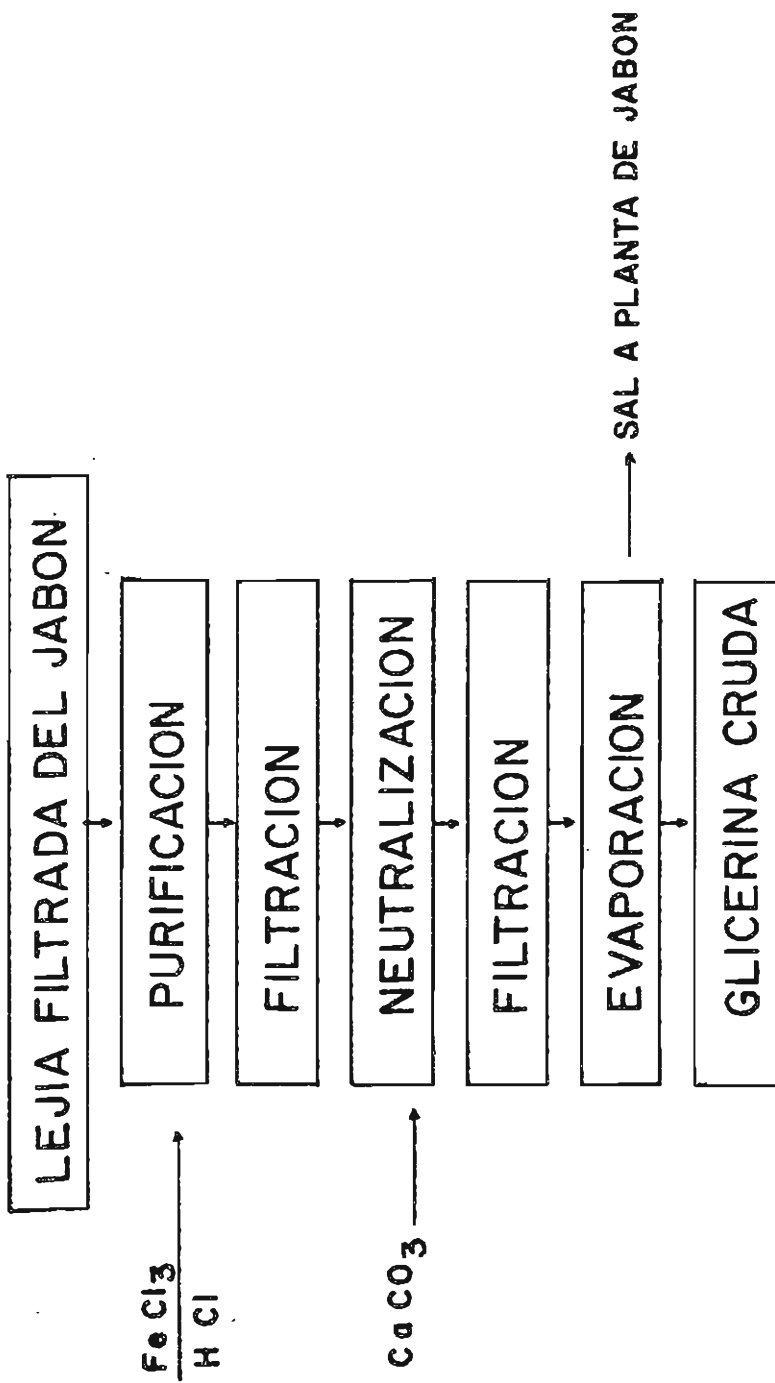


DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO VI MODIFICADO

precipitar los ácidos grasos, jabones, etc., formando Hidróxido Férrico, el cual fue eliminado posteriormente por filtración.

Como la Lejía en este punto era ligeramente ácida, se trató con una solución de 10 gramos de Hidróxido de -- Sodio disueltos en 50 mililitros de agua con el objeto de precipitar completamente el exceso de hierro al llevar a condiciones neutras de pH. Se efectuó una filtración para eliminar el precipitado y se sometió a evaporación, eliminando el agua y logrando la cristalización de la mayor parte de la sal que se encontraba en disolución.

Al líquido obtenido se le agregó Carbón Activo para decolorarlo y posteriormente se filtró por succión, habiéndose obtenido un producto cuyas propiedades se presentan en el cuadro número 1.

(Ver diagrama en Página No. 64)



