

# UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN CRISTÓBAL DE HUAMANGA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALURGIA

ESCUELA DE FORMACIÓN PROFESIONAL DE INGENIERÍA  
AGROINDUSTRIAL



## TESIS

**DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS EN LA  
EXTRACCIÓN DE SÓLIDOS SOLUBLES DE LA CORONTA  
DE MAÍZ MORADO (*Zea mays L.*) DE LA VARIEDAD  
INLA 615 – NEGRO CANAÁN, POR LIXIVIACIÓN.**

Para optar el título de Ingeniera Agroindustrial

PRESENTADO POR.

Bach. LEIDY DIANA MEDINA QUIQUIN

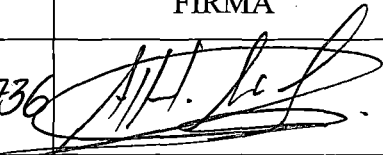
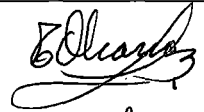

**AYACUCHO – PERÚ**

**2015**

Tesis  
AI 153  
Med  
E. L

**ACTA DE CONFORMIDAD**

Los que suscribimos, miembros del jurado designado para el Acto Público de Sustentación de tesis cuyo título es “DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS EN LA EXTRACCIÓN DE SÓLIDOS SOLUBLES DE LA CORONTA DE MAÍZ MORADO (*Zea mays L.*) DE LA VARIEDAD INIA 615 – NEGRO CANAÁN, POR LIXIVIACIÓN”, presentado por la Bachiller Leidy Diana MEDINA QUIQUIN, el cual fue expuesto el día viernes 14 de agosto del 2015, en mérito a la Resolución Decanal N° 051-2015-FIQM-D, de fecha 10 de agosto del 2015, damos nuestra CONFORMIDAD a la tesis mencionada y declaramos el documento apto para que pueda iniciar las gestiones administrativas que conduzcan a la expedición y entrega del Título Profesional de Ingeniero Agroindustrial.

MIEMBROS DEL JURADO	DNI	FIRMA
Ing. Alfredo ARIAS JARA	28259736	
Mg. Tarcila ALCARRAZ ALFARO	28227763	
Ing. Jack Edson HERNÁNDEZ MAVILA	41886792	

# DEDICATORIA

*A mi maravillosa familia, por su amor, guía y apoyo en todos los momentos de mi vida. Por hacer que cada día sea un regalo grandioso digno de ser disfrutado.*

*A las personas cuyo único impulso verdaderamente eficaz es el que se da uno mismo por sus propios méritos, ya que el éxito no es una donación, sino una conquista.*

# AGRADECIMIENTO

*Le agradezco a Dios por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo de felicidad.*

*A mi hermosa familia, que ha destinado tiempo para enseñarme nuevas cosas, para brindarme aportes invaluableles que servirán para toda mi vida, por ser mi fortaleza en todo momento. Gracias por darme a conocer que el tesoro más grandioso que tiene el ser humano es la familia.*

*Al M. Cs. Ing. Edgar Aronés Medina, asesor de esta investigación, por la orientación, el seguimiento y la supervisión continúa de la misma, pero sobre todo por la motivación y el apoyo recibido a lo largo de la ejecución de este trabajo. Especial reconocimiento merece el interés mostrado por mi trabajo y las sugerencias recibidas de la Mg. Tarcila Alcarraz Alfaro y la Ing. Ana Elisor Legarra Viza, a quienes les expreso mis más sincera admiración y estima personal.*

*Quisiera hacer extensiva mi gratitud a mis compañeros de estudios de la E. F. P. de Ingeniería Agroindustrial, a los auxiliares de laboratorio y amigos que con su ayuda han colaborado en la realización del presente trabajo.*

*A la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, la institución que me formó profesionalmente dentro de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia; a cuyos docentes les agradezco sus enseñanzas y el compartir de sus experiencias ya que más que docentes fueron guías, amigos y familia.*

# ÍNDICE

	<b>Página</b>
DEDICATORIA	ii
AGRADECIMIENTO	iii
ÍNDICE DE TABLAS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	x
ÍNDICE DE ANEXOS	xiii
GLOSARIO DE TÉRMINOS	xiv
RESUMEN	xvii
ABSTRACT	xviii
INTRODUCCIÓN	xix
<b>CAPITULO I: GENERALIDADES</b>	<b>1</b>
1.1. IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA	1
1.2. DELIMITACIÓN DEL PROBLEMA	1
1.3. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA	2
1.4. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA	2
1.4.1. Problema principal	2
1.4.2. Problemas secundarios	3
1.5. IMPORTANCIA	3
1.6. JUSTIFICACIÓN	4
1.7. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN	4
1.7.1. Objetivo general	4
1.7.2. Objetivos específicos	5
1.8. HIPÓTESIS DE LA INVESTIGACIÓN	5
1.8.1. Hipótesis general	5
1.8.2. Hipótesis específicas	5
1.9. ANTECEDENTES	6
1.9.1. Internacional	6
1.9.2. Nacional	8
1.9.3. Local	13

<b>CAPITULO II: FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	17
2.1. LIXIVIACIÓN	17
2.1.1. Fundamentos de la lixiviación	17
2.1.2. Procesos de lixiviación	19
2.1.3. Criterios en la elección del solvente	20
2.1.4. Aplicaciones	21
2.1.5. Factores que influyen en la lixiviación	22
2.1.6. Métodos de cálculo	25
2.1.7. Velocidad de lixiviación	37
2.1.8. Equipos de lixiviación	39
2.2. EL MAÍZ MORADO	54
2.2.1. Origen del maíz	54
2.2.2. Color del maíz morado	55
2.2.3. Clasificación taxonómica del maíz morado	55
2.2.4. Descripción botánica	55
2.2.5. Variedades de maíz morado	58
2.2.6. Características genéticas del maíz morado	60
2.2.7. Composición química del maíz morado	60
2.2.8. Subproductos	61
2.2.9. Usos, alternativas de procesamiento agroindustrial del maíz negro y beneficios del maíz morado	62
2.2.10. Variedad de maíz morado, INIA 615 – Negro Canaán	64
<b>CAPITULO III: METODOLOGÍA</b>	66
3.1. UBICACIÓN Y LUGAR DE TRABAJO	66
3.2. NATURALEZA DEL ESTUDIO	66
3.3. POBLACIÓN Y MUESTRA	66
3.4. EQUIPOS, MATERIALES E INSUMOS	67
3.4.1. Equipos	67
3.4.2. Materiales	67
3.4.3. Materia prima e insumos	68
3.5. DISEÑO METODOLÓGICO	68
3.6. DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA METODOLOGÍA DE LA	

INVESTIGACIÓN	69
3.6.1. Actividades de obtención de la muestra	70
3.6.2. Determinación del porcentaje de humedad	70
3.6.3. Ensayos de extracción total	71
3.6.4. Ensayos para determinar la longitud de onda adecuada (espectrofotometría)	72
3.6.5. Ensayos para determinar la curva estándar del espectrofotómetro	73
3.6.6. Análisis de composición de extractos y residuos	73
3.6.7. Determinación de los parámetros óptimos de operación	75
3.6.8. Reporte y análisis de los resultados	75
3.7. MÉTODO DE DETERMINACIÓN ANALÍTICA	75
3.8. DESCRIPCIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS	75
3.8.1. Método gravimétrico	75
3.8.2. Granulometría	76
3.8.3. Espectrofotometría	77
<b>CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	79
4.1. COMPOSICIÓN DE LA ALIMENTACIÓN	79
4.2. CURVA ESTÁNDAR DEL ESPECTROFOTÓMETRO	81
4.3. EFECTO DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA EN LA EXTRACCIÓN	84
4.4. EFECTO DE LA AGITACIÓN EN LA EXTRACCIÓN	89
4.5. EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA EXTRACCIÓN SIN AGITACIÓN	92
4.6. EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA EXTRACCIÓN CON AGITACIÓN	93
4.7. EFECTO DE LA RELACIÓN DE ALIMENTACIÓN CON DISOLVENTE EN LA EXTRACCIÓN	95
4.8. EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA EXTRACCIÓN	97
4.9. DETERMINACIÓN DE LA CURVA DE EQUILIBRIO	99
4.9.1. Solución retenida constante	99
4.9.2. Solución retenida no constante	100
4.10. BALANCE DE MATERIA	102

4.10.1. Balance de materia experimental	102
4.10.2. Balance de materia teórico	103
4.11. PROPUESTA TECNOLÓGICA CON LAS CONDICIONES ÓPTIMAS PARA LA EXTRACCIÓN DE LOS SÓLIDOS SOLUBLES DE LA CORONTA DE MAÍZ MORADO	106
<b>CONCLUSIONES</b>	108
<b>RECOMENDACIONES</b>	109
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	110
<b>ANEXOS</b>	116



# ÍNDICE DE TABLAS

	<b>Página</b>
TABLA 2.1 : Clasificación taxonómica del maíz morado	55
TABLA 2.2 : Dimensiones de mazorcas y granos del maíz morado	58
TABLA 2.3 : Composición Química del Maíz Morado y de la Coronta (Contenido en 100 g)	61
TABLA 2.4 : Composición de los granos y corontas de maíz negro en base seca (%)	61
TABLA 2.5 : Porcentaje de antocianinas en el grano y la coronta del maíz morado	62
TABLA 2.6 : Características morfológicas	65
TABLA 2.7 : Características agronómicas	65
TABLA 3.1 : Diseño factorial de la extracción de sólidos solubles	69
TABLA 4.1 : Lecturas de % T y A a diferentes longitudes de onda	81
TABLA 4.2 : Datos para determinar la curva estándar	83
TABLA 4.3 : Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según el tamaño de partícula	84
TABLA 4.4 : Análisis por tamizado de la muestra de coronta de maíz morado	88
TABLA 4.5 : Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según la velocidad de agitación	90
TABLA 4.6 : Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según el tiempo de contacto sin agitación	92
TABLA 4.7 : Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según el tiempo de contacto con agitación	94
TABLA 4.8 : Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según la cantidad de disolvente	96
TABLA 4.9 : Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según la temperatura	97
TABLA 4.10 : Datos de equilibrio sólido - líquido	101

# ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
FIGURA 2.1 : Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo que representa a los tres componentes identificados en la lixiviación	27
FIGURA 2.2 : Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo considerando la solución retenida constante	29
FIGURA 2.3 : Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo con solución retenida variable	31
FIGURA 2.4 : Esquema físico y de bloque para una unidad de lixiviación en etapa simple	32
FIGURA 2.5 : Solución gráfica de lixiviación en una sola etapa	33
FIGURA 2.6 : Interconexión de etapas simples para una lixiviación en corriente cruzada	34
FIGURA 2.7 : Resolución gráfica consecutiva de las unidades de extracción en una lixiviación en corriente cruzada	35
FIGURA 2.8 : Esquema de una conexión de múltiples etapas para una lixiviación en contracorriente	36
FIGURA 2.9 : Aparato típico de lecho fijo para la lixiviación de azúcar de remolacha	43
FIGURA 2.10 : Tanques de lixiviación por lotes con agitación	44
FIGURA 2.11 : Tanque Pachuca	45
FIGURA 2.12 : Agitador de Dorr (Dorr-Oliver, Inc.)	47
FIGURA 2.13 : Lixiviación a contracorriente usando espesadores	48
FIGURA 2.14 : Arreglo esquemático del Rotocel	49
FIGURA 2.15 : Extractor de Kennedy	50
FIGURA 2.16 : Equipo para lixiviación con lecho móvil: extractor de cangilones tipo Bollman	51
FIGURA 2.17 : Extractor horizontal continuo (esquemático)	52
FIGURA 2.18 : Diagrama de flujo para la lixiviación en filtro horizontal.	53
FIGURA 2.19 : Equipo para lixiviación con lecho móvil: extractor con transportador de tornillo tipo Hildebrandt	53
FIGURA 2.20 : Morfología de la planta de maíz	56
FIGURA 2.21 : Mazorca de maíz morado	57
FIGURA 2.22 : Morfología del grano de maíz	58
FIGURA 3.1 : Determinación del porcentaje de humedad de la coronta	

	de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán	70
FIGURA 3.2	: Determinación de los componentes de la matriz sólida (coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán)	71
FIGURA 3.3	: Determinación de la longitud de onda adecuada para el análisis de parámetros óptimos de la lixiviación de la coronta de maíz morado	72
FIGURA 3.4	: Procedimiento para determinar la composición de los extractos y residuos en la operación de lixiviación	74
FIGURA 4.1	: Matriz sólida (coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán)	80
FIGURA 4.2	: Equipo espectrofotómetro utilizado para lectura de absorbancia	82
FIGURA 4.3	: Soluciones preparadas a diferentes concentraciones	82
FIGURA 4.4	: Curva estándar determinado por el espectrofotómetro	83
FIGURA 4.5	: Muestras de tamaño de partícula de la coronta de maíz morado	85
FIGURA 4.6	: Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función al tamaño de partícula	85
FIGURA 4.7	: Sólidos solubles de las diferentes muestras que se analizó	86
FIGURA 4.8	: Tamizador vibratorio Ro-Tap	87
FIGURA 4.9	: Análisis granulométrico para determinar diámetro promedio del tamaño de partícula	88
FIGURA 4.10	: Masa retenida en los diferentes tamices usados para el análisis granulométrico	89
FIGURA 4.11	: Equipo de agitación Heidolph	90
FIGURA 4.12	: Extractos de los ensayos de laboratorio para determinar la velocidad de agitación óptima	91
FIGURA 4.13	: Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función a la velocidad de agitación	91
FIGURA 4.14	: Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función	

	al tiempo de contacto sin agitación	93
FIGURA 4.15	: Ensayo de laboratorio en función al tiempo de contacto	94
FIGURA 4.16	: Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función al tiempo de contacto con agitación	95
FIGURA 4.17	: Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función a la cantidad de disolvente	96
FIGURA 4.18	: Sistema termostato – agitación utilizado en los ensayos	98
FIGURA 4.19	: Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función a la temperatura	98
FIGURA 4.20	: Curva de equilibrio sólido - líquido (SR/I constante)	100
FIGURA 4.21	: Curva de equilibrio sólido - líquido (SR/I no constante)	101
FIGURA 4.22	: Balance de materia experimental	103
FIGURA 4.23	: Alimentación de datos en el software EXTRASL	104
FIGURA 4.24	: Resolución gráfica consecutiva de la extracción de soluto de la coronta de maíz morado con las condiciones de operación de lixiviación	104
FIGURA 4.25	: Balance de materia teórico	105
FIGURA 4.26	: Diagrama de bloques de la propuesta tecnológica con las condiciones óptimas	106
FIGURA 4.27	: Procedimiento para determinar el porcentaje de rendimiento del soluto extraído	107

# ÍNDICE DE ANEXOS

	<b>Página</b>
ANEXO 01 : Constancia de procedencia de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán	117
ANEXO 02 : Determinación del porcentaje de humedad	118
ANEXO 03 : Procedimiento para elaborar la curva estándar	120
ANEXO 04 : Determinación de la máxima extracción por el método de gradientes y búsqueda de la sección dorada	124
ANEXO 05 : Manual del usuario equipo de espectrofotometría empleado (visible 6400, JENWAY)	127
ANEXO 06 : Procedimiento del análisis granulométrico	130
ANEXO 07 : Procedimiento para elaborar la curva de equilibrio sólido - líquido	133
ANEXO 08 : Galería de fotos	137

# GLOSARIO DE TÉRMINOS

1. **Absorbancia:** La absorbancia es definida como la intensidad de la luz con una longitud de onda específica y que es pasada en una muestra.
2. **Analito:** En química analítica, analito es un componente (elemento, compuesto o ion) de interés analítico de una muestra. Es una especie química cuya presencia o contenido se desea conocer, identificable y cuantificable, mediante un proceso de medición química.
3. **Antocianinas:** Son pigmentos hidrosolubles que se hallan en las vacuolas de las células vegetales y que otorgan el color rojo, púrpura o azul a las hojas, flores y frutos. Desde el punto de vista químico, las antocianinas pertenecen al grupo de los flavonoides y son glucósidos de las antocianidinas, es decir, están constituidas por una molécula de antocianidina, que es la aglicona, a la que se le une un azúcar por medio de un enlace glucosídico. Sus funciones en las plantas son múltiples, desde la de protección de la radiación ultravioleta hasta la de atracción de insectos polinizadores.
4. **Clasificación granulométrica o granulometría:** Se denomina así a la medición y graduación que se lleva a cabo de los granos de una formación sedimentaria, de los materiales sedimentarios, así como de los suelos, con fines de análisis, tanto de su origen como de sus propiedades mecánicas, y el cálculo de la abundancia de los correspondientes a cada uno de los tamaños previstos por una escala granulométrica.
5. **Convección:** Es una de las tres formas de transferencia de calor y se caracteriza porque se produce por medio de un fluido (líquido o gas) que transporta el calor entre zonas con diferentes temperaturas. La convección se produce únicamente por medio de materiales, la evaporación del agua o fluidos. Lo que se llama convección en sí, es el transporte de calor por medio del movimiento del fluido, por ejemplo: al trasegar el fluido por medio de bombas o al calentar agua en una cacerola, la que está en contacto con la parte de abajo de la cacerola se mueve hacia arriba, mientras que el agua que está en la superficie, desciende, ocupando el lugar que dejó la caliente.
6. **Difusión:** La difusión (también difusión molecular) es un proceso físico

irreversible, en el que partículas materiales se introducen en un medio que inicialmente estaba ausente, aumentando la entropía (desorden molecular) del sistema conjunto formado por las partículas difundidas o soluto y el medio donde se difunden o disuelven.

7. **Espectro electromagnético:** Se denomina a la distribución energética del conjunto de las ondas electromagnéticas. Referido a un objeto se denomina espectro electromagnético o simplemente espectro a la radiación electromagnética que emite (espectro de emisión) o absorbe (espectro de absorción) una sustancia. Dicha radiación sirve para identificar la sustancia de manera análoga a una huella dactilar. Los espectros se pueden observar mediante espectroscopios que, además de permitir ver el espectro, permiten realizar medidas sobre el mismo, como son la longitud de onda, la frecuencia y la intensidad de la radiación.
8. **Fitoquímicos:** Son sustancias que se encuentran en los alimentos de origen vegetal, biológicamente activas, que no son nutrientes esenciales para la vida (por lo menos a corto plazo), pero tienen efectos positivos en la salud. Se encuentran naturalmente en las plantas (frutas, vegetales, legumbres, granos enteros, nueces, semillas, hongos, hierbas y especias).
9. **Hidrodinámica:** Parte de la dinámica que estudia el movimiento de los líquidos en relación con las causas que lo originan.
10. **Insoluble:** Que no puede disolverse ni diluirse.
11. **Lavado:** Cuando la lixiviación tiene por objeto eliminar con agua un componente indeseable de un sólido.
12. **Lixiviación:** También llamado extracción sólido-líquido, es un proceso por el cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, mediante la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido.
13. **Longitud de onda ( $\lambda$ ):** Es la distancia entre los picos o cimas de una onda, está dado en cm, mm, nm, Å, etc.
14. **Microcirculación:** Es el transporte de nutrientes hacia los tejidos y eliminación de los restos celulares y sustancias de desecho celular.
15. **Miscibilidad:** Es un término usado en química que se refiere a la propiedad de

algunos líquidos para mezclarse en cualquier proporción, formando una solución. En principio, el término es también aplicado a otras fases (sólidos, gases), pero se emplea más a menudo para referirse a la solubilidad de un líquido en otro.

