

UNIVERSIDAD DEL VALLE
DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



Diseño de un proceso industrial para la obtención
de colofonia a partir de la resina de pino

Trabajo de investigación presentado por
María Gabriela Alvarado Martínez
para optar al grado académico de
Licenciada en Ingeniería Química

Guatemala
2012

**Diseño de un proceso industrial para la
obtención de colofonia a partir de la resina de pino**

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería
Departamento de Ingeniería Química


Diseño de un proceso industrial para la obtención de
colofonia a partir de la resina de pino

BIBLIOTECA
UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Trabajo de investigación presentado por
María Gabriela Alvarado Martínez
para optar al grado académico de
Licenciada en Ingeniería Química

Guatemala
2012

Vo.Bo.:

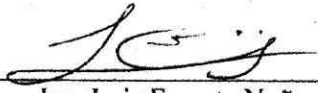
(f) 

Ing. Luis Ernesto Nuñez
Asesor
Colegiado No. 1191

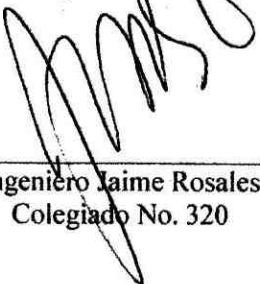
Tribunal

(f) 

Ingeniero Gamaliel Zambrano
Director de Ingeniería Química
Colegiado No. 686

(f) 

Ing. Luis Ernesto Nuñez
Asesor
Colegiado No. 1191

(f) 

Ingeniero Jaime Rosales
Colegiado No. 320

Fecha de aprobación: 24/enero/2012

PREFACIO

Este trabajo ha podido ser elaborado gracias a la colaboración del ingeniero Luis Núñez, con el principal material para hacerlo y su apoyo como asesor durante la elaboración.

Agradezco primeramente al personal del Laboratorio de Unitarias de la Universidad del Valle por su ayuda en diferentes aspectos durante la elaboración del trabajo y por su voluntad y apoyo para resolver problemas que se presentaron en el camino.

Sobre todas las cosas, agradezco a Dios por permitirme la oportunidad de estudiar y la voluntad y fuerza para alcanzar todas las metas que me he propuesto. Muchas gracias a todas las personas que en un momento u otro me apoyaron, comprendieron y aconsejaron hasta la conclusión de esta tesis.

Sin todas estas personas, esto no hubiera sido posible.

ÍNDICE

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	viii
ÍNDICE DE TABLAS	ix
RESUMEN	x
ABSTRACT	xi
I. INTRODUCCIÓN:	1
II. ANTECEDENTES:	2
A. Fuente de resina	2
B. Resinas	4
C. Colofonias	4
D. Tipos	5
E. Destilación	7
F. Diseño del proceso	8
III. JUSTIFICACIÓN:	11
IV. OBJETIVOS:	12
A. General:	12
B. Específicos	12
V. PROBLEMA A RESOLVER:	13
VI. METODOLOGÍA:	14
VII. RESULTADOS:	15
A. Cantidad óptima de ácido oxálico	15
B. Porcentaje de agua óptimo	15
C. Proceso de obtención de colofonia	15
D. Proceso para la destilación de la colofonia	16
E. Balance de masa	17
F. Punto de ablandamiento	17
VIII. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	18
IX. CONCLUSIONES:	23
X. RECOMENDACIONES:	24
XI. BIBLIOGRAFÍA:	25
XII. ANEXOS:	26
A. Datos originales	27
B. Cálculo de muestra	28
C. Datos calculados	30
D. Materiales	31
E. Imágenes	32

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1. Especies de Pino en el país	2
Ilustración 2. Distribución de <i>P. oocarpa</i>	3
Ilustración 3. Filtro Neutsche	9
Ilustración 4. Diseños de agitadores de líquidos viscosos	10
Ilustración 5. Muestras de resina variando la cantidad de ácido oxálico	15
Ilustración 6. Diagrama de proceso	16
Ilustración 7. Sistema de destilación de resina	32
Ilustración 8. Colofonia	32

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Calificación de Colofonia.....	5
Tabla 2. Estructura de ácidos resínicos.....	6
Tabla 3 Porcentaje de ácido oxálico óptimo.....	15
Tabla 4. Porcentaje de agua óptimo.....	15
Tabla 5. Equipos para el proceso.....	15
Tabla 6. Balance de masa de proceso.....	17
Tabla 7. Punto de ablandamiento de colofonia.....	17
Tabla 8. Muestras de resina para tratar con Ácido Oxálico.....	27
Tabla 9. Soluciones de ácido oxálico.....	27
Tabla 10. Soluciones finales de resina con ácido oxálico y agua.....	27
Tabla 11. Datos recolectados de destilaciones.....	27
Tabla 12. Coloración de muestras de resina con ácido oxálico.....	27
Tabla 13. Ingresos para balance de masa de muestra #6.....	30
Tabla 14. Salidas para balance de masa de muestra #6.....	30
Tabla 15. Balance total para destilación de muestra #6.....	30
Tabla 16. Concentración de soluciones de ácido oxálico.....	30
Tabla 17. Porcentaje de resina y agua en muestras destiladas.....	30
Tabla 18. Porcentaje de rendimiento de colofonia en muestras destiladas.....	31
Tabla 19. Materiales utilizados.....	31

RESUMEN

En el país existe una amplia área de bosques de coníferas que contienen especies de pino que proveen resina para su procesamiento y comercialización. Hoy, el recurso brindado por el pino es poco aprovechado y es procesado de manera muy artesanal. No existen muchas fuentes de información del proceso ni de la caracterización de la colofonia extraída de esta resina a través de su destilación, por esto, es difícil la comercialización y la obtención de una mejor calidad en la colofonia.

En el trabajo se determinó que la resina debe filtrarse con un tamiz estándar de Tyler malla 12, con una apertura efectiva de aproximadamente 1.397mm, para remover las impurezas y rastros sólidos provenientes de partes de árboles y los alrededores durante la recolección de la resina. A través de pruebas de limpieza de impurezas ferrosas en la resina con cinco diferentes porcentajes de ácido oxálico desde 0.05% hasta 0.13% en masa, el porcentaje más adecuado para el tratamiento de la resina es 0.07% en masa.

Se estudió también el efecto de una variación en el porcentaje de agua en la mezcla con resina al destilar, determinando que un 30% en peso de agua en la muestra a destilar permite una destilación a menores temperaturas que las destilaciones a 10 y 20% en masa de agua.

Con la información anterior se procedió a sugerir un diseño de las operaciones necesarias en el tratamiento de la resina para obtener la colofonia y el aguarrás, en el cual se indica el flujo del proceso y los parámetros de operación que fue posible determinar a nivel laboratorio. Se incluyen también los equipos sugeridos a utilizar en el procesamiento, para considerar a futuro de acuerdo a la base de diseño las modificaciones a los mismos.

ABSTRACT

Guatemala has a great area of conifer forests, which contain different pine tree species with the potential to supply resin for its processing and commercializing. Now a days, this resource supplied by the pine trees is not appropriately taken advantage of and is processed in a very traditional way. There is not enough information available of the processing required, nor the characteristics of the rosin obtained from the resin's distillation. This makes it difficult to commercialize the resin and to obtain better grade rosin.

The study determined the resin must be filtrated with a metallic screen with a metallic standard Tyler 12 mesh, to remove unwanted material from trees and surroundings during its recollection. Cleaning tests to remove ferrous materials from the resin were performed with five different oxalic acid percentages, ranging from 0.05% to 0.12%. The most appropriate percentage of oxalic acid to treat the resin turned out to be 0.07%. (p/p).

The effect of the variation in the amount of water in the resin to be distilled was studied and determined to be 30% (p/p). This will allow a lower range of distillation temperatures than the processes done with 10% and 20% of water.

With the previous information, a design of the process and operations involved was suggested, in which the process flow and operational conditions determined in a test level are included. The suggested units to use in the processing are included as well, to consider in the future the arrangements needed according to process needs.

I. INTRODUCCIÓN:

La resina obtenida del pino es un material grueso y viscoso pero todavía fluido. Es color gris opaco debido a la humedad acumulada en ella. Ésta se obtiene a partir de una serie de operaciones, llamadas sistema de resinación, practicadas en la corteza para hacer que fluya hacia el exterior la resina que se condensa en las células de la misma. Las principales aplicaciones de esta resina requieren un tratamiento físico y/o químico posterior a su extracción.

La destilación es el tratamiento más común dado a la resina y a partir de ésta se obtienen la colofonia y el aguarrás. La colofonia es el mayor producto obtenido, siendo el residuo no volátil y es un sólido incoloro, frágil y vidrioso. Es insoluble en agua, pero soluble en muchos solventes orgánicos y está compuesta principalmente de ácidos resínicos y pequeñas cantidades de compuestos no ácidos. La colofonia es evaluada y vendida basándose en el color, los amarillos más claros siendo los de mejor calidad. Características físico químicas como su punto de fusión influyen su calidad y estas dependen mayormente de la especie del pino de la que se obtuvo la resina.

La mayoría de la colofonia se usa en una forma modificada y no en la forma en que se obtiene. Su acidez permite convertirla a un gran número de derivados que son usados en un amplio rango de aplicaciones. Los derivados incluyen sales, esterés y colofonias polimerizadas e hidrogenadas. Sus usos más importantes son en la manufactura de adhesivos, de papel, tintas de impresión, materiales aislantes para la industria electrónica, hule sintético, goma de mascar y jabones y detergentes.

Este trabajo comienza con un marco introductorio en el que se especifica como problema a resolver la determinación de los pasos de un proceso a nivel laboratorio del cual se pueda obtener la colofonia que se pueda adaptar a escalonarse a niveles industriales. En la misma sección se indica que a través de los objetivos específicos que incluyeron la determinación de la cantidad de ácido oxálico para lograr una mejor limpieza de la resina y la evaluación del porcentaje de rendimiento del producto a partir de la variación de la cantidad de agua en la mezcla agua-resina a destilar, se llegaría al objetivo final de determinar el proceso a nivel laboratorio de la obtención de la colofonia para poderse escalar a una producción industrial de la misma.