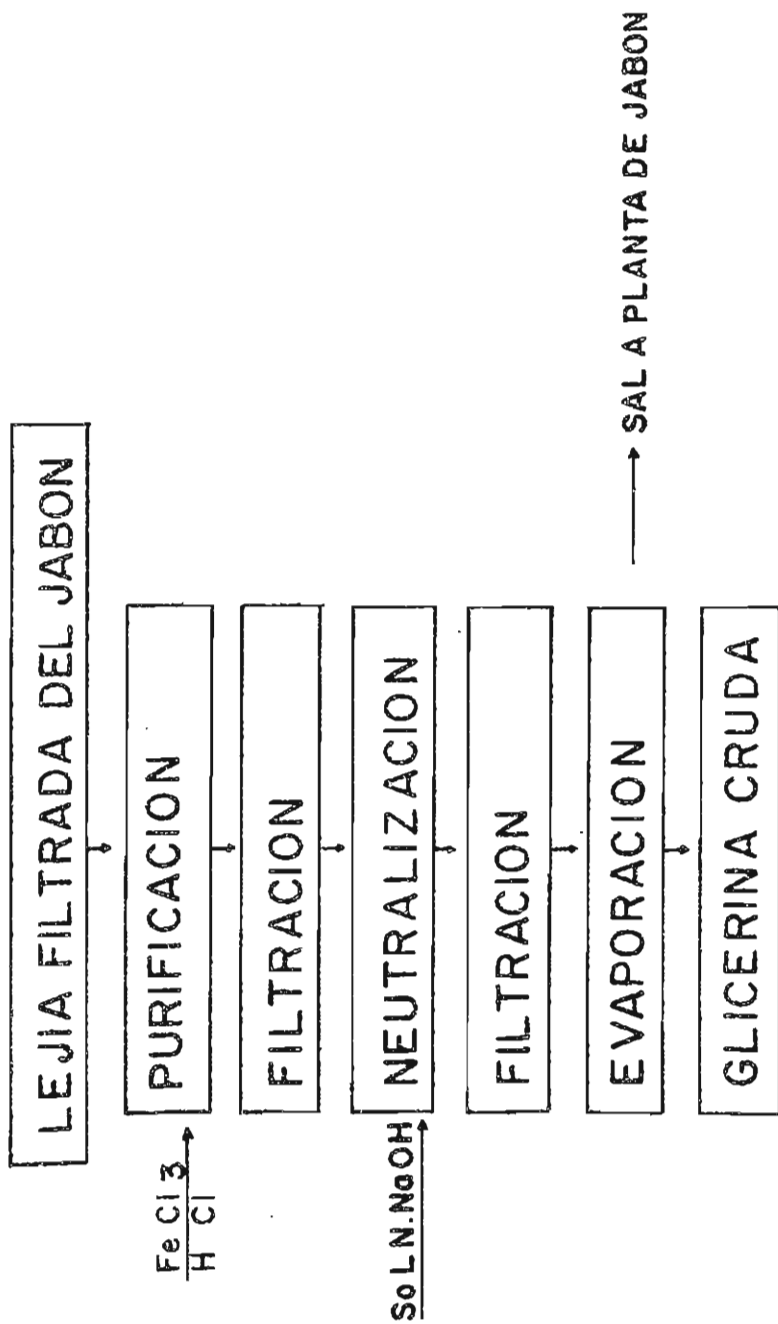


DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO XIV MODIFICADO

### III.3 Comparación de la calidad de la Glicerina Separada con Glicerinas Industrial y Reactivo

Los diferentes métodos químicos de análisis realizados para la definición de la calidad de la Glicerina Separada, se encuentran al inicio del presente estudio.

La determinación de las densidades a 20°C para esta comparación, se efectuó utilizando pignómetros de 10 cc de capacidad. La determinación de viscosidades a 20°C se efectuó haciendo uso de un viscosímetro diseñado para - tal fin, empleando una fracción de bureta despuntada y calculándola por medio de comparación contra Glicerina pura, por medio de la ecuación:

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{d_1}{d_2} \frac{t_1}{t_2}$$

En la cual:

$d_1$  : Densidad de Glicerina pura

$n_1$  : Viscosidad de Glicerina pura

$t_1$  : Tiempo de descarga de la bureta para Glicerina pura

$d_2$  : Densidad de la muestra a analizar

$n_2$  : Viscosidad de la muestra a analizar

$t_2$  : Tiempo de descarga de la bureta para la muestra a analizar.

Los índices de refracción se determinaron haciendo uso del refractómetro de ABBE.

Los resultados obtenidos en las Glicerinas separadas - se detallan en el siguiente cuadro:

CUADRO No. 1

	<u>METODO V</u>	<u>METODO VI</u>	<u>METODO XIV</u>
	<u>M O D I F I C A D O S</u>		
Cantidad de Glicerina separada (Mililitros)	41.0	49.0	60.0
Densidad a 20°C (gr/cc)	1.2769	1.2747	1.2725
Viscocidad 20°C (centipoises)	1401.0	1369.0	1438.0
Indice de Refracción (a 26°C)	1.4690	1.4642	1.4638
% Glicerol	85.32	79.54	92.17
% NaCl	3.48	4.19	2.06
% NaOH	-	-	0.89
∅ CaCO <sub>3</sub>	-	1.17	-
% NaHCO <sub>3</sub>	0.67	-	-

En los siguientes cuadros se detallan las propiedades de soluciones con distintas concentraciones de Glicerina quimicamente pura (calidad reactivo cuadro 2) y Glicerina Calidad Industrial (cuadro 3), para hacer una comparación de la calidad entre Glicerina obtenida y las soluciones preparadas de las Glicerinas calidad Industrial y Reactivo.

CUADRO No. 2

Contenido de Glicerol	Densidad a 20°C ( gr/cm <sup>3</sup> )	Viscosidad (Centipoises)	Indice de Refracción a 24°C
70%	1.1813	22.94	1.4222
75%	1.1949	36.46	1.4299
80%	1.2085	62.00	1.4362
85%	1.2218	112.90	1.4434
90%	1.2351	234.60	1.4508
95%	1.2483	545.00	1.4508
100%	1.2611	1499.00	1.4656

CUADRO No. 3

Contenido de Glicerol	Densidad a 20°C (gr/cm <sup>3</sup> )	Viscosidad (Centipoises)	Indice de Refracción a 28°C
70%	1.1375	22.73	1.4115
75%	1.1448	36.12	1.4170
80%	1.1572	60.85	1.4243
85%	1.1615	110.75	1.4298
90%	1.1753	232.80	1.4348
95%	1.1917	543.00	1.4387
100%	1.2273	1485.00	1.4636

Como se puede ver comparando los cuadros, la densidad de las distintas clases de Glicerina obtenidas, son mayores que las de 90% y las de 100%, debido a la cantidad de sólidos que aún contiene en disolución.