16. **Ondas electromagnéticas:** Son las únicas ondas capaces de transmitirse a través del vacío. Cuando éstas penetran en un medio material, como puede ser el aire o un sólido, su longitud de onda se ve reducida de forma proporcional al índice de refracción  $n$  de dicho material.
17. **Percolación:** En física, química y ciencia de los materiales, la percolación se refiere al paso lento de fluidos a través de materiales porosos.
18. **Sólidos Solubles:** Constituyen un parámetro empleado comúnmente en el análisis de alimentos y bebidas, en especial en las áreas de frutas y vinos. Se definen como todas aquellas sustancias que normalmente se presentan en estado sólido bajo condiciones ambientales pero que en ciertas circunstancias pasan a formar parte de una solución. Son ejemplos de ellos los azúcares y las sales. Por lo tanto, siempre que se hace referencia a los "Sólidos Solubles", inevitablemente estará implicada la presencia de una solución.
19. **Solubilidad:** Es una medida de la capacidad de disolverse de una determinada sustancia (soluta) en un determinado medio (solvente). Implícitamente se corresponde con la máxima cantidad de soluto que se puede disolver en una cantidad determinada de solvente, a determinadas condiciones de temperatura, e incluso presión (en caso de un soluto gaseoso). Puede expresarse en unidades de concentración: molaridad, fracción molar, etc.
20. **Transmitancia:** La transmitancia o transmitencia es una magnitud que expresa la cantidad de energía que atraviesa un cuerpo en la unidad de tiempo. La transmitancia óptica se refiere a la cantidad de luz que atraviesa un cuerpo, en una determinada longitud de onda. Cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslúcido, una parte de esa luz es absorbida por el mismo, y otra fracción de ese haz de luz atravesará el cuerpo, según su transmitancia.



## RESUMEN

El objetivo general del trabajo de investigación es determinar los parámetros óptimos de operación de la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán a nivel de laboratorio en un proceso batch.

Se estudió el efecto de los factores que influyen en la operación de lixiviación de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán a nivel de laboratorio, realizado en los laboratorios de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia. Parámetros de operación que nos permita lograr la mayor eficiencia de extracción de los solutos. El diseño metodológico utilizado es del tipo factorial  $A \times B$ , donde se evalúa el efecto de los factores de la lixiviación (variables independientes); observando como respuesta la cantidad de soluto extraído (variable dependiente) mediante lecturas de la absorbancia a la longitud de onda de máxima absorción de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán y a diferentes niveles de evaluación para cada factor que influye en la lixiviación.

Los componentes fundamentales de la coronta de maíz morado en la operación de lixiviación son: Fracción másica porcentual de soluto, 10,68 % en peso; fracción másica porcentual de disolvente, 10,39 % en peso y fracción másica porcentual de insolubles, 78,93 % en peso.

Los parámetros determinados para la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán en medio acuoso son: diámetro medio global es 4,5434 mm, velocidad de agitación 300 RPM, temperatura del disolvente es 79,05 °C, tiempo de contacto entre las fases sólido – líquido de 6,24 minutos y la relación de disolvente – alimentación (D/F): 8,4181. El rendimiento experimental de la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán 44,5311 %.

## ABSTRACT

The overall objective of the research is to determine the optimum operating parameters of the extraction of soluble solids from the cob of purple corn variety INIA 615 - Black Canaan in the laboratory in a batch process.

The effect of the factors that influence the leaching operation in the extraction of soluble solids from the cob of purple corn variety was studied INIA 615 - Black Canaan in the laboratory, carried out in the laboratories of the Faculty of Chemical Engineering and Metallurgy. Operating parameters that allow us to achieve greater efficiency of extraction of solutes. The methodology used is the factorial design type  $A \times B$ , where the effect of leaching factors (independent variables) were evaluated; watching as the amount of extracted response (dependent variable) by means of readings of the absorbancia to the longitude of wave of maximum absorption of the coronta of lived corn of the variety INIA 615 - Black Canaán and at different evaluation levels for each factor that influences in the lixiviación.

The key components of the purple corn cobs in the leaching operation are: mass fraction of solute percentage, 10.68% by weight; mass fraction percentage of solvent, 10.39 % in weighth and the mass fraction percentage of insolubles, 79.93 % in weighth.

The parameters determined for the extraction of soluble solids from the cobs of purple corn variety INIA 615 - Black Canaan in aqueous medium are: overall average is 5.2880 mm diameter, 300 RPM agitation speed, solvent temperature is 79,05 ° C, contact time between the solid phases - liquid 6.24 minutes and the ratio of solvent - Power (D / F): 8.4181. The experimental extraction yield of soluble solids of the cobs of purple corn variety INIA 615 - Black Canaan 43.5351%.

## INTRODUCCIÓN

Muchas sustancias biológicas, así como compuestos inorgánicos y orgánicos, se encuentran como mezclas de diferentes componentes en un sólido. Para separar el soluto deseado o eliminar un soluto indeseable de la fase sólida, ésta se pone en contacto con una fase líquida. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos se difunden desde el sólido a la fase líquida, lo que permite una separación de los componentes originales del sólido. Este proceso se llama lixiviación líquido-sólido o simplemente, lixiviación.

La operación unitaria de lixiviación o extracción sólido-líquido es una operación para separar los constituyentes solubles de un sólido utilizando un determinado solvente. La lixiviación tiene gran importancia en un gran número de procesos tecnológicos.

La extracción de los sólidos solubles de la coronta del maíz morado puede ser afectado por factores como: Temperatura del disolvente, relación entre la cantidad de disolvente y la coronta del maíz morado, tiempo de contacto de los sólidos en el disolvente, tamaño de la partícula sólida, agitación durante la extracción.

El porcentaje de sólidos solubles de la coronta del maíz morado extraído es un parámetro importante en los procesos tecnológicos de la industria del maíz morado. En el presente estudio se va determinar los parámetros óptimos a nivel de laboratorio en la extracción de sólidos solubles de la coronta del maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, de manera que se logre una máxima eficiencia tecnológica y económica para extraer los solutos de esta materia prima.



# CAPITULO I

## GENERALIDADES

### 1.1. IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA

Las alternativas de proceso tecnológico para obtener los diversos productos del maíz morado, pasan necesariamente por la operación de lixiviación. Por ello se ha identificado la etapa de la lixiviación como el paso crítico de los distintos procesos.

La elaboración de los distintos productos del maíz morado está muy difundida en el país y en nuestra región. Sin embargo, la tecnología que vienen utilizando, principalmente en la lixiviación, por los pequeños empresarios y comerciantes se lleva a cabo de manera inadecuada y empírica, obteniendo la cantidad de los sólidos solubles con menor rendimiento y a mayores costos.

Para superar estos problemas se plantea, en este trabajo realizar un estudio para determinar los parámetros óptimos de operación para la extracción de los sólidos solubles de la coronta del maíz morado, que permitan obtener un alto rendimiento y así asegurar la máxima extracción de los sólidos solubles, y posteriormente se pueda escalar a una producción a mayor escala. Como resultado final lograr una tecnología de lixiviación competitiva y a menores costos.

### 1.2. DELIMITACIÓN DEL PROBLEMA

La investigación de la determinación de los parámetros óptimos de operación unitaria de lixiviación de la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado

(*Zea mays L.*), se realizará utilizando como materia prima la variedad INIA 615 – Negro Canaán en un proceso batch de contacto simple a nivel de laboratorio, en los laboratorios de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga.

### 1.3. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

En el Perú se tiene una serie de plantas que son reconocidas como grandes alimentos y/o medicinales, siendo una de ellas el maíz morado. Asimismo, en la Región de Ayacucho existe una gran variedad y cantidad de recursos naturales que contienen compuestos valiosos en su composición y requieren ser separados por sus múltiples aplicaciones.

El maíz morado es un conjunto de variedades de *Zea mays* que poseen un fruto (inflorescencia) de color morado. Crecen en los Andes del Perú, Bolivia y Argentina, dispersos y cultivados también en las costas del territorio peruano, desde mucho antes de los Incas. Por lo tanto la región de Ayacucho, cuenta entre uno de sus recursos naturales importantes, el maíz morado y actualmente se viene comercializando principalmente como materia prima.

La solubilidad es una medida de la capacidad de disolverse una determinada sustancia (solute) en un determinado medio (solvente); tácitamente se establece como la máxima cantidad de soluto disuelto en una dada cantidad de solvente a una temperatura fija y en dicho caso se establece que la solución está saturada.

La tecnología con los parámetros optimizados de cada uno de los factores de extracción de los sólidos solubles del maíz morado no se encuentra a libre disponibilidad. Es necesario desarrollar una tecnología de la operación de lixiviación con los parámetros óptimos y que se pueda adaptar fácilmente a nuestra realidad, los mismos que deben estar a disposición de los productores.

### 1.4. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

#### 1.4.1. Problema principal

¿Cuáles son los parámetros óptimos de los factores que influyen en la operación de



lixiviación en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado, de la variedad INIA 615 – negro Canaán, para lograr la máxima extracción de los solutos?

#### 1.4.2. Problemas secundarios

- a. ¿Cuál es el tamaño de partícula de la coronta de maíz morado para el contacto entre las fases sólido – líquido?
- b. ¿Cuál es la velocidad de agitación de la operación de lixiviación?
- c. ¿Cuál es la temperatura de la operación de lixiviación?
- d. ¿Cuál es el tiempo de contacto entre las fases sólido – líquido?
- e. ¿Cuál es la relación de alimentación y disolvente?
- f. ¿Cuál el rendimiento de extracción?