Como marco teórico se incluyen los antecedentes del tema donde se expone una revisión breve de la especie de pino utilizada para la extracción de la resina, el proceso que se utiliza para hacerlo y se amplía sobre la colofonia, que es el producto de interés. Se incluye la información técnica encontrada en la literatura del compuesto, como la caracterización de los distintos grados de producto, su composición y las distintas aplicaciones que tiene en la industria de acuerdo a su pureza.

En cuanto la parte experimental, en el desarrollo del problema y solución se presentan las pruebas realizadas con el ácido oxálico, las destilaciones con diferentes cantidades de agua en la mezcla agua-resina y los rendimientos obtenidos a partir de las variaciones mencionadas.

Por último, el trabajo expone las conclusiones obtenidas a partir de los procedimientos llevados a cabo y la información recopilada sobre el rendimiento de las pruebas y los pasos a incluir en el proceso final para la extracción de la colofonia.

II. ANTECEDENTES:

A. Fuente de resina

Se llaman coníferas a un grupo de árboles agrupados dentro de la subdivisión de las Gimnospermas, cuya característica especial consiste en presentar semillas incluidas dentro de un receptáculo formado por un eje o raquis leñoso llamado cono, donde se insertan piezas que las protegen y retienen.

Guatemala cuenta con un total de 7,754 especies de plantas registradas. Entre las ecoregiones del país se encuentra la de bosques de pino-encino con una extensión de más de 29,000 km². Esta área se distingue por ser una de las zonas más ricas de coníferas en el mundo.

1. Bosques de Coníferas. Según el análisis de cobertura vegetal de Guatemala realizado por INAB, los bosques de coníferas cubren 226,500 ha, un 2.1% del territorio nacional. Las especies representativas de estos bosques son los pinos, los cipreses, enebros, cipresillos, pinabete, sabino y pinabetillos. Lo común es encontrar bosques de pinos o bosques de pino mezclados con otras coníferas. En Guatemala este tipo de bosques se desarrolla desde el nivel del mar hasta más o menos 4,000 metros de altitud, aunque son dominantes en las zonas por encima de los 1,500 msnm.

Desde 1967 se estableció que estas zonas son un importante centro de evolución y especiación del género *Pinus*, presentando más especies de pinos que cualquier otra zona de tamaño equivalente. Las coníferas del país incluyen cinco familias (Cupressaceae, Pinaceae, Podocarpaceae, Taxodiaceae y Taxaceae), siete géneros (*Abies*, *Cupressus*, *Juniperus*, *Pinus*, *Podocarpus*, *Taxodium* y *Taxus*) y 27 formas biológicas, de las cuales 18 son pinos.

Ilustración 1. Especies de Pino en el país

Nombre de la especie	Altitud (msnm)
Pinos	
<i>Pinus ayacahuite</i>	
<i>Pinus chiapensis</i>	
<i>Pinus montezuma</i>	1,600 - 2,400
<i>Pinus montezuma</i> var. <i>Lindleyi</i>	1,600 - 2,400
<i>Pinus rudis</i>	2,300 - 4,000
<i>Pinus Donnell-Smithii</i> (endémico)	
<i>Pinus hartwegii</i>	
<i>Pinus michoacana</i>	
<i>Pinus michoacana</i> var. <i>Comuta</i>	
<i>Pinus pseudostrobus</i>	2,400 - 2,800
<i>Pinus pseudostrobus</i> forma <i>megacarpa</i>	2,400 - 2,800
<i>Pinus maximinoi</i>	1,600 - 2,400
<i>Pinus oaxacana</i>	
<i>Pinus nubicola</i>	
<i>Pinus oocarpa</i>	
<i>Pinus oocarpa</i> var. <i>Ochoterenai</i>	
<i>Pinus tecunumanii</i>	
<i>Pinus caribaea</i> var. <i>Hondurensis</i>	500

Villar 1995 adoptado de J.P Perry (1991), Aguilar Cumes, Ponciano Gómez y Dary Fuentes (1988)

2. *Pinus Oocarpa*. El *Pinus Oocarpa* Schiede ex Schltdl, tiene de 14 a 25 metros de altura, y un tronco recto o curvo de 50 a 85 cm de diámetro y suele habitar entre los 500 y 2400 metros sobre el nivel del mar. Su madera puede usarse en construcción como pisos, paredes interiores y puertas, postes de electricidad, embalajes, juguetes y mueblería. Así también, se usa como leña en comunidades indígenas. De la resina se obtienen productos como el aguarrás y la colofonia, que tienen aplicaciones en otros productos y para fines medicinales y ornamentales.

Esta especie se adapta muy bien al manejo de la regeneración natural. Se utiliza en plantaciones puras, como cortinas rompe-vientos, para el control de la erosión y por su capacidad de crecer en sitios infértiles y degradados.

P. oocarpa se extiende desde México hasta el noreste de Nicaragua. En Guatemala, Honduras, Nicaragua y El Salvador representa la especie dominante de los bosques de pino.

Ilustración 2. Distribución de *P. oocarpa*



INAB. Estado actual de la biodiversidad en Guatemala. Universidad Rafael Landívar.

La especie alcanza alturas de 45m y diámetros de hasta 1m recto y cilíndrico. Su copa es irregular, con ramas finas y relativamente ralas, las inferiores horizontales, las superiores más ascendentes. Su corteza es rojizo oscuro a grisáceo de bandas largas e irregulares, escamosas.

Las hojas tienen forma de aguja, son grupos de tres a cinco, de 14-25 cm de largo, erguidas, gruesas y ásperas, con bordes finamente aserrados.

Sus flores son pequeñas, en inflorescencias terminales en la parte superior de la copa, y las masculinas en las ramas inferiores.

Sus frutos, son conos café oscuro, fuertes y pesados, ovoides a globosos, de 5-10 cm de largo. Tienen escamas leñosas, en grupos de dos a tres en la rama. Las semillas son triangulares, pequeñas (4-7 mm de longitud), color café oscuro, con una ala membranosa color café de 10-12 mm de largo.

B. Resinas

Se da el nombre de resinas a diversas sustancias orgánicas que se caracterizan por su estabilidad química, sólidas o semisólidas, principalmente de origen vegetal. Éstas generalmente son amorfas, de color amarillo o rojo, traslúcidas, no son atacadas fácilmente por bases o ácidos, son insolubles en agua y solventes inorgánicos y solubles en diversos solventes orgánicos como el éter y el alcohol. Con moderado calor, las resinas se ablandan y se funden y son pobres conductoras de calor y electricidad.

Las resinas naturales son exudaciones brillantes de granos finos que se producen en forma natural como resultado de condiciones patológicas o bien que se inducen artificialmente; son productos de secreción orgánica vegetal que llegan hasta las superficies subcorticales por la formación de canales que atravesando la madera conducen las resinas hasta dichas superficies. Los canales resiníferos se forman por absorción celular y las células reabsorbidas vacían su contenido sobre dichos canales encargados de hacer el transporte de la resina hasta la superficie, como un mecanismo de defensa contra agrietamientos o heridas.

Los canales resiníferos se distribuyen verticales y horizontales en el árbol; se entrelazan unos a otros mediante rayos formando un sistema que se interconecta con los tejidos de la corteza interna, por el que se transportan los diferentes compuestos del metabolismo de las hojas.

Las resinas de los pinos fluyen en forma de oleoresina, con olor especial y sabor agrio, como una solución de la resina llamada brea, disuelto en un aceite esencial llamado aguarrás o esencia de trementina. A esta solución brea y aguarrás se le llama trementina o miera, la cual en contacto con el aire se vuelve viscosa, opaca y deja en el tronco, al evaporarse el aguarrás, un depósito de sustancia amarillenta.

C. Colofonias

La colofonia es el mayor producto obtenido de la resina de pino. Ésta permanece como la porción no volátil luego de la destilación del aguarrás y es un sólido frágil, transparente y cristalino. Es insoluble en agua pero soluble en distintos solventes orgánicos. Es calificada y vendida con base en su color, los tonos más pálidos de amarillo siendo los de mejor calidad.

1. Criterios de calidad. A pesar que varios otros criterios determinan la calidad de la colofonia y la aceptación para distintas aplicaciones, el color y punto de fusión suelen ser indicadores suficientes para satisfacer a un comprador de colofonia de fuentes tradicionales. La colofonia se califica con base en su color, el tono más claro siendo el más deseable y designado WW, por sus siglas en inglés "water-white". Esta calidad y el grado ligeramente menor WG, por "window-glass", son las colofonias más comúnmente comercializadas. Clasificaciones menores y más oscuras son: N, M, K, I, H y aún menores. La colofonia es un sólido cristalino y se refiere al el punto en que se suaviza al calentarla como punto de ablandamiento en lugar de punto de fusión. Lo usual es un punto de ablandamiento en el rango de 7-80°C, el extremo superior representando una mayor calidad.

No existen estándares internacionales para la colofonia, y a pesar de que la Sociedad Americana para Pruebas y Materiales, ASTM por sus siglas en inglés, describe métodos estándar para pruebas, no establece ningún requisito al cual deba ajustarse la colofonia. Esto permite que las compañías y los comerciales involucrados en la industria de la colofonia, tengan sus propias especificaciones que varían de una a otra compañía, y esto dificulta el poder generalizar y citar datos analíticos típicos del producto.