Por las viscosidades se podría pensar que las concentraciones andan alrededor de 100%, lo cual no es real, debido a la cantidad de sólidos que aún contienen estas Glicerinas separadas.

Los índices de Refracción de las Glicerinas separadas son altos, por lo cual se podría pensar que la concentración de la solución que estamos analizando, se encuentra alrededor del 100% de pureza, debido a la interferencia que causan los sólidos que aún se encuentran en disolución.

Además se hicieron varios intentos de cuantificar el contenido de Glicerol por medio del Espectrofotómetro de Infrarrojos, pero el espectro obtenido no ofreció una banda de absorción adecuada, debido a la cantidad de sólidos (NaCl) que aún contenía en disolución y de agua que no se eliminó completamente por evaporación, por lo cual no se pudo efectuar la cuantificación de Glicerina, por este método.

La cuantificación por medio del Espectro del Infrarrojo dá magníficos resultados cuando la sustancia está comple-

tamente pura, pues solo así dá espectros bien definidos.

Debido a estas dificultades encontradas, se decidió efectuar la cuantificación del contenido de Glicerol, por -- el método de Oxidación del Peryodato de Sodio, el cual ha demostrado ser un método excelente y cuyo procedimiento se describe al inicio del presente seminario.

CONCLUSIONES AL CAPITULO III

Después de efectuar los análisis físicos y químicos de las Glicerinas separadas, se observa que con el METODO XIV MODIFICADO, se obtiene mayor concentración de Glicerina y menor contenido de sales. Esta conclusión es en base a los resultados obtenidos por los Métodos Químicos de Análisis, que no son - interferidos por los sólidos que aún se hallan presentes en estas Glicerinas separadas, los cuales sí interfieren los resultados obtenidos por métodos físicos.

Por consiguiente, se recomienda que para establecer la calidad de las Glicerinas Crudas o Refinadas, se debe emplear el Método de Oxidación del Peryodato o alguno equivalente.

## CAPITULO IV

### ESTUDIO DE MERCADO

La industrialización de los desechos de las jabonerías, específicamente de la jabonería fina, traería como consecuencia la obtención de un producto muy utilizado y que actualmente se importa de Guatemala, Estados Unidos y Alemania Occidental.

#### IV.1 Generalidades de Mercadeo

Se ha estimado que se producen aproximadamente 7.5 - Toneladas Cortas de Glicerina mensualmente, tomando de base la producción de jabones finos, lo que significa una pérdida de 90 Toneladas Cortas anuales, de las que perfectamente podría recuperarse un buen porcentaje.

De acuerdo a lo recopilado de los anuarios estadísticos de comercio exterior, en la sección de importaciones, durante el período 1961 a 1974, se observa que de Guatemala se importa la mayor parte de Glicerina para los diferentes usos (aproximadamente el 80% de la importación total). (16)

A efecto de que los jaboneros individualmente, no incurran en el gasto de montar plantas de concentración y destilación, se recomienda que sea instalada una so-



la planta, la cual puede pertenecer a la asociación - de jaboneros, en la cual se obtendrá Glicerina de distintas calidades para abastecer la demanda nacional y si hubiera excedente, tratar de comerciar con el exterior.

La utilización de Lejía para la producción de Glicerina de las distintas calidades, sería verificada de una - manera más rentable por los fabricantes de jabones, - cuyas fuentes de Lejía sean lo suficientemente grandes, para permitir la operación de la planta en forma con-tínua y probablemente a plena capacidad.

Los factores más importantes que entran en el costo de producción de la Glicerina, como costos fijos y depre-ciación de la planta, son de esta manera reducidas al mínimo.

En las siguientes tablas, se hace un análisis de los costos por cada método de separación efectuado, en ba-se a la cantidad de reactivos químicos que se emplea-ron.

Los precios de los productos fueron obtenidos de:

- Proveedores Químicos de El Salvador S.A.
- Electroquímica Pennwalt S.A.
- Aquasol S. A.

TABLA 1

PRECIOS DE REACTIVOS, CALIDAD INDUSTRIAL, CIF EL SALVADOR

REACTIVO	UNIDAD	V A L O R (Colones)
Acido Clorhídrico (HCl) (32%, d= 1.18 Kg/Litro)	Litro	0.53
Bicarbonato de Sodio (NaHCO <sub>3</sub> )	Kilogramo	3.50
Hidróxido de Calcio (Ca(OH) <sub>2</sub> )	Kilogramo	0.24
Carbón Activo Nuchar 12-40 mesh	Kilogramo	0.40
Carbonato de Calcio (CaCO <sub>3</sub> )	Kilogramo	0.26
Tricloruro de Hierro (FeCl <sub>3</sub> )	Kilogramo	4.50
Hidróxido de Sodio (NaOH)	Kilogramo	0.71
Acido Sulfúrico (95-97%, d=1.84 Kg./Lt.)	Litro	0.66