#### 1.5. IMPORTANCIA

El manejo del maíz morado no termina con su cosecha y poscosecha. Es importante conocer cada una de las etapas y sus características hasta obtener el producto final para su uso industrial, ya que la producción del maíz morado es muy competitiva y se hace necesario crear nuevas formas de comercialización.

Nuestro país, de clima diversificado, cuenta con recursos de origen vegetal importantes, que en la actualidad no se aprovechan adecuadamente, comercializándolos generalmente sólo como materia prima. Otros países han empezado a valorar sus recursos naturales, otorgándoles valor agregado. El maíz morado es un conjunto de variedades de *Zea mays L.* que poseen un fruto (inflorescencia) de color morado. Crecen en los Andes del Perú, Bolivia y Argentina, dispersos y cultivados también en las costas del territorio peruano, desde mucho antes de los Incas.

El proceso de extracción de sólidos solubles de la coronta del maíz morado se puede definir como una operación disfuncional que implica la disolución de un soluto en un solvente. Muchos productos orgánicos naturales se separan de su estructura original por medio de la lixiviación mediante el cual el agua caliente moja a la materia prima molida, disolviendo los compuestos químicos responsables del aroma y del sabor.

La tecnología detallada de cada uno de los factores de extracción de los solutos del maíz morado no se encuentra disponible y son patentes que lo tienen las grandes empresas, por ello es necesario desarrollar una tecnología con los parámetros óptimos y que se pueda adaptar fácilmente a nuestra realidad, para obtener un producto de calidad, con las características de exigencia en el mercado.

## 1.6. JUSTIFICACIÓN

El maíz morado, de la variedad INIA 615 – Negro Canaán es un producto obtenido a partir de trabajos de investigación en la Estación Experimental Canaán Ayacucho; por lo que es un producto originario de nuestra región, no se cuenta con estudios en su caracterización, manejo agronómico, estudios de prefactibilidad o factibilidad para la instalación de plantas que den valor agregado al maíz morado, entre otros, asimismo se tiene la disponibilidad de equipos, materiales e insumos para desarrollar diferentes estudios. Siendo éstos los motivos por el cual se realizó el presente trabajo de investigación que permitirá generar tecnología propia óptima y se pueda adaptar a nuestra realidad, cuyos resultados servirán para que las empresas de la región que procesen este tipo de productos, mejoren sus condiciones de producción tecnológica y económicamente.

Otorgar mayor valor agregado a este recurso natural, que se tiene en la región de Ayacucho y transformándola en extracto o polvo de maíz morado ya que el maíz morado se puede utilizar en diversos mercados como en la industria farmacéutica y de suplementos dietéticos, en la industria de cosméticos y alimentos como colorante; lo que significará para el país, el ingreso de divisas, creando nuevas oportunidades de trabajo. Asimismo, generar ingresos económicos para la región y buscar que Ayacucho empiece a tener presencia de industrias que impliquen desarrollo social, económico y tecnológico.

## 1.7. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

### 1.7.1. Objetivo general

Determinar los parámetros óptimos de los factores que influyen en la operación de lixiviación de sólidos solubles de la coronta de maíz morado, de la



variedad INIA 615 – Negro Canaán, para lograr la máxima extracción de los solutos.

### 1.7.2. Objetivos específicos

- a. Determinar el tamaño de partícula de la coronta de maíz morado para extraer.
- b. Determinar la velocidad de agitación de la operación de lixiviación.
- c. Determinar la temperatura de la operación de lixiviación.
- d. Determinar el tiempo de contacto entre las fases sólido – líquido.
- e. Determinar la relación de alimentación y disolvente.
- f. Determinar el rendimiento de extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado.

## 1.8. HIPÓTESIS DE LA INVESTIGACIÓN

### 1.8.1. Hipótesis general

Si se conoce los parámetros óptimos de los factores que influyen en la operación de lixiviación de la coronta del maíz morado, de la variedad INIA 615 – negro Canaán en un proceso batch; se podría lograr la máxima eficiencia de extracción de los solutos.

### 1.8.2. Hipótesis específicas

- a. A menores tamaños de partícula de la coronta de maíz morado, de la variedad INIA 615 – negro Canaán, se obtendría mayor extracción, pero se tendría dificultades en la separación de las fases sólido-líquido, por lo que es necesario obtener el tamaño de partícula adecuado para realizar la extracción de la coronta de maíz morado.
- b. A mayor velocidad de agitación de la operación unitaria de lixiviación de la coronta de maíz morado, de la variedad INIA 615 – negro Canaán, mayor sería la extracción del soluto, pero también mayor sería el requerimiento de energía.
- c. A mayor temperatura de la operación de lixiviación, mayor sería la extracción del soluto, pero también mayor sería la degradación del principio activo.
- d. A más tiempo de contacto entre las fases sólido – líquido, mayor sería la extracción del soluto.
- e. A una relación adecuada de alimentación con el disolvente, mayor sería la



extracción del soluto.

- f. Si sabemos las cantidades de materia del refino y extracto con sus composiciones, se puede realizar el balance de materia y determinar el rendimiento de extracción.

## 1.9. ANTECEDENTES

### 1.9.1. Internacional

- Tesis: "Extracción y Caracterización del colorante natural del maíz negro (*Zea mays L.*) y determinación de su actividad antioxidante", desarrollado por Jenny Fernanda Almeida Gudiño en la Universidad Politécnica Nacional de Ecuador, el año 2012. (1)

#### Resumen:

En la presente investigación, se estudió la extracción del colorante del maíz negro tanto de los granos como de las corontas, se evaluó la estabilidad del mismo, a diferentes valores de pH, temperaturas de extracción y condiciones de almacenamiento.

El mayor rendimiento en la extracción del extracto colorante (3,2%), se obtuvo a partir de las corontas, en un medio acuoso, manteniendo una relación corontas: agua igual a 1:6, con un tiempo de contacto de 120 minutos y a 50°C.

El extracto colorante de las corontas en estado sólido presentó un menor tiempo de humectabilidad (129 s), mayor índice de solubilidad (0,290) y mayor dispersabilidad en agua (96,72%), que el extracto colorante proveniente del grano. Igualmente el contenido de antocianinas (22,68 mg/g muestra, expresando como cianidina 3-β glucósido) y compuestos fenólicos (277,34 mg GAE/100g de muestra seca), registrados en el extracto de las corontas, superó al encontrado en el extracto del grano con 13,92 mg/g muestra para las antocianinas y 193,85 mg GAE/100 g de muestra seca, para los compuestos fenólicos.

A través del índice de degradación del color, se determinó que el extracto colorante presenta mayor estabilidad en un rango de pH entre 2 a 6 y a temperaturas entre 10°C y 50°C.



Durante el almacenamiento, se determinó para el extracto colorante en estado sólido y sellado al vacío una durabilidad promedio de 60 días. La actividad antioxidante se determinó en base a mediciones del poder reductor, expresado como concentración inhibitoria media ( $IC_{50}$ ), registrándose un valor de 0,387 mg/ml, para el extracto de las corontas, teniendo presente que un menor valor  $IC_{50}$ , significa una mayor actividad antioxidante.

- Tesis: “Extracción y uso de pigmentos del maíz morado (*Zea mays L.*) como colorantes en yogurt”, desarrollado por David Rubio Hernández, Yolanda Salinas Moreno y Antonio Díaz Velázquez en la Universidad Autónoma Chapingo, el año 2005. (2)

Resumen:

La extracción de las antocianinas a partir de la FPCA obtenida de cada muestra de maíz se efectuó usando dos disolventes distintos. Uno fue etanol: ácido acético: agua, en proporciones de 10:1:9; el otro fue metanol: ácido acético: agua, usando exactamente las mismas proporciones. El metanol es más efectivo que el etanol para la extracción de antocianinas, aunque su toxicidad impide que se pueda emplear cuando las sustancias extraídas se usarán para consumo humano. Sin embargo, la extracción se realizó con los dos disolventes para comparar los perfiles de antocianinas obtenidos cuando se emplea uno u otro. El extracto de antocianinas que se empleó en el yogurt se extrajo a partir de 4 g de FPCA con 80 ml de solvente (mezcla de etanol: ácido acético: agua, 10:1:9 v/v). Se realizaron cuatro extracciones sucesivas. El extracto obtenido de cada muestra, fue concentrado hasta sequedad en un Rotavapor (Laborota 4010, Heidolph Instruments, Germany), a 40 °C, y redisolto en ácido láctico al 3% en agua, hasta tener un volumen aproximado de 10 ml. Se colocó en tubos ámbar y se guardó a temperatura de congelación hasta su análisis y/o aplicación al yogurt. Se verificó la concentración del extracto antes de aplicarlo al yogurt.

- Revista del encuentro final ALFA LAGROTECH (Red Química y Tecnológica de Productos Agroindustriales Latinoamericanos), 2008 (79-95): “Análisis y caracterización de antocianinas en diferentes variedades de maíz (*Zea mays*) boliviano”, desarrollado por Elyana Cuevas Montilla, Antezana A. Y Winterhalter

P, en la Universidad Mayor San Simón Cochabamba, Bolivia. (3)

#### Resumen:

Las antocianinas son pigmentos que se encuentran en algunas frutas que van del color rojo al azul o morado. Se identificaron dos antocianinas mayoritarias en todas las variedades de maíz morado estudiadas, independientemente de su origen: cianidina-3-glucósido (42,5%), y cianidina - 3 - (6"malonil)-glucósido (30,7%).