La siguiente tabla presenta algunas especificaciones de la colofonia de distintos orígenes y puede usarse como una guía para la calificación de la aceptación de colofonia de nuevos productores:

Tabla 1. Calificación de Colofonia

Origen	Color	Punto de ablandamiento (°C)
China	WW	70-85
Portugal	WW	min 70
Brazil	X/WW	70-78
Indonesia	WW/WG	75-78

Coppen, JJW; Hona, GA. *Gum naval stores: Turpentine and rosin from pine resin.*

Otras características físico-químicas ejercen influencia en la calidad y son dependientes de la especie de pino de la que se obtiene la colofonia, determinadas más por la genética que por factores ambientales o de procesamiento.

La mayoría de la colofonia se usa en una forma químicamente modificada más que en el estado crudo en el cual se obtiene. La acidez intrínseca, en conjunto con otras propiedades químicas, le permiten ser convertida una gran cantidad de derivados que se utilizan en un amplio rango de aplicaciones. Los derivados incluyen sales, aductos de ésteres y anhídridos maléicos, y resinas hidrogenadas, desproporcionadas y polimerizadas. Sus usos más importantes son en la manufactura de adhesivos, agentes de apresto para el papel, tintas de impresión, soldaduras y fundentes, y materiales aislantes para la industria electrónica, hule sintético, goma de mascar y jabones y detergentes.

D. Tipos

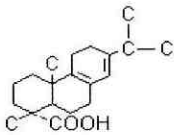
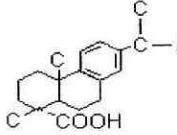
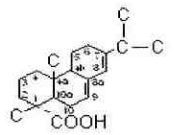
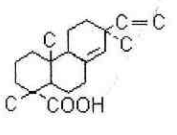
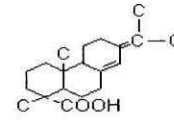
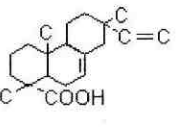
1. **Composición.** La colofonia obtenida de la resina está compuesta en un 90% por ácidos resínicos diterpenos y un 10% por compuestos neutros, generalmente reportados como materia no-saponificable. Los ácidos resínicos de los pinos generalmente son ácidos tricíclicos diterpenos monocarboxílicos. Su fórmula empírica es $C_{19}H_{29}COO_{19}$.

Los ácidos resínicos del pino se pueden clasificar en dos grupos: abiéticos y primáricos. Los tipo abiético tienen una cadena lateral isopropílica en el esqueleto, y difieren en la cantidad y posición de los dobles enlaces. Los tipo primárico contienen una cadena de vinilo y metilo y difieren en su estereoquímica y posición de dobles enlaces.

La composición principal de ácidos resínicos en la colofonia, determinados a partir del estudio de la colofonia proveniente de especies de pino de China indica que son 8 los componentes ácidos. Los

ácidos resínicos son una serie de ácidos carboxílicos relacionados con básicamente el mismo esqueleto: tres anillos fusionados con la fórmula empírica: $C_{19}H_{29}COOH$.

Tabla 2. Estructura de ácidos resínicos

Ácido	Estructura	Ácido	Estructura
Palústrico	 Palustric	Dehydroabiético	 Dehydroabietic
Abiético	 Abietic	Primárico	 Pimaric
Neoabiético	 Neoabietic	Isoprimárico	 Isopimaric

Eastman Chemical Company. www.eastman.com/Online_Publications/WA79/wa7903.ht

2. Aplicaciones . La mayoría de la colofonia se usa en una forma químicamente modificada más que en el estado crudo en el cual se obtiene. La acidez intrínseca, en conjunto con otras propiedades químicas, le permiten ser convertida una gran cantidad de derivados que se utilizan en un amplio rango de aplicaciones. Los derivados incluyen sales, aductos de ésteres y anhídridos maléicos, y reinas hidrogenadas, desproporcionadas y polimerizadas. Sus usos más importantes son en la manufactura de adhesivos, agentes de apresto para el papel, tintas de impresión, soldaduras y fundentes, y materiales aislantes para la industria electrónica, hule sintético, goma de mascar y jabones y detergentes.

Los ácidos abiéticos que componen la colofonia se hacen reaccionar con glicerol u otros alcoholes para formar gomas de ésteres, que por sus propiedades secantes se utiliza en la industria de las pinturas y los barnices.

En China se han desarrollado más de 40 productos reprocessados de la colofonia, los principales siendo colofonia hidrogenada, amina de colofonia, jabón de colofonia y colofonia de amina y agentes de apresto para la industria del papel.

- La colofonia hidrogenada se utiliza en la industria de adhesivos para incrementar la adhesión de adhesivos y se usa también en la industria alimenticia y farmacéutica.
- La colofonia desproporcionada se utiliza principalmente como un emulsificador para la industria de hule sintético.

- El maleato de colofonia es un producto de adición de la colofonia con anhídrido maléico, utilizado como agente de apresto en la industria del papel, en pinturas, tintas y otras industrias químicas.
- La colofonia polimerizada se utiliza ampliamente en tintas de impresión y la industria de revestimiento.

E. Destilación

La destilación es un método para separar los componentes de una solución; depende de la distribución de las sustancias entre una fase gaseosa y una líquida, y se aplica a los casos en que todos los componentes están presentes en las dos fases. En vez de introducir una nueva sustancia en la mezcla, con el fin de obtener la segunda fase, la nueva fase se crea por evaporación o condensación a partir de la solución original.

La destilación se refiere a separar soluciones en que todos los componentes son apreciablemente volátiles. En éstas, aplicando calor es posible evaporar parcialmente las soluciones y crear una fase gaseosa que conste de los componentes deseados.

En la destilación, la nueva fase difiere de la original por su contenido calorífico, pero el calor se incrementa o se elimina sin dificultad; por supuesto, debe considerarse inevitablemente el costo de aumentarlo o eliminarlo.

La separación directa que comúnmente es posible por destilación, en productos que no requieren procesamiento posterior, tal vez ha hecho de ésta la más importante de todas las operaciones de transferencia de masa.

1. Destilación diferencial o sencilla. Si durante un número infinito de evaporaciones instantáneas sucesivas de un líquido, sólo se evaporara una porción del líquido cada vez, el resultado neto sería equivalente a una destilación diferencial o sencilla.

Esto se puede aproximar en la práctica. Un lote líquido se carga en una caldera o destilador equipado con un dispositivo de calentamiento, como una chaqueta de vapor. La carga se hierve lentamente y los vapores se descargan en un condensador tan pronto se forman; aquí se licúan y el condensado se almacena en el colector. El aparato es básicamente una réplica a gran escala del matraz y refrigerante de destilación ordinario de laboratorio.

2. Destilación por arrastre de vapor. En la destilación por arrastre de vapor, se introduce vapor a la columna para disminuir la presión parcial de los componentes volátiles. Se usa para la destilación de productos sensibles al calor y para compuestos con un alto punto de ebullición. Es una alternativa para la destilación al vacío pero los productos deben ser inmiscibles con el agua. La destilación por arrastre de vapor se utiliza ampliamente en la extracción de aceites esenciales de extractos de plantas.

F. Diseño del proceso

1. Materiales. En la selección de los materiales de ingeniería, se deben considerar muchos factores, pero para una planta de procesamiento químico, la consideración definitiva suele ser la habilidad de resistir la corrosión. Otros factores, como la contaminación del producto y la seguridad del proceso también deben considerarse. Las características más importantes a considerar en la selección de un material incluyen a las propiedades mecánicas, la resistencia a la corrosión, la facilidad de fabricación y el costo.

Las propiedades mecánicas generales y las áreas típicas de uso de algunos materiales comúnmente empleados en la construcción de plantas químicas permiten reemplazar a nuevos procesos con características similares.

El acero al carbón es el material más utilizado en la ingeniería. Es barato, está disponible en un amplio rango de formas y tamaños estándares, y puede trabajarse y soldarse fácilmente, además de ser fuerte y dúctil.

El acero al carbón y el hierro no son resistentes a la corrosión, excepto en ambientes específicos, son adecuados para su uso con solventes orgánicos, excepto los clorados.

El acero inoxidable es el material resistente a la corrosión más utilizado en la industria química. Para poder ser resistente a la corrosión, el contenido de cromo debe ser superior al 12%, y conforme al aumento del contenido de éste, mayor es la resistencia de la aleación a la corrosión en condiciones oxidantes.

Existe un amplio rango de aceros inoxidables, con composiciones adecuadas a las propiedades necesarias para cada aplicación. Estos se dividen en tres grandes clases:

- a. Ferríticos: 12-13% de Cr, <0.1% C, 0% Ni
- b. Austeníticos: 18-20% Cr, >7% Ni
- c. Martensíticos: 12-10% Cr, 0.2-0.4% C, <2% Ni

La estructura de los Austeníticos es la deseada para la resistencia a la corrosión, y es esta calificación la más ampliamente utilizada en la industria química. Estos aceros inoxidables tienen mayor fuerza que los aceros al carbón, particularmente a temperaturas elevadas, sin embargo tienen una conductividad térmica casi tres veces menor a la del acero carbón. En general, los aceros inoxidables se utilizan para resistencia a la corrosión cuando existen condiciones oxidantes.

2. Proceso de separación. Los procesos químicos consisten especialmente de etapas de reacción precedidas o seguidas por etapas de separación en las que las materias primas o los productos se separan y purifican. La necesidad de separar fases sólidas y líquidas es probablemente la más común en la industria y se utilizan una variedad de técnicas. La separación se ve afectada por la diferencia de densidad entre líquidos y sólidos, usando la gravedad o fuerza centrífuga, o, por filtración, que depende del tamaño y forma de la partícula. La técnica más adecuada depende de la concentración de sólidos, de la velocidad de alimentación, así como del tamaño y naturaleza de las partículas.