TABLA 2

VALOR DE REACTIVOS UTILIZADOS EN CADA METODO DE SEPARACION  
EFECTUADO A 800 ML. DE LEJIA A NIVEL DE LABORATORIO

<u>REACTIVO</u>	<u>CANTIDAD</u>	<u>VALOR</u>
<u>METODO V MODIFICADO</u>		
Acido Clorhídrico (HCl 32%)	70 ml	₡ 0.04
Hidróxido de Calcio (Ca(OH) <sub>2</sub> )	10 gr	0.01
Bicarbonato de Sodio (NaHCO <sub>3</sub> )	10 gr	0.04
Carbón activo NUCHAR	10 gr	<u>0.01</u>
	Total	₡ 0.10
<u>METODO VI MODIFICADO</u>		
Acido Clorhídrico (HCl 32%)	90 ml	₡ 0.05
Carbonato de Calcio (CaCO <sub>3</sub> )	20 gr	0.01
Tricloruro de Hierro (FeCl <sub>3</sub> )	2 gr	0.01
Carbón activo NUCHAR	8 gr	<u>0.01</u>
	Total	₡ 0.08
<u>METODO XIV MODIFICADO</u>		
Acido Clorhídrico (HCl 32%)	75 ml	₡ 0.04
Tricloruro de Hierro (FeCl <sub>3</sub> )	2 gr	0.01
Hidróxido de Sodio (NaOH)	10 gr	0.01
Carbón activado NUCHAR	10 gr	<u>0.01</u>
	Total	₡ 0.07

TABLA 3

VALOR DE REACTIVOS EN CADA METODO DE SEPARACION EFECTUADO,  
USANDO ACIDO SULFURICO COMO SUSTITUTO DEL ACIDO CLORHIDRICO  
EN EL TRATAMIENTO DE 800 ML. DE LEJIA A NIVEL DE LABORATORIO

<u>REACTIVO</u>	<u>CANTIDAD</u>	<u>VALOR</u>
<u>METODO V MODIFICADO</u>		
Acido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ )	23.33 ml	₱ 0.02
Hidróxido de Calcio ( $Ca(OH)_2$ )	10.0 gr	0.01
Bicarbonato de Sodio ( $NaHCO_3$ )	10.0 gr	0.04
Carbón Activo NUCHAR	10.0 gr	<u>0.01</u>
	Total	₱ 0.08
<u>METODO VI MODIFICADO</u>		
Acido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ )	30 ml	₱ 0.02
Carbonato de Calcio ( $CaCO_3$ )	20 gr	0.01
Tricloruro de Hierro ( $FeCl_3$ )	2 gr	0.01
Carbón Activo NUCHAR	8 gr	<u>0.01</u>
	Total	₱ 0.05
<u>METODO XIV MODIFICADO</u>		
Acido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ )	25 ml	₱ 0.02
Tricloruro de Hierro ( $FeCl_3$ )	2 gr	0.01
Hidróxido de Sodio (NaOH)	10 ml	0.01
Carbón Activado NUCHAR	10 gr	<u>0.01</u>
	Total	₱ 0.05

TABLA 4

<u>METODO</u>	<u>V MODIF.</u>	<u>VI MODIF.</u>	<u>XIV MODIF.</u>
% Glicerol en Lejía	8.9	9.0	8.81
Cantidad de Lejía tratada.	800 ml	800 ml	800 ml
Glicerina Cruda recuperada	52.35 gr	62.46 gr	76.35 gr
Costo de Reactivos utilizados para la producción de 1 Kg. de Glicerina 100% usando HCl	₡ 2.23	₡ 1.61	₡ 0.99
Costos de Reactivos utilizados para la producción de 1 Kg. de Glicerina 100% usando H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	₡ 1.73	₡ 1.02	₡ 0.71
Eficiencia (%)	56.01	60.66	90.91

-----

En la Tabla número 3 se presentan los costos primos para cada método, sustituyendo el Acido Clorhídrico por Acido Sulfúrico.

Las razones para hacer esta sustitución fueron:

- 1- El objetivo es la separación de Glicerina y no de sal y siendo el Acido Clorhídrico más caro que el Acido Sulfúrico, sería mas conveniente emplear este último, pues mejoraría la economía de los métodos.

2- El Acido Sulfúrico está disponible localmente, pues es producido por Fertilizantes de Centro América (El Salvador) S. A. (FERTICA) y por consiguiente su disponibilidad es más inmediata.

3- En cuanto al poder ácido, se tiene que el Acido Clorhídrico al 32% tiene una normalidad de 12 y el Acido Sulfúrico de 95 a 97% tiene una normalidad de 36; por consiguiente en base a la relación estequiométrica:

$$V_1 N_1 = V_2 N_2, \text{ siendo:}$$

$V_1$  : Volumen gastado de Acido Clorhídrico al 32%

$N_1$  : Normalidad del Acido Clorhídrico

$V_2$  : Volumen equivalente de Acido Sulfúrico

$N_2$  : Normalidad del Acido Sulfúrico al 95-97%

Se ve que se necesita emplear solamente la tercera parte de mililitros de Acido Sulfúrico para obtener el mismo efecto.

#### COMENTARIOS A LA TABLA 4

La Tabla 4 nos muestra que el mejor método para la separación de Glicerina a partir de los desechos de la industria jabonera, es el Método XIV Modificado, pues en base a los costos - primos calculados, tomando en cuenta la cantidad de reactivos utilizados, es el que dá el valor más bajo, ya sea que se utilice Acido Clorhídrico o Acido Sulfúrico.

## IV.2 Mercado de la Glicerina

### IV.2.1 Antecedentes

En El Salvador no se produce Glicerina industrialmente, ni se cuenta con estadísticas específicas para cada calidad de Glicerina importada, sino que se reporta una sola cantidad global.

### IV.2.2 Identificación de Calidades

En las diferentes investigaciones del mercado se estableció que la Glicerina Calidad Industrial se consume en aproximadamente 85% de la cantidad total importada, en cuanto a fabricación de dentífricos y cigarrerías. Las farmacias y droguerías utilizan la Glicerina calidad U.S.P. (Calidad definida por la United States - Pharmacopea).