Los tiempos de retención de las antocianinas mayoritarias fueron 24,01 y 33,56 min, respectivamente, valores que coinciden con los estándares utilizados para su identificación. Los resultados concuerdan con los reportados por Fossen, en el año 2000), quienes encontraron las mismas antocianinas en flores y hojas de maíz morado y señalan, al igual que De Pascual-Teresa en el año 2002 y Schwarz en el año 2003, a la cianidina-3-glucósido como la antocianina mayoritaria en maíz morado, seguida por la cianidina-3-(6"malonil)-glucósido.

Se pudo observar que existen diferencias en el perfil de antocianinas minoritarias entre especies de maíz; que si bien son mínimas ocasionan una diferencia enorme en el color y pigmentación de las diferentes variedades de maíz morado.

Esta variación se define en colores que van desde el rojo, pasando por el morado (completo o moteado) hasta el casi negro en el caso del Kulli.

En este trabajo se presenta la identificación y características espectroscópicas de las antocianinas minoritarias de las diferentes variedades de Maíz morado analizadas en nuestro estudio. Una comparación directa entre las 6 variedades estudiadas, en la cual observamos tanto la similitud en el perfil antociánico (Antocianinas mayoritarias) como las diferencias en el perfil de las menores.

#### 1.9.2. Nacional

- Tesis: "Determinación de los Parámetros Óptimos de Funcionamiento para un Equipo de Extracción Sólido-Líquido en la Extracción de aceite esencial de naranja usando un sistema cascara de naranja - alcohol etílico", desarrollado por Germán Martín Ruiz Garay y Juan José Saavedra Rotta en la Universidad Nacional Mayor

**de San Marcos, el año 2007. (4)****Resumen:**

La operación de extracción se ha evaluado inicialmente en el laboratorio como método referencial tales ensayos de laboratorio, se realizaron para emprender la operación extracción más que para obtener parámetros de referencia para posteriores pruebas a nivel planta piloto. Por tanto, con la finalidad de obtener la mayor cantidad de datos posibles que tengan alto grado de representatividad o tengan significancia en el objetivo planteado, las corridas o ensayos de laboratorio se llevaran a cabo a diferentes valores de la relación (S/L), desde 0,01 hasta 0,05 (g cáscara de naranja / ml etanol), contando para ello con tamaños de partícula para cada Kit de trabajo siendo estos: 0,3258 cm; 0,3168 cm; 0,6068 cm, 0,7256 cm; 0,2048 cm. El proceso de muestreo se realizó teniendo en cuenta lapsos de 15 minutos para un periodo total de extracción de 120 minutos. De los resultados obtenidos se concluye, que la relación (S/L) óptimo de operación es de 0,040 (g cáscara de naranja / ml etanol) cm un rendimiento en aceite esencial de 0,84% para la cascara de naranja, para un tiempo de 84 minutos y con un tamaño de partícula de 0,6068 cm.

Posteriormente se realizaron pruebas de a nivel de planta piloto utilizando un extractor sólido-líquido, perteneciente al laboratorio de operaciones unitarias de la Facultad de Química e Ingeniería Química de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (U.N.M.S.M). Tales pruebas se realizaron considerando los siguientes diámetros de partícula: 1,563 cm, 1,2410 cm, 0,9850 cm, 1,420 cm y 1,7890 cm, considerando ratios (S/L) de 0,0015; 0,0030; 0,0055; 0,0075 y 0,0100 (g cáscara naranja/ml, etanol) respectivamente. De los resultados obtenidos a partir de las pruebas a nivel planta piloto, más que los valores óptimos puntuales, se logró confirmar el comportamiento en general de un sistema de este tipo, que en definitiva, sirve como base para la aplicación a nivel macro de un proceso de extracción similar.

- Investigación: Extracción de antocianinas de las corontas de *Zea mays L.* “maíz morado”, desarrollado por Arilmí Gorriti Gutiérrez en la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, el año 2010. (5)

**Resumen:**

En el presente trabajo se investigaron las condiciones óptimas de extracción de antocianinas de las corontas del maíz morado mediante el empleo de un diseño completo al azar con arreglo factorial 2A3B4C4D. Los factores estudiados fueron pH, solvente, tiempo y temperatura. Los resultados mostraron antocianinas entre 8,404 y 47,984 mg/g de coronta, determinados según el método de pH diferencial.

Se expresa como mg de antocianina/g de coronta, de acuerdo al diseño completo al azar con arreglo factorial que evaluó los factores: solvente de extracción en los niveles: agua, EtOH al 20 y 40%; medio de extracción a pH 2 y 4; temperatura de extracción a 25, 60, 75 y 90 °C; y tiempo de extracción a 30, 60, 120 y 240 min, para así determinar las mejores condiciones de extracción de antocianinas del testigo TJ. El número de experimentos realizados de acuerdo a la combinación de factores fue de 96, que en triplicado hacen un total de 288 determinaciones. Al evaluarse los valores promedio según el análisis de varianza (ANOVA) se observa que existen diferencias altamente significativas,  $p < 0,0001$  en el modelo experimental planteado.

El ANOVA para las fuentes de variabilidad: solv. (Solvente de extracción), pH (medio de extracción), temp (temperatura de extracción), tiempo (tiempo de extracción), interacción solv.×pH, interacción pH×temp, interacción solv.×temp e interacción solv.×pH×temp, indican diferencias altamente significativas para  $p < 0,0001$ . Las interacciones solv.×tiempo y temp×tiempo muestran diferencias significativas para  $p < 0,01$ , y la interacción de 4 factores solv.×pH×temp×tiempo muestra diferencias significativas,  $p < 0,05$ . Las interacciones pH×tiempo; solv.×pH×tiempo; pH×temp×tiempo, y solv.×temp×tiempo,

- Tesis: “Extracción del colorante antocianina a partir del maíz morado y su aplicación en la Industria Alimentaria”, desarrollado por Gina Medina Regalado; en la Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión, el año 2012. (6)

**Resumen:**

El presente trabajo titulado “Extracción del colorante antocianina a partir del maíz morado y su aplicación en la Industria Alimentaria” tuvo como objetivos: Conocer los



aspectos relacionados con el colorante antocianina, sus características químicas-físicas y .los productos que los contienen, así como, los diferentes métodos de extracción y determinar el método de extracción óptimo de antocianina, a partir del maíz morado.

En el trabajo se aplicó el método descriptivo y analítico, se recopiló información de diversas fuentes y se procedió a su análisis, ordenamiento y obtención de conclusiones.

Los resultados y conclusiones a las que se llegaron en el trabajo son los siguientes:

La extracción se realiza por varios métodos; método de maceración, calentamiento, cocción, lixiviación, siendo el método de maceración el de mayor rendimiento; en este tipo de extracción los factores a controlar son tamaño de partícula, tiempo de maceración, relación de materia prima solvente, temperatura.

En la extracción de antocianina se obtiene los mejores resultados cuando la coronta molida es de menor tamaño de partícula ( $< 150 \mu\text{m}$ ) y es pasada dos veces por el molino coloidal.

Por cada 100 g de maíz se obtiene 43,06 mg de antocianinas a partir del grano entero, 130,88 mg a partir del grano molido y 104,36 mg a partir de la coronta molida.

La aplicación del colorante de maíz morado como pigmento en alimentos ha estado limitada por su susceptibilidad, entre otros factores, al pH y a la temperatura, por lo que es viable colorear alimentos de bajo pH.

- Revista Científica UNASAM Vol. 06, 2007 (78 - 86): Extracción del colorante antocianina a partir del maíz morado y su aplicación en la Industria Alimentaria, desarrollado por Quispe A, Huerta C, Castro N, Espinoza y Falcón P. en la Universidad Nacional Santiago Antúnez de Mayolo, Ancash. (7)

Resumen:

El trabajo estudió los parámetros para la obtención de Antocianina por lixiviación de las corontas de maíz morado de Caraz. Las corontas del maíz morado fueron caracterizadas presentando una humedad de 12% que facilita la lixiviación, el rendimiento en coronta con respecto a la mazorca fue de 19,52%, que generan una

relación entre la mazorca y la coronta de 5 a 1. El proceso de extracción del colorante incluyó las operaciones siguientes: recepción, selección, desgranado, molienda, lixiviación, filtración, evaporación, secado y empaçado. En el proceso de molienda por molino de martillo, la relación de reducción óptima fue de 100:1 que permitió tener un grado de molienda fina. Para la evaluación de la lixiviación en una sola etapa se usaron corontas molidas de grado grueso, mediano y fino, variando la preparación del extracto acuoso acidificado con ácido cítrico, con acidez iónica de 3,2; 3,1; 3,0; para temperaturas de extracción de 85°C, 90°C y 95°C. El rendimiento de la lixiviación se maximiza cuando se usa coronta molida fina en agua acidulada con una acidez iónica de 3,2 a una temperatura de 9°C en un tiempo de contacto de 70 minutos a volumen constante. El proceso de filtrado retiene mejor los sólidos insolubles como medios filtrantes de 170 Mesh. La lixiviación óptima permitió un rendimiento de 9,78% de antocianinas con la presencia de los pigmentos pelargonidina y hirsutidina; por lo que es posible obtener antocianina por lixiviación, con buenas características y estabilidad para el empleo en alimentos.