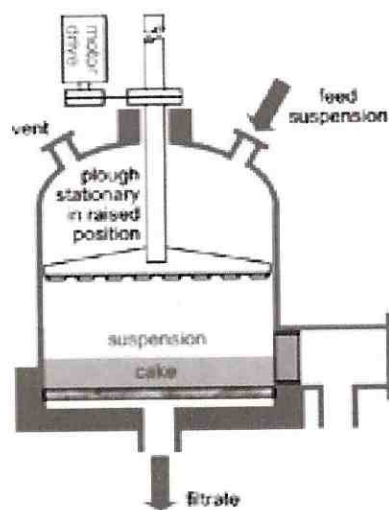
La clarificación, la filtración, la centrifugación y los hidrociclones son opciones para estas separaciones, cada uno con diferentes eficiencias en la separación de acuerdo a las características del proceso en cuestión.

En procesos de filtración los sólidos se separan del líquido al hacerlo pasar a través de un medio poroso. Esta técnica se usa ampliamente en la industria química y de otros procesos. Existe una amplia variedad de equipos y medios, diseñados de acuerdo a las necesidades de las aplicaciones. Auxiliares de filtración se suelen usar para incrementar la tasa de filtración en pastas difíciles, ya sea aplicado como una capa al filtro o agregado a la pasta.

Los filtros industriales utilizan vacío, presión o fuerza centrífuga para transportar el líquido a través de la pasta formada por los sólidos. Entre los diferentes equipos de filtración que operan con presión y vacío para filtraciones difíciles se encuentran:

- Filtro Nutsche: Tanque perforado en la base para soportar el medio filtrante, opera con gravedad y vacío.
- Filtro prensa: Para operación por lotes, opera a presión.
- Filtros de hojas: Operación a presión o con vacío. Las hojas consisten de marcos metálicos sobre los que se coloca la tela de filtrar.
- Filtro de tambor rotatorio: Consiste de un tambor hueco rodeado por el medio filtrante, parcialmente sumergido en la pasta, de manera que el vacío dentro del tambor succione al líquido.
- Filtro de discos: Contiene una serie de discos delgados montados en un eje.

Ilustración 3. Filtro Nutsche



Wakeman, Richard. *Solid/Liquid Separation: Equipment Selection and Process Design*. 2007.

3. Tanques. El diseño de un tanque o reactor industrial debe satisfacer los factores químicos, los factores de transferencia de masa y calor y los factores de seguridad. Entre los principales tipos de reactor de acuerdo a su geometría se encuentran el reactor de tanque agitado, tubular, de cama empacada y de cama fluidizada.

Los reactores de tanque agitado consisten de un tanque equipado con un agitador mecánico y una chaqueta de enfriamiento o serpentines. Este se considera un reactor básico, existe en una amplia gama de volúmenes, y especialmente adecuados para procesos que necesitan transferencia de calor.

Los reactores tubulares se utilizan para reacciones gaseosas. Existen dos tipos de reactores de capa empacada: en los que el sólido es el reactivo y en los que el sólido es el catalizador. La característica principal de los reactores de cama fluidizada es la suspensión de los sólidos en el flujo ascendente del reactivo, lo que permite una alta transferencia de calor y masa y un buen mezclado.

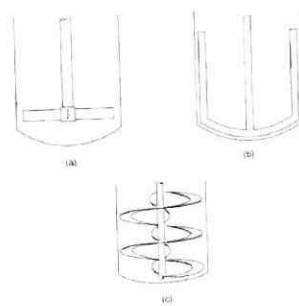
4. Equipo de mezcla. El equipo usado para la preparación de mezclas depende de la naturaleza de los materiales y el grado de mezcla requerido. La mezcla se suele asociar con otras operaciones, como las reacciones y la transferencia de calor. Los procesos de mezcla de líquidos y sólidos se suelen llevar a cabo en operaciones por lotes.

En la elección de equipo para mezcla de líquidos se debe considerar si es una operación continua o por lotes, la naturaleza del proceso, el grado de mezcla deseado, las propiedades físicas de los líquidos con especial atención en la viscosidad, la necesidad de otra operación en conjunto con la mezcla como el calentamiento.

El mezclado turbulento en los tanques es importante en las operaciones que involucran la transferencia de masa y calor. El agitador más adecuado para una aplicación particular depende del mezclador requerido, la capacidad del tanque y las propiedades del fluido. Los tres tipos principales de impulsores utilizados con viscosidades bajas son los de turbina, de álabes inclinados y de hélices marinas. Las turbinas Rushton son dispositivos de flujo radial, adecuados para procesos controlados por un mezclado turbulento. Las hélices y turbinas de álabes son dispositivos de flujo axial.

Los mezcladores de remo, de ancla y helicoidales son más adecuados para flujos más viscosos.

Ilustración 4. Diseños de agitadores de líquidos viscosos



III. JUSTIFICACIÓN:

La resina no ha sido considerada como un producto para comercio internacional. Hace unos años algunos productores tradicionales comenzaron a pasar por una escasez que llevó a diferentes países a la necesidad de la importación de la resina por primera vez.

La demanda del componente para las distintas industrias se mantiene, mientras algunos países pierden el recurso natural o la mano de obra a un precio económicamente viable para producirla. Países de Centro América y Sudamérica tienen el recurso natural y la mano de obra para su extracción pero no el proceso industrial instalado para su procesamiento.

A lo largo del país existen bosques con especies de pino que permiten la extracción de la resina. Sin embargo, el tratamiento que se le da no es uno industrial de un proceso establecido sino solamente como es costumbre y que se ha ido mejorando a través de la experimentación. Los parámetros correctos como cantidades a agregar, tiempo y temperaturas de destilación no se manejan y por ende no permiten la pureza de colofonia que podría buscarse.

El diseño de este proceso permitirá su aplicación en la industria del país y permitirá la mejora de la calidad y pureza de la colofonia obtenida, de manera que el producto sea más competitivo tanto en el mercado local como en el exterior. Guatemala tiene la materia prima para la producción de la colofonia y tiene el área para la instalación de plantas de producción. Con este trabajo se establecieron las bases de la ingeniería para realizar la producción y explotar el recurso, beneficiando al país en el proceso.

IV. OBJETIVOS:

A. General:

1. Diseñar un proceso a nivel laboratorio para la obtención de colofonia a partir de su separación de la resina de pino.

B. Específicos

1. Determinar los procesos necesarios para separar colofonia a partir de la destilación de la resina de pino a nivel laboratorio para sentar las bases para un futuro escalonamiento a nivel de producción industrial
2. Determinar la cantidad de ácido oxálico que permita una óptima limpieza de compuestos ferrosos de la resina con base en el color resultante a partir de la variación de la misma.
3. Determinar el efecto del cambio de porcentaje de agua en la muestra de resina a destilar en el tiempo y las temperaturas de destilación
4. Evaluar el porcentaje de rendimiento del producto obtenido de la operación de destilación de la resina de pino a partir de la variación del porcentaje de agua en la mezcla agua-resina a destilar

V. PROBLEMA A RESOLVER:

Actualmente se presenta el problema de que la extracción de la colofonia se realiza de una manera artesanal y, por ende, no se conocen las características de la misma. La falta de experimentación y documentación de esta extracción no permite contar con los pasos del proceso adecuado que debe seguir la resina de manera que se le den todos los tratamientos necesarios y que se le den adecuadamente para poder obtener de una línea de producción, la mejor calidad de colofonia que la especie de pino de la cual se ha extraído la resina pueda proveer.

VI. METODOLOGÍA:

Se comenzó con una revisión bibliográfica de las fuentes y los procesos disponibles para el desarrollo de los antecedentes del trabajo. En estos se incluye la información sobre la especie de pino de la cual procede la resina, el método de extracción, características de la materia prima y los productos e información sobre las operaciones aplicadas para su obtención y separación.

Se obtuvo una muestra de resina de pino del pino *Pinus Oocarpa* para llevar a cabo las pruebas necesarias. La resina se limpió inicialmente con una malla metálica de aluminio para remover las impurezas sólidas. Se determinó que el porcentaje de ácido oxálico correcto para tratar las muestras de resina y precipitar el hierro que pueda contener, se recomendaba entre los 0.6 y 1.2 kg de ácido por tonelada de resina. Se hicieron pruebas con un intervalo más amplio tratando muestras de 100g de resina con porcentajes entre 0.05 y 1.3% en masa de ácido oxálico, determinando el adecuado a través de la evaluación del color resultante en cantidades iguales de la muestra colocados en cajas Petri.

Se destilaron tres muestras de la resina, con un sistema de destilación de simple efecto, por lotes, utilizando vacío para alcanzar el punto de ebullición más rápidamente. Se varió el porcentaje de agua agregado entre 10 y 30%, para determinar el efecto del porcentaje de agua en la muestra en la temperatura de destilación y el rendimiento de la colofonia.