### IV.2.3 Areas de Mercado

En los últimos años se han observado fallas estructurales en el Mercado Común Centroamericano, que dificultan la comercialización entre los países del área como decir Honduras, Nicaragua, Costa Rica y Panamá; Guatemala cuenta con plantas para suplir su consumo interno y aún para exportar.

Tomando en cuenta que de los desechos de jabonería fina y ordinaria se pueden obtener 25 Toneladas Cor-

tas mensuales (300 Toneladas Cortas anuales) de Glicerina, asumiendo 100% de eficiencia en el proceso de separación, se observa que con esta cantidad se podría cubrir el consumo nacional y además quedaría un excedente al cual habría que buscarle mercado en el exterior.

#### IV.2.4 Datos sobre Producción e Importación de Glicerina

Como anteriormente se mencionó, en El Salvador no se produce Glicerina actualmente, pero se ha calculado - que hay disponibilidad de obtener 300 Toneladas Cortas anuales en base a 100% de eficiencia en recuperación - de Glicerina de la Lejía.

Como posibles consumidores, podemos mencionar los fabricantes de cigarros, dentífricos, cosméticos, pinturas, farmacias y droguerías, las cuales la están importando actualmente.

El presente cuadro muestra las importaciones de Glicerina desde el año 1961 hasta 1974, así como su valor - en Colones y el costo de cada Kilogramo, siendo estos valores, CIF El Salvador. (15)



IMPORTACIONES DE GLICERINA EN EL SALVADOR.

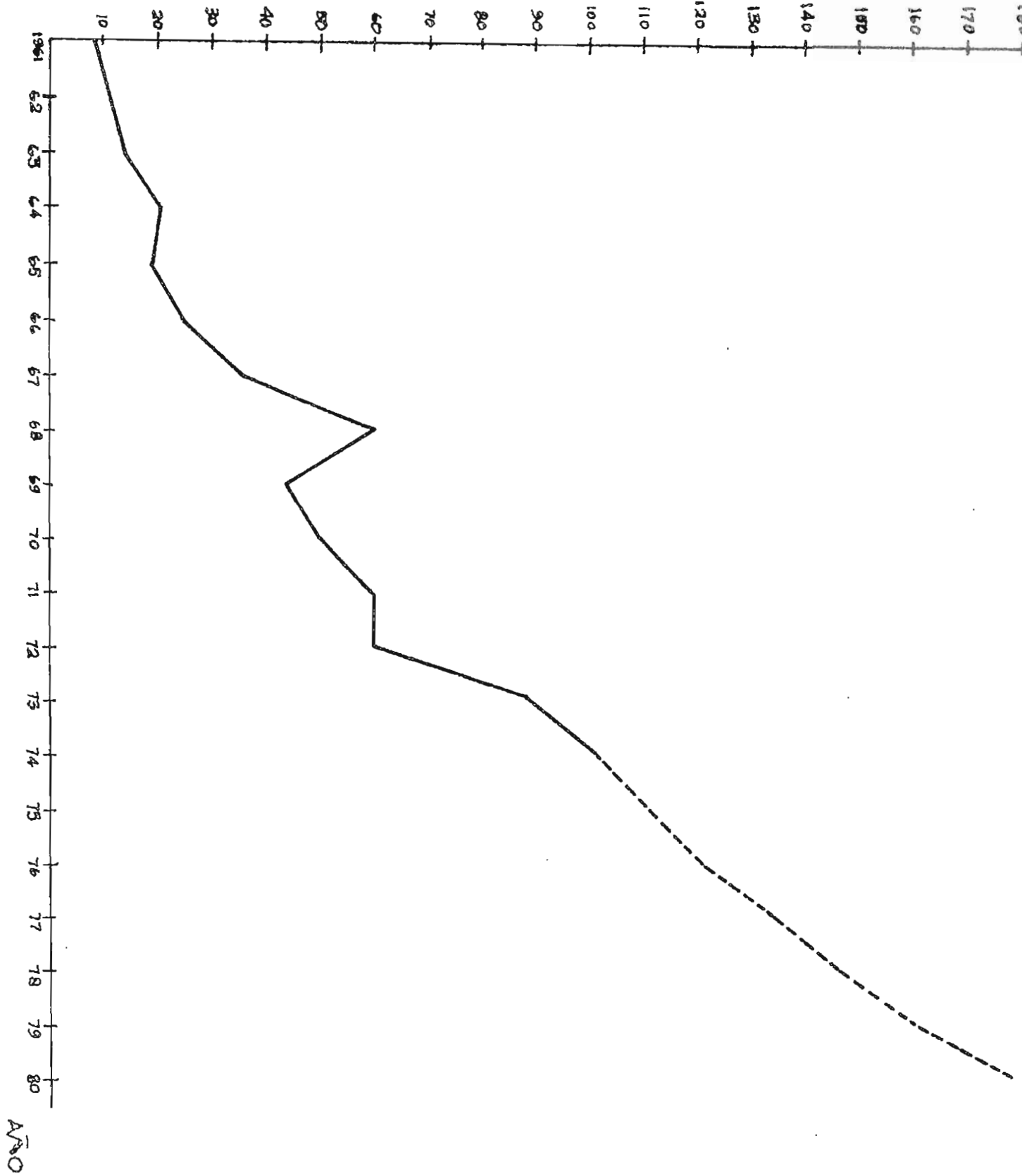
AÑO	CANTIDAD Kilos	V A L O R Colones	C O S T O Colones/Kgr.
1961	8155	15,803.00	1.94
1962	11815	19,486.00	1.65
1963	14022	20,887.00	1.49
1964	20472	30,933.00	1.51
1965	18820	27,582.00	1.47
1966	25249	39,850.00	1.58
1967	36629	53,059.00	1.45
1968	61304	78,849.00	1.29
1969	43142	68,081.00	1.58
1970	51179	83,632.00	1.63
1971	60941	87,776.00	1.44
1972	60479	112,688.00	1.86
1973	87758	176,737.00	2.04
1974	102394	217,075.00	2.12