- Tesis: "Cuantificación de antocianinas en el maíz morado (*Zea mays L.*), tratados con ultrasonido", desarrollado por la Patricia Vélez Urrelo en la Universidad Nacional Agraria de la Selva, el año 2005. (8)

#### Resumen:

En el estudio se analizó el contenido de antocianinas en el extracto acuoso de maíz morado *Zea mays L.* se empleó un DBCA con arreglo factorial 6x6 con 3 repeticiones. El maíz morado, se adquirió del mercado de abastos de la ciudad de Tingo María, fue secado en una estufa (65 °C/24 h), desgranado y mediante rallado de la coronta se obtuvieron las muestras. El extracto se obtuvo colocando 2 g de muestra en 500 ml de agua destilada a 98,6 °C por 10 minutos, con agitación constante, fue enfriado y filtrado. El extracto se estandarizó a 10 °brix. Se regularon a diferentes valores de pH (3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 y 7,0) y diferentes tiempos de tratamiento ultrasónico (40 kHz): 0, 1, 3, 5, 7 y 10 min. La cuantificación de antocianinas fue realizada de acuerdo al método del pH diferencial, reportado por Rapisarda et al., (2000). Se observó que el pH influyó de un modo altamente significativo ( $p < 0,01$ ), debido a las transformaciones estructurales de las antocianinas en solución acuosa a diferentes valores de pH,

coincidiendo con Dao et al., (1998). Respecto al efecto del tiempo de tratamiento ultrasónico no existe diferencia significativa en el rango considerado. Palabras claves: maíz morado, coronta, extracción, antocianinas, antioxidante, ultrasonido.

### 1.9.3. Local

- Investigación: “Determinación de parámetros óptimos en la extracción de sólidos solubles de la corteza de uña de gato (*Uncaria tomentosa*) por lixiviación”, desarrollado por Liliana Karin Valer Béjar en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, el año 2013. (9)

#### Resumen:

Se estudió el efecto de los factores que influyen en la operación de lixiviación en la extracción de sólidos solubles de la corteza de uña de gato a nivel de laboratorio, realizado en los laboratorios de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia, para determinar los parámetros de operación que nos permita lograr la mayor eficiencia de extracción de los solutos.

Los componentes fundamentales de la corteza de uña de gato en la operación de lixiviación son: Fracción másica porcentual de soluto, 5,83 % en peso; fracción másica porcentual de disolvente, 10,80 % en peso y fracción másica porcentual de insolubles, 83,37 % en peso.

Los parámetros determinados para la extracción de sólidos solubles de la corteza de uña de gato en medio acuoso son: Diámetro medio global es 0,2140 mm, velocidad de agitación 300 RPM, temperatura del disolvente es 81 °C, tiempo de contacto entre las fases sólido – líquido de 4,1 min y la relación de disolvente – alimentación (D/F) es de 12,3841. El rendimiento experimental de la extracción de los sólidos solubles de la corteza de uña de gato es de 70,2843 %.

- Investigación: “Determinación de los parámetros de operación del equipo modular de extracción sólido-líquido de la FIQM en la extracción del café (*Coffea*)”, desarrollado por Enma Luisa Rojas Jara en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, el año 2012. (10)



**Resumen:**

La lixiviación tiene gran importancia en un gran número de procesos tecnológicos. El porcentaje de sólidos solubles del café tostado extraído es un parámetro importante en los procesos tecnológicos de la industria del café.

El objetivo general del estudio es determinar los parámetros de operación de la extracción de sólidos solubles del café tostado, en el equipo modular de extracción sólido-líquido de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia.

Se estudió el efecto de los factores que influyen en la operación de lixiviación en la extracción de sólido-líquido de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia, para determinar los parámetros de operación que nos permita lograr la mayor eficiencia de extracción de los solutos. El diseño metodológico utilizado es del tipo factorial  $A \times B$ , donde se evalúa el efecto de los factores de la lixiviación (variables independientes); observando como respuesta la cantidad de soluto extraído (variable dependiente) del café tostado.

Los parámetros determinados para la extracción de soluto del café en medio acuoso en el equipo modular son: La relación de alimentación y disolvente (F/D) igual a 0,5626; el flujo másico de la alimentación es de 0,6767 g/s y del disolvente es de 1,2027 g/s, el tiempo de contacto entre las fases de 6 minutos, la temperatura del disolvente es de 90°C, el tamaño de partícula del café tostado es de 0,1505 mm de diámetro medio global. El rendimiento experimental de la extracción de los solutos del café tostado molido es de 11,80 %.

- Investigación: “Diseño de Equipos de Procesos para una Planta de Extracción de Aceite de Soja”, desarrollado por Raúl Ricardo Véliz Flores en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, el año 2001. (11)

**Resumen:**

El trabajo de investigación se divide en dos partes, la primera trata del diseño del proceso y la segunda del diseño de los equipos de una planta de extracción de aceite de soja con tricloroetileno.

El proceso de producción del aceite de soja a partir de las semillas del frijol del mismo nombre, sigue el siguiente proceso:

Las semillas oleaginosas son limpiadas, descascarilladas y trituradas en unos rodillos, luego son acondicionadas para homogenizar el producto que pasa por un molino que lo divide finamente en escamas. Después de la molienda se pasa a un extractor continuo donde se lixivia el producto con una disolución de tricloroetileno como solvente, la parte sólida húmeda de la lixiviación pasa a un secador donde se separa el solvente y la harina obtenida se almacena para ser utilizada como alimento de ganado, la parte líquida de la lixiviación pasa a un evaporador, donde se concentra la solución de aceite de soja; el concentrado se bombea a una columna de destilación de platos. Por el fondo de la columna entra vapor vivo que sirve como medio de calentamiento y de separación del aceite de soja del tricloroetileno; por el tope de la columna sale vapor de agua más tricloroetileno mientras que por el fondo se obtiene aceite de soja crudo. Los vapores del tope de la columna de destilación se unen con los vapores del evaporador y del secador, se enfría con agua en un condensador que van luego a un decantador, en donde por diferencia de densidades se separa el agua del solvente, este último se mezcla con tricloroetileno fresco y se bombea al extractor.

El aceite crudo se mezcla en agua caliente para flocular los fosfáticos que luego son eliminados mediante una centrífuga; el aceite se seca, se enfría y se bombea al tanque de almacenamiento de aceite crudo. El lodo de lecitina que se ha separado se seca bajo vacío y tratamiento térmico suave, luego se enfría y se envasa en latas.

- Tesis: “Puesta en Marcha y Optimización de Parámetros de Operación del Equipo de Extracción Sólido-Líquido”, desarrollado por Vivian Romero Cabezas en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, el año 2005. (12)

Resumen:

Se presenta la extracción por solventes de aceite de maní y extractos de café, cebada y coca, mediante la puesta en marcha del equipo de extracción sólido-líquido que fue adaptado utilizando un destilador diferencial, para lo cual se diseñó y construyó los dispositivos faltantes que conforman la unidad.

Mediante la operación y puesta en marcha se estudió los parámetros de operación en la obtención de aceite del maní con n-hexano. Los resultados obtenidos se analizaron en función de los cambios en las condiciones de entrada del proceso, las variables que influenciaron drásticos aumentos en el contenido de aceite en el extracto final fueron la temperatura de extracción, el tamaño de partícula, la concentración del solvente y el pH de la mezcla. El número de etapas teóricas necesarias para la extracción de aceite de maní fueron 2, las mismas que fueron validadas experimentalmente obteniendo 3 etapas prácticas. La eficiencia de extracción es de 64,65 %.



## **CAPITULO II**

### **FUNDAMENTO TEÓRICO**

#### **2.1. LIXIVIACIÓN**

Las operaciones de separación clasificadas como extracciones realizadas con solventes líquidos son de gran interés en la industria, en las que, la extracción de algún componente soluble contenido en un material es posible por el uso de un solvente líquido apropiado como agente de separación para dicho fin; esta es una operación común en muchas actividades básicas que vienen inclusive desde tiempos anteriores, como son las preparaciones de ciertas infusiones, los denominados remojados, las extracciones por ebullición, las operaciones de lavado, etc. (13)

La lixiviación es la disolución preferente de uno o más componentes de una mezcla sólida por contacto con un disolvente líquido. Esta operación unitaria, una de las más antiguas en la industria química, ha recibido muchos nombres, según la técnica más o menos compleja utilizada para llevarla a cabo. (14)

##### **2.1.1. Fundamentos de la lixiviación<sup>(id.13)</sup>**

La lixiviación es una operación de separación de los componentes solubles presentes en una fase o matriz sólida utilizando como agente de separación un solvente líquido específico, que actúa bajo ciertas condiciones en los equipos denominados lixivadores; según la naturaleza del sistema puede procederse a una extracción en ebullición, con agitación, con molienda del sólido y/o bajo ciertas condiciones o forma de operación, que responde a la capacidad de operación, a la naturaleza del sistema

sólido líquido, a las características físicas químicas del solvente, y en términos generales a los costos de operación.

La Lixiviación es también denominada como Extracción Sólido - Líquido; sin embargo, existen algunas denominaciones alternativas que califican a la lixiviación, que en esencia representan a la misma operación, pero que por sus usos y costumbres han adquirido calificaciones particulares, como son:

- Infusión
- Percolación
- Elución
- Decocción
- Remojado
- Macerado
- Lavado

La matriz o estructura sólida, que es el material que se ha de someterse a lixiviación, en función al tipo de solvente elegido, queda conformado o representado por tres grupos de componentes representativos:

A : Sólidos solubles.

I : Insolubles que algunos denominan inertes (con respecto al proceso extractivo).

D : Solvente líquido (opcional, de acuerdo al solvente utilizado)

En ocasiones el material sólido inicial a someterse a lixiviación puede contener originalmente algo del tercer componente identificado en la lixiviación: D; tal es el caso de las lixivaciones que utilizan al agua como solvente de extracción, actuando sobre materiales sólidos o materias primas sólidas que tienen un contenido inicial de humedad o de agua. Sin embargo, el sólido residual o húmedo resultante al final de la lixiviación siempre será un sistema ternario (con pequeñas cantidades de solubles: A, de acuerdo al grado de extracción). Debe recordarse que en la lixiviación, el solvente actúa sobre el grupo de los sólidos solubles, solubilizándolos y provocando su extracción. Los componentes de la matriz sólida (A, I y en ocasiones D) se encuentran distribuidos e interconectados bajo una estructura compleja, tal como ocurre con el



ácido carmínico al interior del insecto seco de la cochinilla, formada en una biogénesis compleja en el insecto producto de su actividad biológica desarrollada sobre la tuna; desde ese punto de vista, los materiales sólidos destinados a la lixiviación podrán ser:

**a) Recursos Naturales**

- Materiales orgánicos: estructuras vegetales (semillas, tallos, hojas, etc) y animales (insectos, hígados, etc.).
- Materiales inorgánicos: minerales, sales, etc.