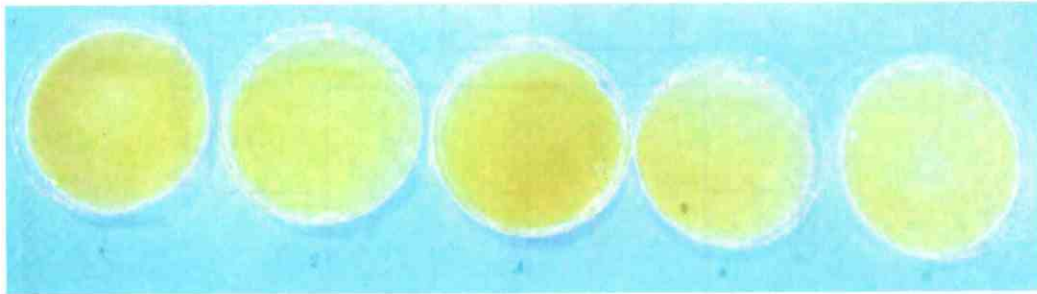
VII. RESULTADOS:

A. Cantidad óptima de ácido oxálico

Tabla 3 Porcentaje de ácido oxálico óptimo

Número de muestra	1	2	3	4	5
Porcentaje en masa de ácido oxálico (% p/p)	0.05	0.07	0.09	0.11	0.13
Orden de efectividad de limpieza	5	1	4	3	2

Ilustración 5. Muestras de resina variando la cantidad de ácido oxálico



B. Porcentaje de agua óptimo

Tabla 4. Porcentaje de agua óptimo

Porcentaje en masa de agua en la muestra ($\pm 0.01\%$ p/p)	10.07	20.03	29.97
Temperatura inicial de destilación ($\pm 1^\circ\text{C}$)	43	37	34
Temperatura final de destilación ($\pm 1^\circ\text{C}$)	158	149	143
Rendimiento colofonia contra materia prima ($\pm 0.01\%$)	76.54%	77.43%	79.08%

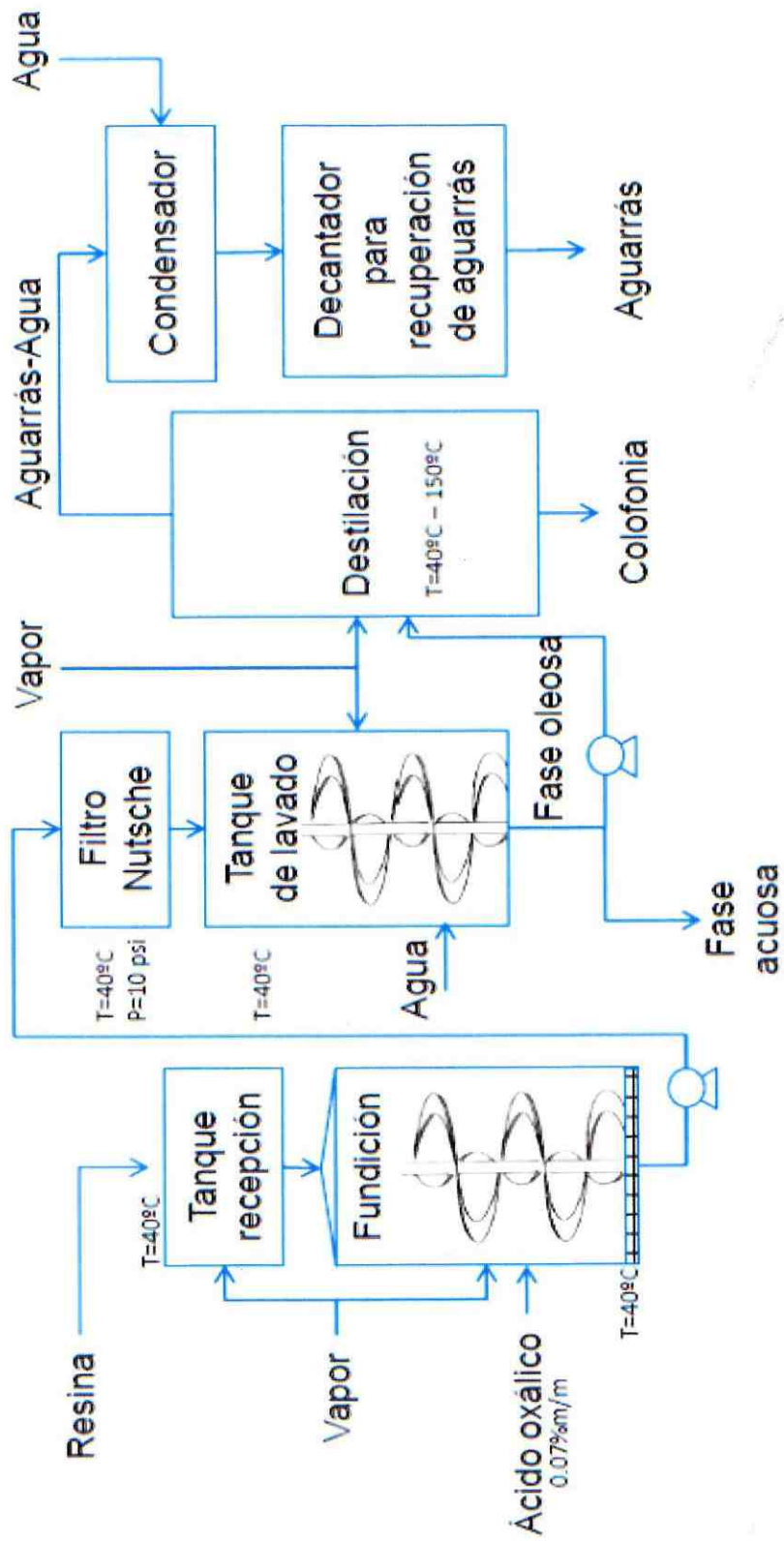
C. Proceso de obtención de colofonia

Tabla 5. Equipos para el proceso

Operación	Equipo	Material/Tipo
Recepción de resina	Tanque	Acero Inoxidable 316
Fundición y Limpieza	Tanque enchaquetado	Acero Inoxidable 316
	Agitador	Helicoidal
	Rejilla	Metálica Malla 18x16
	Filtro	Nutsche-Acero Inoxidable-Tela de filtrar
Destilación	Destilador	Acero Inoxidable 316
Separación aguarrás-agua	Decantador	Acero inoxidable 316
Almacenamiento	Tambores de colofonia	Hierro galvanizado

D. Proceso para la destilación de la colofonia

Ilustración 6. Diagrama de proceso



E. Balance de masa

Tabla 6. Balance de masa de proceso

Balance de masa					
Muestra	Ingresos (g)		Salidas (g)		Pérdidas (g)
6	Resina	100.0200	Colofonia	76.5553	
	Ácido oxálico	0.0737	Aguarrás	22.0568	
	Agua	11.1960	Agua	10.30144	
	TOTAL	111.2897	TOTAL	108.9136	
7	Resina	100.0435	Colofonia	77.4637	
	Ácido oxálico	0.0728	Aguarrás	20.7734	
	Agua	25.0622	Agua	23.14494	
	TOTAL	125.1785	TOTAL	121.3821	
8	Resina	100.0200	Colofonia	79.0885	
	Ácido oxálico	0.0735	Aguarrás	19.8761	
	Agua	42.8004	Agua	38.52036	
	TOTAL	142.8939	TOTAL	137.4849	

F. Punto de ablandamiento

Tabla 7. Punto de ablandamiento de colofonia

Muestra	Agua en muestra de resina (%p/p)	Temperatura inicial de destilación ($\pm 1^\circ\text{C}$)	Temperatura final de destilación ($\pm 1^\circ\text{C}$)	Punto de fusión ($\pm 1^\circ\text{C}$)
6	10.07	43	158	73
7	20.03	37	149	73
8	29.97	34	143	74

VIII. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para alcanzar el objetivo general de la investigación, de determinar a nivel laboratorio el proceso necesario para la extracción de colofonia a partir de la resina de pino a nivel industrial, fue necesario cumplir con una serie de objetivos y pasos específicos y definir las operaciones que conformarían el proceso industrial.

La resina está compuesta por una serie de ácidos resínicos, que conforman la mayor parte de la misma y por ende, la hacen un material corrosivo para los metales con que entra en contacto. A través de la información presentada en los antecedentes se determinó que un material adecuado para la construcción de equipo que resiste a la corrosión es el acero inoxidable 316. Este acero austenítico contiene un porcentaje mayor a 18% de cromo, cuya aleación con el hierro permite la resistencia del material a la corrosión. Es necesario el uso de acero inoxidable austenítico debido a que uno con menor porcentaje de cromo no permite tanta resistencia a la corrosión como éstos y dentro de los Austeníticos se elige al 316 por la presencia del molibdeno, que permite la resistencia al picado y rendijas en los equipos al trabajar con medios tan corrosivos como en este caso lo es la resina. Así, los equipos utilizados para el procesamiento de la resina y colofonia deben ser construidos de acero inoxidable grado 316 para permitir la mejor resistencia a la corrosión generada por los ácidos resínicos que las componen.

El primer paso para la obtención de la colofonia es la recolección de la resina. Esta operación se realiza en los árboles de pino, a través de distintos métodos. Como elementos comunes a través de éstos se encuentra el recipiente en que se recibe la resina. Este recipiente es metálico y sin un cobertor, abierto a la atmosfera en todos los casos. Así, durante la recolección de la resina, se depositan en él conos y hojas de pino del árbol, así como demás impurezas que la lluvia pueda arrastrar del tronco del árbol al recipiente.

La resina se recibe de esta manera para su procesamiento, de manera que el siguiente paso para alcanzar el producto final es la limpieza de la misma. En el proceso de la resina, ésta se limpia de los diferentes componentes ajenos al aguarrás y la colofonia que pueda contener. Se inicia con una limpieza de los sólidos más gruesos que contiene, entre los que se encuentran las mencionadas impurezas como restos de árbol, hojas y semillas. En esta operación solamente se quiere separar las partículas de mayor tamaño por lo que se lleva a cabo la filtración de la materia prima con un tamiz estándar de Taylor malla 12 de apertura aproximada de 1.397mm. Esta rejilla retiene gran parte de las impurezas insolubles y de mayor tamaño, dejando ya una resina más fluida para continuar en el proceso.

Para lograr esta filtración, en el caso de la experimentación se hizo pasar la resina caliente a través de la malla metálica, reteniendo esta última todos los sólidos con un diámetro mayor a 0.3cm. En la experimentación, dicha filtración no se llevó a cabo con presión, sino solamente por gravedad, sin embargo implica un tiempo muy alto y la remoción constante de los residuos de la malla y la pérdida de mucha resina en el momento en que se hace esta limpieza.

En adición a la experimentación, se procedió a hacer la revisión literaria de procesos similares, para ampliar y definir que la filtración industrialmente debe hacerse con este mesh en la rejilla, sin

embargo con un previo calentamiento de la resina a 40°C a partir de los cuales ésta ya fluye más rápidamente y se queda menor cantidad atrapada entre demás impurezas en la rejilla.

Para permitir el calentamiento y la filtración, se propone utilizar una fundidora, que consiste de un tanque de acero inoxidable 316 en el cual se calienta la resina a 50°C a través de una chaqueta de vapor, de manera que se fluidiza y se permite pasar por la base del tanque, que es una rejilla del mesh indicado.