Las siguientes gráficas muestran las cantidades de Glicerina importadas en el período 1961-1974, así como el costo global y costo por cada kilogramo para cada año. (16)

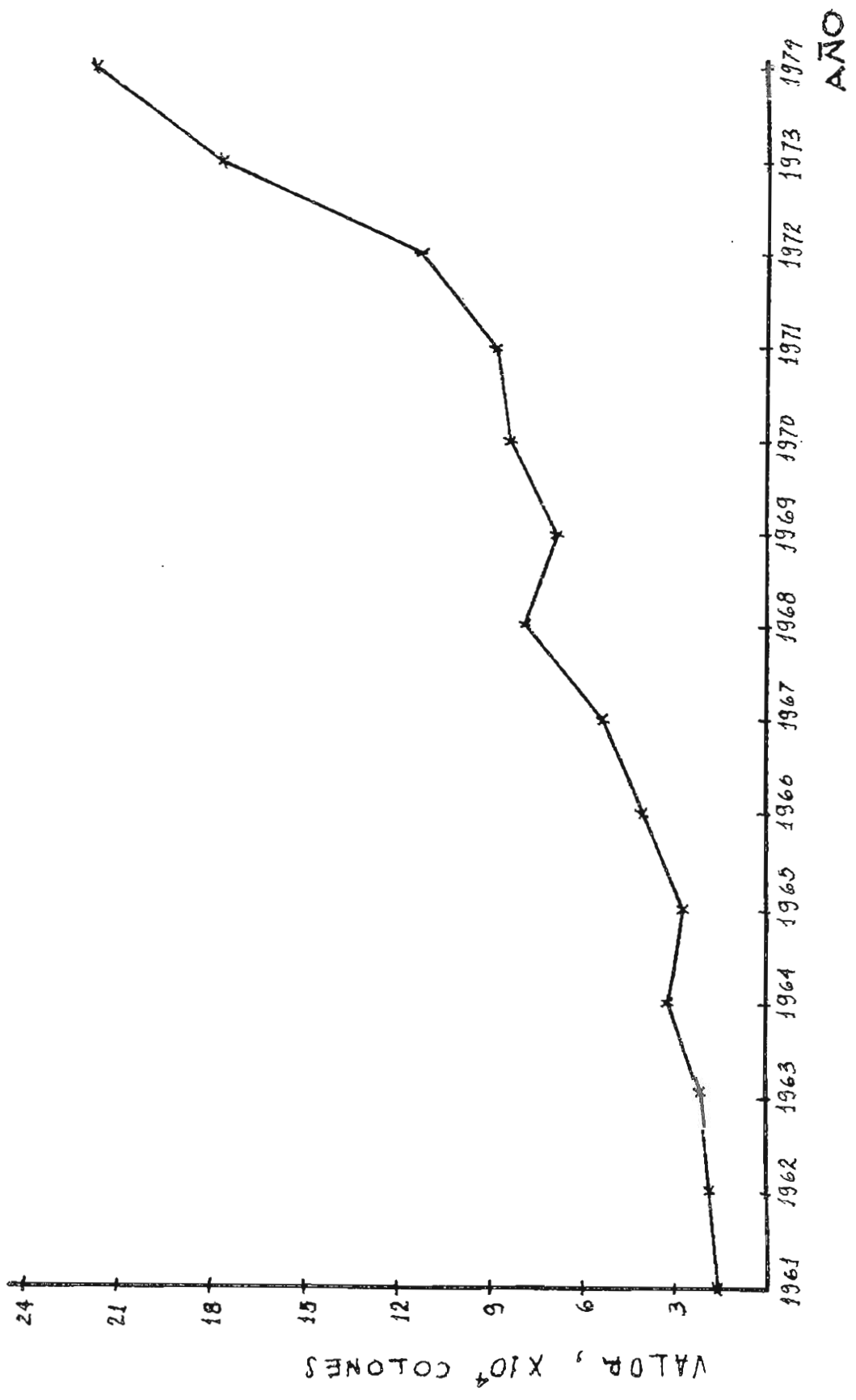
En la gráfica de cantidad de Glicerina importada para cada año, se ha hecho una proyección hasta 1978, en base a la cantidad aumentada anualmente durante el período 1970-1974.

CANTIDAD,  $\times 10^3$  KGS.