**b) Materiales de Procesos intermedios**

- Precipitados
- Cristales

El solvente utilizado para la lixiviación está normalmente conformado por el disolvente líquido D, pudiendo en los casos de recirculación contener pequeñas cantidades de soluto A. Sin embargo, el extracto líquido obtenido al final de la lixiviación es un sistema binario, formado por el soluto y el disolvente: A + D; en ocasiones, cuando no existe una buena separación mecánica sólido - líquido, podrá percibirse el arrastre de sólidos finos, que da lugar a la presencia de insolubles: I, en el extracto.

**2.1.2. Procesos de lixiviación**

**2.1.2.1. Procesos de lixiviación para sustancias biológicas**

En la industria de procesos biológicos y alimenticios, muchos productos se separan de su estructura natural original por medio de una lixiviación líquido-sólido. Un proceso importante es la lixiviación de azúcar de las remolachas con agua caliente. En la producción de aceites vegetales, se emplean disolventes orgánicos como hexano, acetona y éter, para extraer aceite de cacahuete, soya, semillas de lino, semillas de ricino, semillas de girasol, semillas de algodón, harina, pasta de palo e hígado de hipogloso. En la industria farmacéutica se obtiene una gran diversidad de productos por lixiviación de raíces, hojas y tallos de plantas. En la producción de café "instantáneo" soluble, el café tostado y molido se somete a una lixiviación con agua

pura. El té soluble se fabrica por lixiviación de hojas de té con agua. El tanino se extrae de las cortezas de árboles por lixiviación con agua.

### **2.1.2.2. Procesos de lixiviación para materiales inorgánicos y orgánico**

Los procesos de lixiviación son de uso común en las industrias metalúrgicas. Los metales útiles suelen encontrarse en mezclas con grandes cantidades de constituyentes indeseables, y la lixiviación permite extraerlos en forma de sales solubles. Las sales de cobre se disuelven o se lixivian de los minerales molidos que contienen otras sustancias por medio de soluciones de ácido sulfúrico o amoniacal. Las sales de cobalto y níquel se lixivian de sus minerales con mezclas de ácido sulfúrico-amoniaco-oxígeno. La lixiviación de oro a partir de sus minerales, se basa en el uso de una solución acuosa de cianuro de sodio. El hidróxido de sodio se lixivian de una suspensión de carbonato de calcio e hidróxido de sodio, que se prepara haciendo reaccionar  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  con  $(\text{CaOH})_2$ . (15)

### **2.1.3. Criterios en la elección del solvente<sup>(fd.13)</sup>**

Para la extracción con disolventes líquidos es de suma importancia tomar los criterios adecuados con respecto a la elección del solvente apropiado para dicha separación, ya sean en las operaciones de lixiviación así como en las operaciones de extracción líquida; se pueden indicar dos criterios fundamentales:

#### **2.1.3.1. Solubilidad**

Indica la capacidad de solubilización y consecuente concentración que alcanzarían los solubles en el solvente utilizado; a mayor solubilidad se tiene mayor capacidad de extracción por unidad de solvente utilizado, luego es importante elegir un solvente que presente alta solubilidad hacia el soluto o material de interés que desea extraerse.

#### **2.1.3.2. Selectividad**

Revela el grado de solubilidad selectiva o preferencial que tiene el disolvente líquido hacia un determinado soluto de interés durante la extracción; es recomendable elegir aquel solvente que permita extraer solamente el soluto deseado, sin que se extraiga otros compuestos no deseados en acción paralela.



**Sin embargo, complementariamente se debe tener en cuenta otros criterios adicionales en la elección del solvente líquido, en función a las condiciones operativas que han de definir la extracción, a la naturaleza de la operación, las condiciones del material a procesarse, los tipos de productos a obtenerse (alimentarios, fármacos, etc.), la eficiencia operativa, etc. Estos criterios complementarios son:**

- **Volatilidad**
- **Toxicidad**
- **Inflamabilidad**
- **Reactividad química**
- **Viscosidad**
- **Tensión superficial**
- **Capacidad difusional**
- **Recuperabilidad**
- **Inmiscibilidad (para el caso de extracción líquida)**
- **Diferencia de densidades (para la decantación en extracción líquida)**
- **Costos**

**Igualmente existen algunos modificadores, aditivos y/o coadyuvantes que potencian y sinergizan la solubilización selectiva y la capacidad extractiva del disolvente utilizado en algunas aplicaciones, estas modificaciones pueden ser:**

- **pH (en medios ácidos o básicos)**
- **Tensoactivadores**
- **Sinergia de solventes (mezclas apropiadas de varios solventes líquidos)**
- **Aditivos especiales**
- **Energía térmica**

#### **2.1.4. Aplicaciones**

**Tal vez las industrias metalúrgicas son las que más utilizan las operaciones de lixiviación. La mayoría de los minerales útiles se encuentran en forma de mezclas, con grandes proporciones de componentes indeseables; por eso, la lixiviación del material valioso es un método de separación que se aplica con frecuencia. Por ejemplo, los minerales de cobre se disuelven preferentemente a partir de algunos de sus minerales**



por lixiviación con ácido sulfúrico o soluciones amoniacales, y el oro se separa de sus minerales con la ayuda de soluciones de cianuro de sodio. En forma similar, la lixiviación juega un papel importante en el procesamiento metalúrgico de aluminio, cobalto, manganeso, níquel y zinc. Muchos productos orgánicos naturales se separan de sus estructuras originales mediante lixiviación. Por ejemplo, el azúcar se separa por lixiviación de la remolacha con agua caliente; los aceites vegetales se recuperan a partir de semillas, como las de soya y de algodón mediante la lixiviación con disolventes orgánicos; el tanino se disuelve a partir de diferentes cortezas arbóreas mediante lixiviación con agua; en forma similar, muchos productos farmacéuticos se recuperan a partir de raíces y hojas de plantas. El té y el café se preparan doméstica e industrialmente por operaciones de lixiviación. Además, los precipitados químicos con frecuencia se lavan de sus aguas madres adheridas mediante técnicas y equipo muy similares a los utilizados en las verdaderas operaciones de lixiviación, como en el lavado del licor de sosa cáustica del carbonato de calcio precipitado después de la reacción entre óxido de calcio y carbonato de sodio. (id.14)

La lixiviación es una de las operaciones más extendidas en el área de la extracción de minerales, manipulación de productos biológicos, alimentarios y farmacéuticos. Se reconocen, de manera específica las siguientes aplicaciones: (id.13)

- Extracción de la sacarosa a partir de la caña de azúcar y remolacha
- Extracción de edulcorantes
- Extracción de aceites esenciales
- Industria de aceites de origen animal y vegetal
- Extracción de colorantes naturales como la antocianina del maíz morado y el ácido carmínico de la cochinilla.
- Extracción de alcaloides
- Extracción de principios activos y productos farmacéuticos
- Extracción de perfumes y sustancias odoríficas
- Extracción de minerales en procesos de lixiviación.

#### 2.1.5. Factores que influyen en la lixiviación <sup>(id.13)</sup>

La lixiviación está influenciada por un conjunto de factores vinculados a la naturaleza de los materiales que concurren a la extracción sólido - líquido y las condiciones bajo



las cuales se conducen la extracción. Como factores vinculados a la naturaleza de los materiales destacan las propiedades y características del solvente líquido elegido para la lixiviación (solubilidad, selectividad, pH, acción sinérgica en el caso de mezcla de solventes, etc.), también influye la naturaleza del material sólido sometido a lixiviación (porosidad, permeabilidad, estructura y distribución del soluble en la matriz sólida, interacción química, difusividad, transporte intrapartícula, etc.) Entre los factores vinculados a las condiciones operativas bajo las cuales se conduce la lixiviación destacan el tamaño de partícula del material sólido, la temperatura de extracción, la hidrodinámica del líquido solvente conferida por la turbulencia de los agitadores, la saturación del soluble en el solvente líquido, etc.

Desde el punto de vista difusional, es importante identificar en la extracción sólido - líquido las etapas fundamentales que ocurren en la extracción de los solubles hacia el solvente:

- Humectación del solvente a la partícula sólida.
- Solubilización del soluto o sólido soluble en el solvente (intrapartícula).
- Transporte difusional tipo molecular de los solubles en la región intrapartícula hacia la periferia de la partícula (es la etapa controlante de la lixiviación).
- Transporte difusional tipo molecular en la película líquida límite que cubre la partícula.
- Transporte convectivo hacia el seno principal del solvente que contiene a la partícula en suspensión.

A continuación se comenta brevemente los principales factores vinculados a las condiciones operativas que influyen en la lixiviación:

#### **2.1.5.1. Granulometría**

Que define el tamaño medio de las partículas luego de someterse el material sólido original a una operación de desintegración mecánica, como pueden ser en los molinos. A menor tamaño de partícula se observa mayor eficiencia de extracción, debido a que se facilita el acceso del solvente hacia la región intrapartícula y la solubilización del material a extraer, se reduce la longitud efectiva de transporte difusional intrapartícula y por consiguiente disminuye la resistencia difusional intrapartícula, a la vez que se

incrementa considerablemente la superficie interfacial sólido - líquido para la extracción. No siempre es ventajoso someter el material sólido a molienda fina; entre las desventajas se puede comentar en algunos casos la ruptura de tejidos que provoca la extracción de otros componentes no deseados; otra desventaja es que, las suspensiones de partículas muy finas dificultan las operaciones mecánicas de separación sólido - líquido posterior a la lixiviación, imposibilitando las filtraciones, provocando arrastre de finos en el extracto líquido por ineficiencia de separación, que en algunos casos implica el uso de centrifugas; por lo tanto, el grado de molienda debe responder a un criterio técnico. En otros casos no es necesaria la molienda, como es el caso de la extracción del colorante de las semillas del achiote, en las que el colorante se encuentra distribuido en la superficie de la semilla.