En este punto, se ha removido la mayor cantidad de impurezas de la resina, sin embargo muchas de estas son solubles en la resina o tienen un tamaño de partícula no retenido por la malla metálica por lo que debe realizarse una etapa más de filtrado. Para este filtrado, se agrega ácido oxálico a la resina fluidizada en el proceso de fundición. El ácido oxálico se mezcla con la resina a través de un mezclador helicoidal. Este tipo de mezclador se recomienda para los fluidos muy viscosos, como lo es la resina y puesto que la cantidad a agregar de ácido es pequeña, es necesaria una agitación completa de manera que se distribuya a lo largo de la resina.

El ácido oxálico es un ácido orgánico fuerte, cuyo anión oxalato es un agente reductor que forma precipitados insolubles con muchos metales. En la literatura se indica que este ácido es utilizado comúnmente en el tratamiento de la resina para remover impurezas metálicas. Así, en el proceso de fundición, que cuenta con mezclado, se agrega el ácido oxálico y se permite la mezcla antes de filtrarlo con la malla metálica para luego dirigirlo a un filtro de Nutsche de acero inoxidable 316 con asistido por tela de filtrar para retener los precipitados.

Existe en la industria telas de filtrar con diámetros de poro desde 8 a 115nm, y el tamaño promedio de los cristales de oxalato de hierro formado es de aproximadamente 40nm, por lo que una tela con poro menor a este diámetro será suficiente para llevar a cabo una filtración correcta.

Empresas que han producido colofonia recomiendan la utilización de 0.6 a 1.2 kg de ácido oxálico por cada tonelada de resina a procesar. A partir de esta recomendación, se hicieron pruebas agregando porcentajes de ácido oxálico de 0.05 a 0.13% en masa, aumentando 0.02% entre cada muestra de 100g de resina, con el objetivo de determinar el porcentaje óptimo de ácido utilizar para permitir la mayor limpieza de la misma y evitar desperdiciar ácido oxálico en el proceso.

En la página 15 Tabla 3 Porcentaje de ácido oxálico óptimo se presentan los resultados de estos tratamientos con ácido oxálico. Para las cinco muestras de resina tratadas con su correspondiente porcentaje de ácido oxálico, se numeraron en orden ascendente de acuerdo a su color y se asignó un número de uno a cinco, uno siendo el color más claro obtenido en la resina y cinco siendo el más oscuro. Así, se puede ver que la muestra número dos, con un 0.07% p/p de ácido oxálico permite una mejor limpieza y precipitación de los hierros en la resina, y remueve parte del color café que inicialmente presenta la resina. La ilustración No 4 en la página 10 presenta las fotografías de las muestras de resina, comparadas en cajas Petri que permitieran evidenciar el cambio de color de una muestra a otra. Se prepararon muestras de resina para comparar el cambio en la coloración, agregando a los 100g de resina, 15mL de solución de ácido oxálico a las distintas concentraciones; la preparación de estas soluciones se presenta en la página 27 Tabla 9. Soluciones de ácido oxálico, en la sección de datos originales. Comparando cantidades iguales de estas muestras, la ilustración demuestra la numeración asignada y permite determinar que la cantidad correcta de ácido oxálico a utilizar en un

proceso industrial es de 0.07% en peso. De las cinco muestras tratadas, la muestra número 2 y 5, con porcentajes de ácido oxálico de 0.07% y 0.13% presentan similar coloración. Esta similitud entre la capacidad de limpieza nos indica que un 0.07% de ácido oxálico es suficiente para la limpieza de la resina, sin embargo al agregar un mayor porcentaje de ácido oxálico, la disminución del color no continúa inmediatamente, sino las muestras con 0.09% y 0.11% de ácido oxálico muestran una disminución de color al compararse con la muestra #1, que contenía 0.05% en peso de ácido oxálico. Conforme se aumenta la cantidad de ácido oxálico en el tratamiento, en las tres muestras de mayor concentración, se ve nuevamente una disminución en el color de la muestra, hasta alcanzar un color muy similar al visto en la muestra#2 con 0.07% de ácido oxálico. Así pues, se determina que tratando esta resina de pino, tanto una adición de 0.07% en masa de ácido oxálico, como una adición de 0.13%, permitirán la mejor precipitación de hierro y por ende, limpieza de la resina para su futuro procesamiento.

Con la cantidad correcta de ácido oxálico, se debe hacer pasar la resina por la tela en el filtro, de manera que retenga los precipitados y cualquier partícula sólida que haya podido pasar la filtración inicial. Puesto que la viscosidad de la resina sigue siendo alta, a pesar de su calentamiento, un filtro Nutsche permite la filtración al vacío o a presión. Debido a que en la etapa siguiente se agregará agua y se calentará más la solución, ambos servicios aportan al proceso, ya sea elevando la temperatura que se continuará elevando en el destilador, o produciendo un vacío que permita llevar la mezcla a destilar más rápidamente.

Este filtro cuenta con la ayuda de la gravedad para la filtración, ya que se ingresa la solución a filtrar por la parte superior y agitadores opcionales ayudan a agitarlo conforme el vacío o presión succiona o dirige la resina a través del medio filtrante.

Operaciones existentes de colofonia varían el porcentaje de agua agregado a la resina para su destilación, por lo que se destilaron tres muestras de resina, cada una con diferente porcentaje de agua, de manera que se pudiera determinar el efecto de la variación de este porcentaje en el rendimiento y las temperaturas de la destilación. En la literatura se suele agregar 20% de agua a la resina antes de su destilación, por lo que se trabajó en un rango de 20% en masa ampliando el rango un 50% del promedio, para realizar destilaciones con 10%, 20% y 30% en masa de agua, respectivamente. Con la determinación previa del porcentaje de ácido oxálico correcto, se destilaron estas tres muestras conteniendo: 100g de resina, 0.07% en masa de ácido oxálico y 10, 20 y 30%, correspondientemente, en masa de agua. En el apéndice se incluyen las tablas correspondientes a las pruebas de destilación llevadas a cabo, casos en que se trabajó solamente la destilación al vacío, y disminuyó considerablemente las temperaturas de destilación contra las referidas en la literatura. Estas destilaciones se llevaron a cabo a 10 psi de vacío. El punto de ebullición del aguarrás es cercano a los 150°C, por lo que alcanzar esta temperatura en la destilación implica gran cantidad de calor suministrado. Por esta razón, se trabajó al vacío mencionado, en cuyo caso la destilación comenzó cerca de los 30°C y terminó cerca de los 140°C, en un tiempo de una hora y media.

En la página 15, Tabla 4. Porcentaje de agua óptimo, se presentan los resultados de las destilaciones llevadas a cabo con los distintos porcentajes de agua. En el caso de la primera muestra, se adicionó un 10% en masa de agua a la muestra, y en dos horas, se destiló el aguarrás a partir desde los

43°C, hasta los 158°C, permitiendo un rendimiento de la colofonia de casi 77%. En la misma tabla se presentan los resultados de temperatura de destilación y rendimiento en peso de colofonia a partir de la muestra destilada. Conforme se aumenta el porcentaje de agua, manteniendo el porcentaje de ácido oxálico, el calor y agitación suministrados a la muestra y la cantidad de resina, se hace notar la disminución de las temperaturas inicial y final de destilación, así como el aumento en el porcentaje de rendimiento. El aumento en el porcentaje de agua, con punto de ebullición menor al del aguarrás que pretende destilarse, incrementa la presión de vapor de la mezcla, disminuyendo el punto al que ebulle, permitiendo así que la mezcla comience a destilar a una temperatura menor al punto de ebullición del aguarrás. Así pues, se determinó que por una disminución en la temperatura inicial de destilación de casi 10°C, y de más de 10°C en la final de destilación, una destilación con un 30% de agua es la mejor opción para el proceso.

El incremento en la cantidad de agua refleja también un aumento en el porcentaje de rendimiento de la colofonia contra la resina utilizada para obtenerla. Este incremento indica que un aumento en el agua permite un mejor rendimiento en la colofonia. El incremento en el porcentaje de rendimiento se ve influenciado por dos temas en la destilación; Un mayor porcentaje de agua daba menor viscosidad a la muestra por destilar, y por ende, permitía una mejor agitación de la mezcla durante su ebullición. Esta agitación constante liberaba las burbujas formadas en el balón más frecuentemente, disminuyendo las pérdidas de colofonia en la cristalería y a la hora de recuperación de la misma del balón. Un mayor porcentaje de agua implica una mayor masa por destilar, en el mismo tiempo de destilación, por lo que existe el riesgo de que parte del aguarrás y/o agua no haya condensado hacia el balón de aguarrás, sino se haya quedado en la muestra por no alcanzar la temperatura o necesitar más tiempo de destilación. Estos residuos se pudieron pesar como parte de la colofonia, cuando eran rastros de lo que debía removerse de ésta.

La tendencia obtenida en los resultados indica que el aumento del porcentaje en peso de agua en la muestra a destilar disminuye las temperaturas del sistema de destilación e incrementa la eficiencia, sin embargo se debe comparar estos beneficios contra las implicaciones del incrementar el porcentaje de agua, como lo son el tamaño de equipos y la economía del proceso, además de los efectos en la destilación y las características del producto final.

Esta operación de destilación, según se indica en la página 15, Tabla 5. Equipos para el proceso, se lleva a cabo en un destilador de acero inoxidable 316, pues todavía existen en la colofonia y aguarrás los ácidos corrosivos. A este destilador debe suministrarse vapor para elevar la temperatura hasta el valor deseado de acuerdo a la presión de operación deseada.

De la operación de la destilación salen dos productos, colofonia en el fondo de la misma y una mezcla aguarrás-agua hacia el condensador. Esta mezcla de aguarrás-agua se dirige por el mismo equipo hacia un condensador donde agua de refrigeración en el alrededor lo condensa y dirige a un separador de los componentes de la mezcla.