CANTIDAD DE GLICERINA IMPORTADA DURANTE EL PERIODO 1961-1974 Y PROYECCION HASTA 1980



VALOR EN COLONES DE LA GLICERINA IMPORTADA DURANTE EL PERIODO 1961-1974



COSTO EN COLONES POR KG. DE GLICERINA DURANTE EL PERIODO 1961-1974

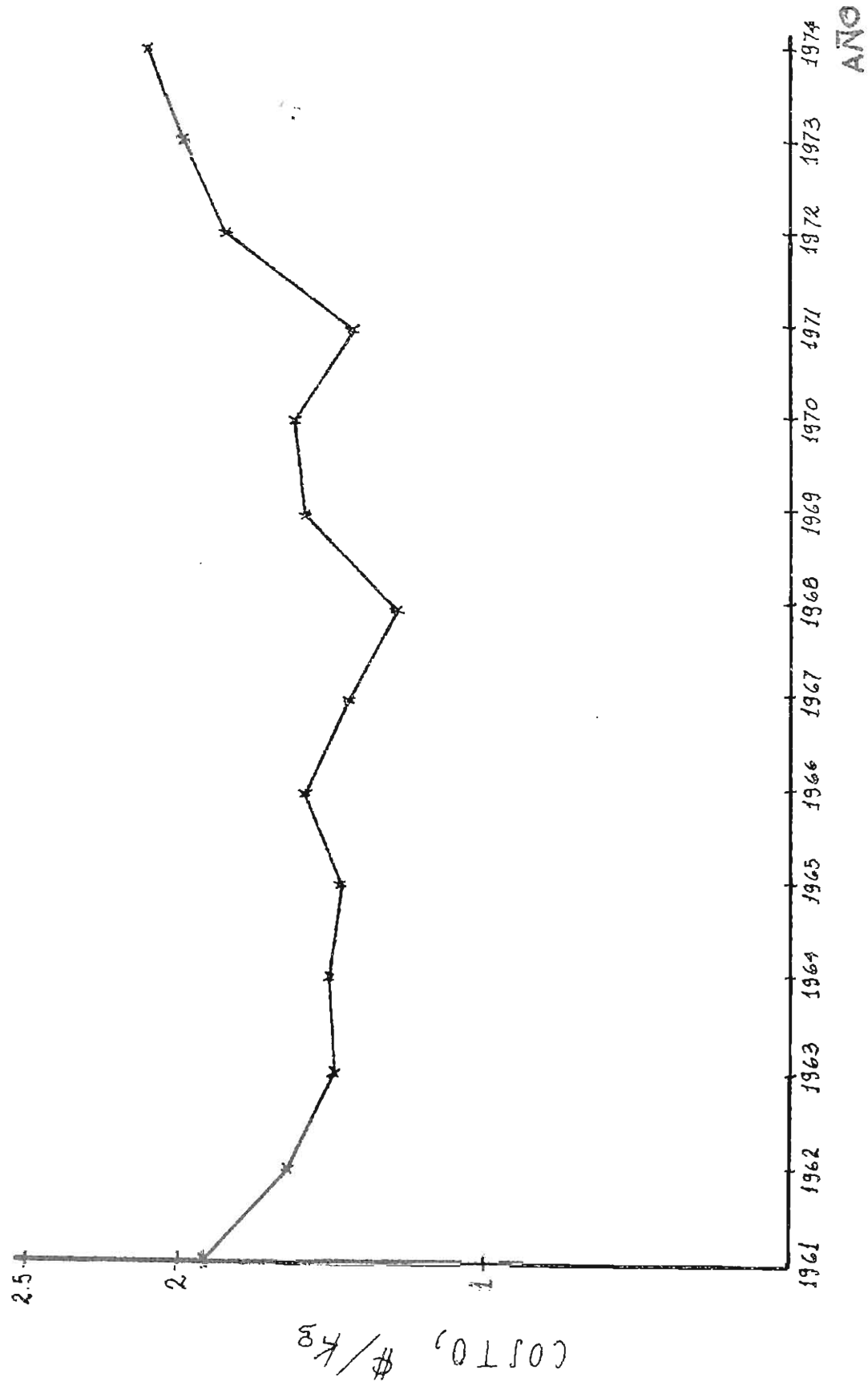
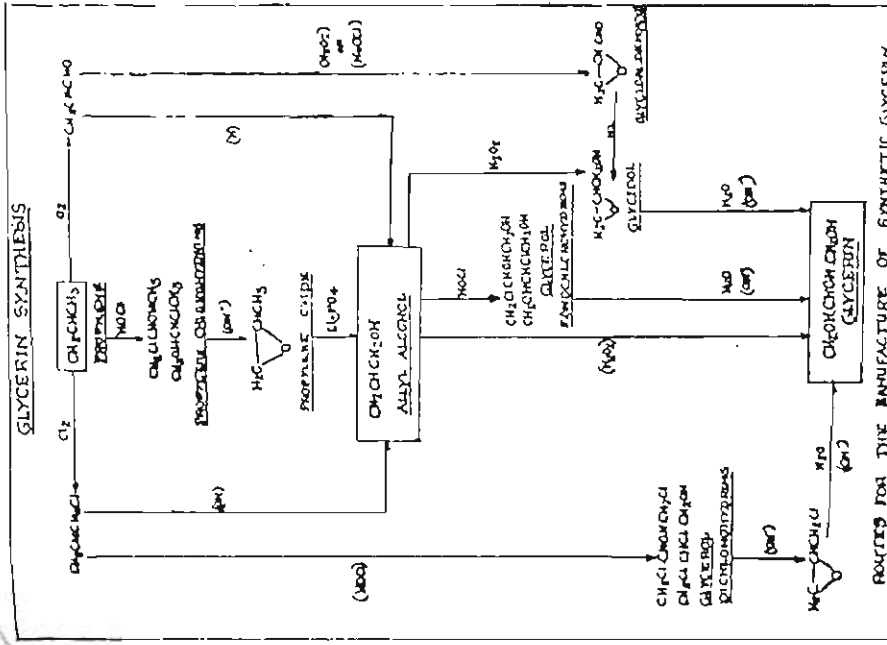
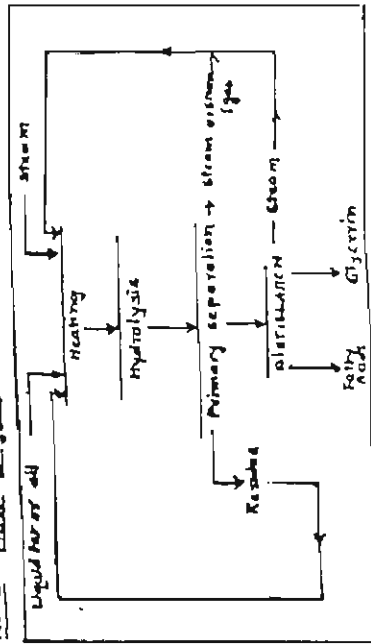


Fig-1 Flow Diagram



#### IV.3 Conclusiones al Capítulo IV

A partir de los datos estadísticos, se observa que el consumo y precio de la Glicerina, han tenido un progresivo aumento en los últimos cinco años. (16)

De los métodos de separación efectuados, el Método XIV Modificado fué el que dió mejor calidad de producto final, pues contiene 92.17% en peso de Glicerina, determinado por el Método de Oxidación del Peryodato de Sodio.

Por otro lado, este mismo método fué el que dió la mayor eficiencia, pues se recupera el 90.91% de la Glicerina presente, antes de efectuar los tratamientos.

Las causas que provocan una menor eficiencia de recuperación de Glicerina en los Métodos V y VI, se deben a que se han agregado en exceso reactivos como el Hidróxido de Calcio y Carbonato de Calcio, los cuales por tener un producto de solubilidad muy pequeño, producen mayor cantidad de sólidos precipitados que el Método XIV, lo que provoca mayor absorción de Glicerina por estos sólidos.

El Método XIV solamente posee sólidos provocados por el efecto del Tricloruro de Hierro, el cual se utiliza en pequeñas cantidades, debido a su poder coagulante.

Tambien debido al efecto del ión común, se logra disminuir la solubilidad de los aditivos químicos, por lo que es mucho más alta la cantidad de sólidos precipitados.

Por consiguiente, se recomienda efectuar el proceso de separación de Glicerina de los desechos de la industria jabonera, por el Método XIV, en base a los costos primos y al mayor contenido de Glicerina.

El hecho de usar Tricloruro de Hierro no es incidente en los costos, pues debido a su alto poder coagulante, se emplea en cantidades relativamente pequeñas para efectuar una coagulación eficiente.

## B I B L I O G R A F I A

- 1- A TREATISE ON THE MANUFACTURE OF SOAP AND CANDLES,  
LUBRICANTS AND GLYCERIN  
Carpenter Wm. Lant  
Third Edition Revised and Enlarged by Henry Leask  
Editorial Spon and Chamberlain  
New York, 1948
- 2- ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO  
Willard, Hobart H; Furman N. Howell; Bricker, Clark E.  
Tercera Edición  
Editorial Marín S. A.  
México, 1961
- 3- ANALISIS VOLUMETRICO  
Jander, Gerhart; Karl, Friedrich  
Primera Edición en Español  
Editorial Uteha  
México, 1961
- 4- CHEMICAL PROCESS INDUSTRIES  
Shreve, R. Norris  
Third Edition  
McGraw Hill Book Company  
New York, 1954



- 5- CHEMICAL ENGINEER'S HANDBOOK  
John H. Perry's  
Fourth Edition  
McGraw Hill Book Company  
New York, 1969
- 6- ELEMENTOS DE INGENIERIA QUIMICA  
Angel Vian y Joaquín Ocón  
Tercera Edición  
Editorial Aguilar  
Madrid, 19661
- 7- HANDBOOK OF CHEMISTRY  
Norbert Adolph Lange  
Revised Tenth Edition  
McGraw Hill Book Company  
New York, 1967
- 8- INDUSTRIAL CHEMICAL  
Faith, W.L.; Keyes, Donald B.; Clark, Ronald L.  
Third Edition  
John Wiley and Sons Inc.
- 9- MASS TRANSFER OPERATIONS  
Robert E. Treybal  
Second Edition  
McGraw Hill Book Company  
New York, 1955

- 10- MODERN SOAPS, CANDLES AND GLYCERIN  
Laebert, Lloyd Lambonn  
First Edition  
Crosby Lockwood and Son  
London, 1942
- 11- OFFICIAL AND TENTATIVE METHODS OF THE AMERICAN OIL  
CHEMIST'S SOCIETY  
Second Edition Revised  
Chicago, 1961
- 12- PRINCIPLES OF UNIT OPERATIONS  
Alan S. Foust  
John Wiley and Sons Inc.  
New York, 1960
- 13- QUANTITATIVE CHEMICAL ANALYSIS  
Robert B. Fisher; Dennis G. Peters  
W. B. Saunders Company  
London, 1968
- 14- QUIMICA INDUSTRIAL  
Riegel  
Dirigida por James A. Kent  
Ediciones Grijalbo  
México, 1964
- 15- QUIMICA INDUSTRIAL, INDUSTRIAS ORGANICAS  
Lacorte, Carlos Gini  
Editorial Librería eEl Ateneo  
Buenos Aires, 1951

16- RECOPIACION DE DIEZ AÑOS DE COMERCIO EXTERIOR (1961-1970)  
Y ANUARIOS ESTADISTICOS DE IMPORTACION (1971-1974)

Dirección General de Estadísticas y Censos

El Salvador, C.A.

17- RECOPIACION DE NOTAS Y APUNTES PERSONALES