La esencia de trementina, o aguarrás, tiene un valor económico y puede aprovecharse, de manera que es necesaria una separación de la mezcla que surge del condensador. Puesto que el agua no es miscible con el aguarrás, estos se separan con base a su densidad en fases acuosa y oleosa, a través

de un decantador. La fase de menor densidad es la del aguarrás por lo que la inferior acuosa se desecha, y la orgánica puede envasar para su venta.

La separación del aguarrás de la resina deja atrás la colofonia, la cual se envasa en tambores de hierro galvanizado antes de que enfríe, debido a que a temperatura ambiente esta se convierte en un sólido quebradizo y no se puede manejar adecuadamente.

El proceso llevado a cabo para el tratamiento de la resina fue uno por lotes y el proceso diseñado de igual forma es uno por lotes. En este caso, se ingresaron en promedio 100g de resina de pino, 26g de agua y 0.0733g de ácido oxálico, y se obtuvieron 70g de colofonia, 20.90 g de aguarrás y 23.00g de agua. Estos balances indican una pérdida de casi 4g de masa en el proceso, acreditados en especial a agua y aguarrás que hayan salido del sistema y no hayan condensado y a resina que durante una ebullición violenta se transporta a demás piezas de la cristalería. A nivel industrial las pérdidas podrían aumentar debido a la dificultad de monitorear procesos mayores, y debido al manejo más difícil de cantidades grandes tanto de resina como de aguarrás, agua y colofonia por lo que si a nivel laboratorio se pierde cerca del 3% de la masa del sistema, combinando agua, aguarrás y resina, debe considerar un aumento de este porcentaje para la industria.

Entre los parámetros de calidad de la resina, se encuentra el punto de ablandamiento de la misma. En la página 17, Tabla 7. Punto de ablandamiento de colofonia, se presenta la temperatura a la cual se formó la primera gota de líquido en cada una de las muestras. A partir de esta tabla, se puede determinar que el porcentaje de agua para la destilación no influye directamente en el punto de fusión que tendrá el producto. Este comportamiento se debe a que la cantidad de agua agregada debía destilarse completamente, de manera que independiente de la cantidad inicial, el porcentaje restante en la colofonia al final de la destilación no debía variar mucho. De esta manera, la composición de la colofonia a través de las muestras es básicamente la misma y, por ende, el punto de ablandamiento de las muestras no varía.

En la página 17, Tabla 6. Balance de masa de proceso, se indica el balance de masa realizado para las tres destilaciones. En todos los casos se presentó una pérdida de masa durante la destilación. La ebullición de la resina puede ser levemente violenta y tener ocasionales estallidos de burbujas que causan salpicaduras de resina que alcanzan distintas piezas del sistema como el condensador y los tapones de vidrio esmerilado. En estas superficies se adhiere parte de la resina. Así también, al manejar agua y aguarrás calientes, es probable que parte de esto en forma de vapor deje al sistema.

Así, las pruebas realizadas permitieron determinar el filtrado correcto, las cantidades correctas de ácido oxálico y agua a agregar, para lograr obtener los parámetros correctos antes de destilar, durante la destilación y en el producto final obtenido. La determinación de estos parámetros permite concluir que es un proceso posible de poner en marcha con equipo conocido y que no presenta dificultad para obtenerse. La materia prima existe en abundancia y el proceso no se lleva a cabo hoy en el país pero con estos pasos ya determinados como los necesarios en el mismo para obtener el producto, el proyecto se puede representar como uno factible de instalar.

IX. CONCLUSIONES:

1. El proceso necesario para la obtención de la colofonia a partir de la resina de pino consta de 8 pasos: Recepción de materia prima, fundición, limpieza de sólidos gruesos, limpieza de hierro con ácido oxálico, filtración de precipitados y partículas menores, destilación, decantación de aguarrás y empaque de productos.

2. Con base en el color resultante en la resina después de su limpieza, la cantidad correcta de ácido oxálico a adicionar, para una mejor limpieza de los compuestos ferrosos es de 0.07% en masa.

3. La variación de porcentaje en masa de agua agregado a la resina para su destilación indica que un 30% de agua es el más adecuado, disminuyendo las temperaturas inicial y final de la destilación en comparación con menores porcentajes de agua.

4. La variación del porcentaje de agua en la destilación indica que un 30% masa/masa de agua en la muestra a destilar, permite un mejor rendimiento de la colofonia que un 10% o 20% agregado, sin embargo se debe evaluar el punto de equilibrio entre un aumento del porcentaje de agua y los beneficio y efectos en el proceso y la economía del mismo.

X. RECOMENDACIONES:

1. Ya con el diseño de proceso sugerido, establecer una base de diseño para la evaluación del tamaño de línea, equipos y reactivos necesarios para un proceso a nivel industrial.
2. Al momento de escalar el proyecto, determinar las condiciones de operación, como temperatura y presión, necesarias para los procesos de destilación, decantación, condensado y operación de caldera para suministrar el vapor necesario, así como los controles necesarios para determinar el punto final de la destilación.
3. Evaluar la aplicación de los parámetros y condiciones de operación a resina extraída de diferentes especies de pino para determinar sus limitaciones y aplicación a través de éstas.
4. Determinar la capacidad de bosques coníferos de extracción de resina de los pinos para su procesamiento, en cuanto a la edad, especie y cercanía de los mismos.
5. Realizar un rango más amplio de pruebas a la colofonia extraída, para determinar sus características y compararlas con parámetros utilizados internacionalmente para su comercio.
6. Realizar análisis económico al proyecto para evaluar su factibilidad y la posibilidad de ingreso al mercado internacional o nacional del producto.
7. Evaluar alternativas para el tipo de filtro, los tanques, el decantador y el destilador, para determinar el tipo de equipo que presente la mejor alternativa en cuanto a eficiencia y costo para el proceso.
8. Considerando el valor económico del aguarrás en el mercado, se debe comparar el beneficio de éste contra el de la colofonia y determinar para qué producto o sub productos deben desarrollarse líneas o procesos.
9. Tomando en cuenta las características de la colofonia, tanto pura como químicamente modificada, se debe estudiar aplicaciones en nuevos campos, especialmente como sustituto de algunos productos hoy derivados del petróleo.

XI. BIBLIOGRAFÍA:

1. Aguilar, J.I. 1942. *Pinos de Guatemala*. (1942). Pp. 32
2. Coppen, JJW; Hona, GA. 1995. *Gum naval stores: Turpentine and rosin from pine resin*. NATURAL RESOURCES INSTITUTE. FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. Rome.
3. Eastman Chemical Company. *Resin Acids—Typical Composition of Resin Acids in Rosin and Pamak*. 2012. www.eastman.com/Online_Publications/WA79/wa7903.htm
4. *Manual de Resinación*. 1979. Intecap. Guatemala. Pp. 95
5. *Estado actual de la biodiversidad en Guatemala*. 2003. Universidad Rafael Landívar, Instituto de Incidencia Ambiental. Pp. 91
6. Morataya, R. A. 2006. *Destilación de la resina de pino ocote extraída en el municipio de Granados, Baja Verapaz para la obtención y caracterización de colofonia a nivel laboratorio*. Tesis Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala. Pp.75
7. Mirov, N.T. *The Genus Pinus*. The Ronald Press Company. New York. Pp.602
8. Multi Engineerong Services. 2009. www.multienggservices.com
9. Sinnott, R.K. 2005. *Chemical Engineering Design*. Fourth Edition. Coulson & Richardson's Chemical engineering Volume 6. Elsevier Butterworth-Heinemann. Massachusetts. Pp1038
10. Vidal, J. 1962. *El pino y algunas especies de interés económico*. Primera edición. Uteha. México. Pp. 233
11. Wakeman, Richard. 2007. *Solid liquid separation equipment selection and process design*. Elsevier. Gran Bretaña. Pp. 448
12. Zhaobang, Sh. 1995. *Production and Standards for Chemical Non-Wood Forest Products in China*. Center for International Forestry Research. Indonesia.

XII. ANEXOS:

A. Datos originales

Tabla 8. Muestras de resina para tratar con Ácido Oxálico

Muestra	Masa beaker ($\pm 0.1g$)	Masa resina ($\pm 0.1g$)
1	60.9	100.0
2	60.5	100.0
3	60.1	100.0
4	55.1	100.0
5	55.9	100.0

Tabla 9. Soluciones de ácido oxálico

Muestra	Masa de beaker ($\pm 0.0001g$)	Masa de Ácido Oxálico ($\pm 0.0001g$)	Volumen de agua destilada ($\pm 0.2mL$)	Tiempo de calentamiento (± 1 min)
1	18.8147	0.0519	15	10
2	30.6333	0.0735	15	10
3	32.2869	0.0917	15	10
4	31.2916	0.1107	15	10
5	55.2323	0.1307	15	10

Tabla 10. Soluciones finales de resina con ácido oxálico y agua

Muestra	Masa resina ($\pm 0.0001g$)	Masa agua ($\pm 0.0001g$)	Masa ácido ($\pm 0.0001g$)
6	100.0200	11.1960	0.0737
7	100.0435	25.0622	0.0728
8	100.0107	42.8004	0.0735

Tabla 11. Datos recolectados de destilaciones

Muestra	Presión de vacío (psi)	Temperatura inicial de destilación ($\pm 1^{\circ}C$)	Temperatura final de destilación ($\pm 1^{\circ}C$)	Tiempo de destilación (± 1 min)	Punto de fusión ($\pm 1^{\circ}C$)	Masa colofonia ($\pm 0.0001g$)	Masa aguarrás ($\pm 0.0001g$)
6	10	43	158	180	73	76.0152	22.5645
7	10	37	149	180	73	77.0335	21.1692
8	10	34	143	180	74	79.0085	19.9521

Tabla 12. Coloración de muestras de resina con ácido oxálico

Número de muestra	1	2	3	4	5
Orden de claridad	5	1	4	3	2

B. Cálculo de muestra

1. Cantidad de ácido deseado. El porcentaje de ácido oxálico al que hace mención la literatura es de 0.6-1.2 kg ácido oxálico por 1000kg de resina. Se determinó el promedio

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^N x_i}{N}$$

Ecuación 1. Promedio de una serie de datos

$$\bar{x} = \frac{0.6 + 0.12}{2} = \frac{0.18}{2} = 0.9$$

Siendo 0.9kg de ácido oxálico/1000kg de resina el promedio recomendado, se amplió el rango original, para permitir incrementos de igual cantidad de ácido, para las cinco muestras a comparar. De esta manera se trabajó en el rango:

$$\frac{0.5 - 0.13 \text{ kg ácido oxálico}}{1000 \text{ kg resina}}$$

Las cinco muestras conteniendo, respectivamente:

Muestra	Kg ácido oxálico/1000 kg resina
1	0.5
2	0.7
3	0.9
4	1.1
5	1.3

2. Cantidad de ácido a utilizar. La concentración de ácido deseada se especificaba por 1000kg de resina, por lo que se adecuó a las muestras de 100g de resina a utilizar:

$$\begin{aligned} \text{Ácido}(g) &= \frac{0.5 \text{ kg ácido oxálico}}{1000 \text{ kg resina}} \times \frac{1 \text{ kg resina}}{1000 \text{ g resina}} \times \frac{1000 \text{ g ácido oxálico}}{1 \text{ kg ácido oxálico}} \times 100 \text{ g resina} \\ &= 0.05 \text{ g ácido} \end{aligned}$$

Ejemplo: Cálculo de cantidad de ácido para muestra #1 de resina

De esta manera se calculó la cantidad de ácido a utilizar para cada una de las cinco muestras de distinta concentración de ácido.

3. Concentración de soluciones. Con las cantidades indicadas de ácido oxálico, se prepararon 5 soluciones para adicionar el ácido a las muestras de resina.

$$\begin{aligned}\text{Ácido Oxálico } \left(\% \frac{m}{v}\right) &= \frac{0.0519 \pm 0.0001 \text{ g ácido oxálico}}{15 \pm 0.2 \text{ mL agua}} \times 100 \\ &= 0.35 \pm 0.0047\% \left(\frac{m}{v}\right) \text{ ácido oxálico}\end{aligned}$$

De la misma forma se calculó la concentración de las restantes cuatro soluciones de ácido oxálico, utilizando siempre 15mL de agua destilada.

4. Porcentaje de agua por muestra. Se determinó la cantidad de agua a agregar a cada muestra de acuerdo al porcentaje (p/p) buscado:

$$\begin{aligned}\text{Agua (g)} &= 10\% \left(\frac{m}{m}\right) = \frac{10 \text{ g agua}}{100 \text{ g resina} + \text{agua}} = \text{Resina (g)} \times \frac{10 \text{ g agua}}{100 \text{ g resina} + \text{agua}} \\ &= 100.0200 \pm 0.0001 \text{ g resina} \times \frac{10 \text{ g agua}}{90 \text{ g resina}} = 11.1133 \pm 0.0001 \text{ g agua}\end{aligned}$$

Ya con la masa del agua agregada, se determinó el porcentaje de agua en la muestra:

$$\begin{aligned}\text{Agua } \left(\% \left(\frac{m}{m}\right)\right) &= \frac{11.1960 \pm 0.0001 \text{ g agua}}{100.0200 \pm 0.0001 \text{ g resina} + 11.1960 \pm 0.0001 \text{ g agua}} \times 100 \\ &= 10.07 \pm 0.01\%\end{aligned}$$

5. Rendimiento de colofonia. Para determinar el rendimiento de la resina se utilizó la ecuación:

$$\% \text{ Colofonia} = \frac{\text{masa colofonia obtenida (g)}}{\text{masa resina destilada (g)}} \times 100$$

Tomando como ejemplo la primera destilación de resina con la muestra#6:

$$\% \text{ Colofonia} = \frac{76.5553 \pm 0.0001 \text{ g colofonia}}{100.0200 \pm 0.0001 \text{ g resina}} \times 100 = 76.54 \pm 0.0001\%$$

De la misma forma se calculó el porcentaje de rendimiento de la colofonia a partir de las destilaciones realizadas con las muestras número 7 y 8.

6. Balance de masa. Para el cálculo del balance de masa, se determinaron las entradas y salidas del sistema:

Entradas: Resina, Agua y Ácido oxálico

Salidas: Colofonia, Agua y aguarrás

Con base en esto, el balance de masa para la prueba es:

$$\text{Balance} = \text{Entradas} - \text{Salidas} = \text{pérdidas}$$

En el caso de la muestra #6, los ingresos son:

Tabla 13. Ingresos para balance de masa de muestra #6

Muestra	Ingresos (g)	
6	Resina	100.0200
	Ácido oxálico	0.0737
	Agua	11.1960
	TOTAL	111.2897

Y las salidas son:

Tabla 14. Salidas para balance de masa de muestra #6

Muestra	Salidas (g)	
6	Colofonia	76.5553
	Aguarrás	22.0568
	Agua	10.30144
	TOTAL	108.9136

De manera que el balance total:

Tabla 15. Balance total para destilación de muestra #6

Balance de masa					
Muestra	Ingresos (g)		Salidas (g)		Pérdidas (g)
6	Resina	100.0200	Colofonia	76.5553	2.3761
	Ácido oxálico	0.0737	Aguarrás	22.0568	
	Agua	11.1960	Agua	10.30144	
	TOTAL	111.2897	TOTAL	108.9136	

Donde se presentan las pérdidas ya de la suma completa:

$$\text{Pérdidas} = 111.2897 - 108.9136 = 2.367\text{g}$$

De esta manera se calculó el balance para las muestras número 7 y 8 destiladas también.

C. Datos calculados

Tabla 16. Concentración de soluciones de ácido oxálico

Muestra	Concentración de solución de ácido (%m/v)		
1	0.35%	±	0.0047
2	0.49%		0.0066
3	0.61%		0.0082
4	0.74%		0.0099
5	0.87%		0.0116

Tabla 17. Porcentaje de resina y agua en muestras destiladas

Muestra	Resina (± 0.01 % p/p)	Agua (± 0.01 % p/p)
6	89.93%	10.07%
7	79.97%	20.0%
8	70.03%	30.0%

Tabla 18. Porcentaje de rendimiento de colofonia en muestras destiladas

Muestra	Rendimiento de colofonia (± 0.01 %)
6	76.54%
7	77.43%
8	79.08%

D. Materiales

Tabla 19. Materiales utilizados

	Cantidad	Descripción	Marca	Capacidad
Reactivos	2 kg	Resina de pino	n/a	n/a
	5g	Ácido oxálico	Merck	99% pureza
	200mL	Agua destilada	n/a	n/a
Equipo de laboratorio	2	Estufa/agitadora	Corning	22-550°C
	1	Manta de calentamiento de balón	Fibroman	
	1	Bomba de vacío	Busch	25 psi
	1	Balanza	Boeco	220g \pm 0.0001g
	3	Bases con pinzas metálicas	n/a	n/a
	8	Erlenmeyer	Pyrex	125mL
Cristalería	3	Envase de almacenamiento	Kimax	100mL
	1	Kit de destilación:		
	1	Balón de destilación ded tres bocas	Corning	250mL
	1	Cabezal de destilación	Corning	n/a
	1	Tubo condensador Liebig	Corning	n/a
	1	Adaptador de vacío	Corning	n/a
	1	Balón para recepción	Corning	100mL
	8	Beakers	Kimax	50mL
	6	Cajas petri	Pyrex	100x10mm
	1	Pipeta	Superior	15

E. Imágenes

Ilustración 7. Sistema de destilación de resina

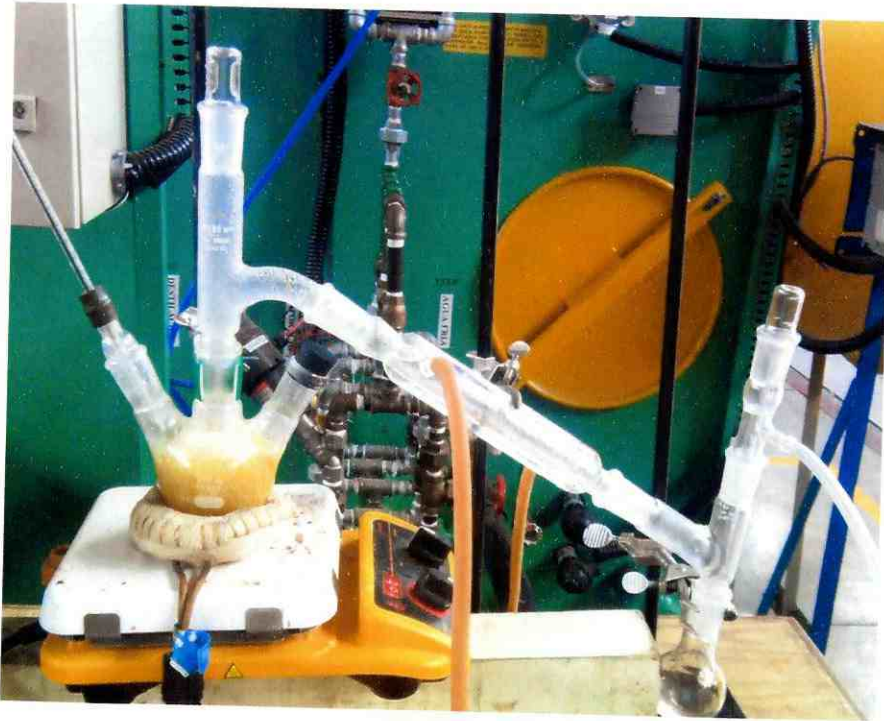


Ilustración 8. Colofonia