#### 2.1.5.2. Temperatura

A mayor temperatura del sistema de extracción se incrementa normalmente la solubilidad y el transporte difusional de los materiales extraíbles hacia el solvente líquido, favoreciendo considerablemente la lixiviación, existen diversas aplicaciones de lixiviación a ebullición o con solvente hirviendo como es la extracción de aceites, colorantes, etc. Sin embargo, no siempre es conveniente incrementar la temperatura, ya sea por la termosensibilidad o degradación térmica que pueda presentar el material soluble, que limita la temperatura, o por los aspectos de costos de energía. Si el solvente presenta un incremento considerable de su volatilidad debido al aumento de la temperatura, será recomendable operar la lixiviación en sistemas cerrados, para evitar las pérdidas de solvente. A pesar de que puede lixivarse a ebullición, normalmente no se asocia el balance de energía al análisis de la lixiviación propiamente dicha, debido a que la solubilización y extracción de los solubles se considera aproximadamente atérmica dentro del nivel térmico o temperatura a la cual se efectúa la lixiviación, podría tomar algún valor influyente el caso de las lixivaciones con reacciones químicas debido al calor de reacción.

Comúnmente, sólo se evalúa el balance de materia en las condiciones operativas del lixiviador, por decir a la temperatura constante de ebullición; los cálculos podrían complementarse con la determinación del requerimiento de energía térmica para los calentamientos o acondicionamientos previos del sistema o para mantener la



ebullición; sin embargo, deberá entenderse que la transferencia de calor no está acoplado en esencia al fenómeno de la transferencia de masa para la lixiviación.

### **2.1.5.3. Agitación**

El grado de agitación conferida al sistema de extracción sólido - líquido define la hidrodinámica del medio de lixiviación, tal que a mayor turbulencia de la mezcla sólido - líquida se promueve la suspensión y se facilita la extracción de los solubles debido a la difusión convectiva desarrollada hacia el medio líquido, muy a pesar de que este no influya en la resistencia difusiva limitante al interior de la partícula. No siempre se recurre a la implementación de los sistemas de agitación, tal es el caso de la lixiviación de los minerales, en las que las cantidades de materiales son extremadamente grandes y los costos de agitación serían sumamente costosos, afectando la viabilidad económica de los mismos.

### **2.1.5.4. Saturación**

La capacidad de extracción que pueda tener el líquido se ha de ir limitando gradualmente conforme se incremente la concentración del material soluble en el líquido, siendo el límite el estado de saturación. Debe tenerse presente que la cantidad de material extraído está vinculado con el material transportado desde el interior del sólido hacia el líquido gracias al gradiente de concentración; cuando los solubles son alcanzados por el solvente líquido al interior de la matriz sólida, estas se transfieren hacia la fase líquida, alcanzando en ese instante un estado de mayor concentración, sin embargo, el solvente que rodea a la partícula y el que se encuentra fuera de ella conformando el seno principal del líquido en el extractor deberán estar a una concentración mucho menor, de tal manera que se posibilite a que los solubles se difundan desde el interior del sólido hacia el solvente externo que constituirá al final el extracto líquido en la operación de lixiviación.

### **2.1.6. Métodos de cálculo**

Es importante que se haga un cálculo aproximado del grado de lixiviación obtenible mediante cierto procedimiento, es decir, de la cantidad de sustancia soluble lixiviada de un sólido; con este propósito ha de conocerse el contenido inicial de soluto del sólido, la cantidad de disolvente, la concentración de soluto en el disolvente de

lixiviación, y el método que se empleó para efectuarla (por lotes o a contracorriente continua). En forma alternativa, quizás se necesite calcular el número de etapas, requeridos para reducir el contenido de soluto del sólido hasta algún valor dado; deberán conocerse entonces la cantidad y la concentración de soluto en el disolvente de lixiviación. (id.14)

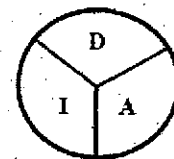
### 2.1.6.1. Componentes y diagramas de lixiviación<sup>(id.13)</sup>

Dado que se han identificado los componentes fundamentales que intervienen en la lixiviación, que son la interacción permanente de tres grupos de componentes:

A : Sólidos solubles (solute)

I : Insolubles (con respecto al solvente utilizado)

D : Disolvente líquido



Para la identificación cuantitativa de los componentes se hará uso de la fracción másica en la respectiva fase, usando el siguiente formato:

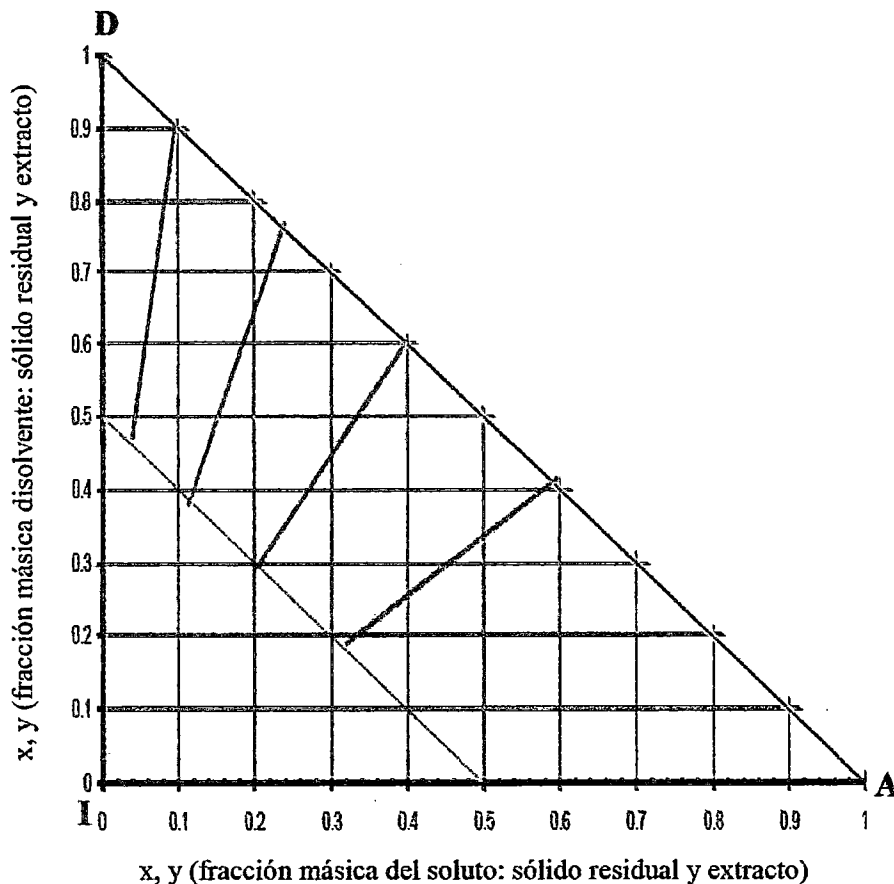
Fase sólida: $x$	$\rightarrow x = x_A$	fracción másica de soluto
	$x_D$	fracción másica de disolvente
	$x_I = 1 - (x + x_D)$	fracción másica de insolubles
Fase líquida: $y$	$\rightarrow y = y_A$	fracción másica de soluto
	$y_D = (1 - y_D)$	fracción másica de disolvente

Se considera que la fase líquida, por decir el extracto obtenido de la lixiviación, está formada por el soluto y el disolvente; vale decir que, luego de un buen sistema de separación de sólidos, no existe arrastre de partículas finas en el extracto.

Existen diversas opciones de representación gráfica y evaluación del sistema ternario aplicados para la lixiviación, que pueden ser:

- Triángulo equilátero
- Triángulo rectángulo
- Coordenadas rectangulares

En la figura 2.1 se presenta el diagrama de lixiviación representado en un triángulo rectángulo.



**FIGURA 2.1:** Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo que representa a los tres componentes identificados en la lixiviación.

Es importante reconocer en el triángulo la ubicación y composición de cada uno de los componentes que intervienen en la operación de lixiviación. Tanto el vértice, los lados (catetos e hipotenusa), y la región interior del triángulo, representan situaciones específicas de la lixiviación. A continuación se resumen los aspectos principales:

- Cada vértice representa un compuesto puro, que puede ser: **A** = sólidos solubles, **D** = disolvente líquido utilizado en la lixiviación, **I** = Insolubles ( Figura 2.1)
- Cada lado del triángulo representa un sistema binario; por ejemplo, la hipotenusa representa las distintas probabilidades de combinación existentes entre el soluto y el solvente líquido (**A + D**), que es una combinación típica en el estudio de los extractos líquidos que proveen los lixivadores.
- Un punto al interior del triángulo representa una combinación o mezcla compuesta

por los tres componentes ( $A + D + I$ ), que es el caso típico de un residuo húmedo que se obtiene al final de una operación de lixiviación.

- La **corriente de extractos** quedará representado por la hipotenusa, siempre en cuanto que no exista arrastre de partículas finas en el extracto líquido.
- La **corriente de residuos sólidos** es una curva que va al interior del triángulo.
- Las líneas que conectan a la corriente de extractos líquidos en forma recíproca con la corriente de residuos sólidos se denominan líneas de enlace, denominados también como líneas de separación, unión, distribución, equilibrio, reparto, etc.

### a) Equilibrio de fases

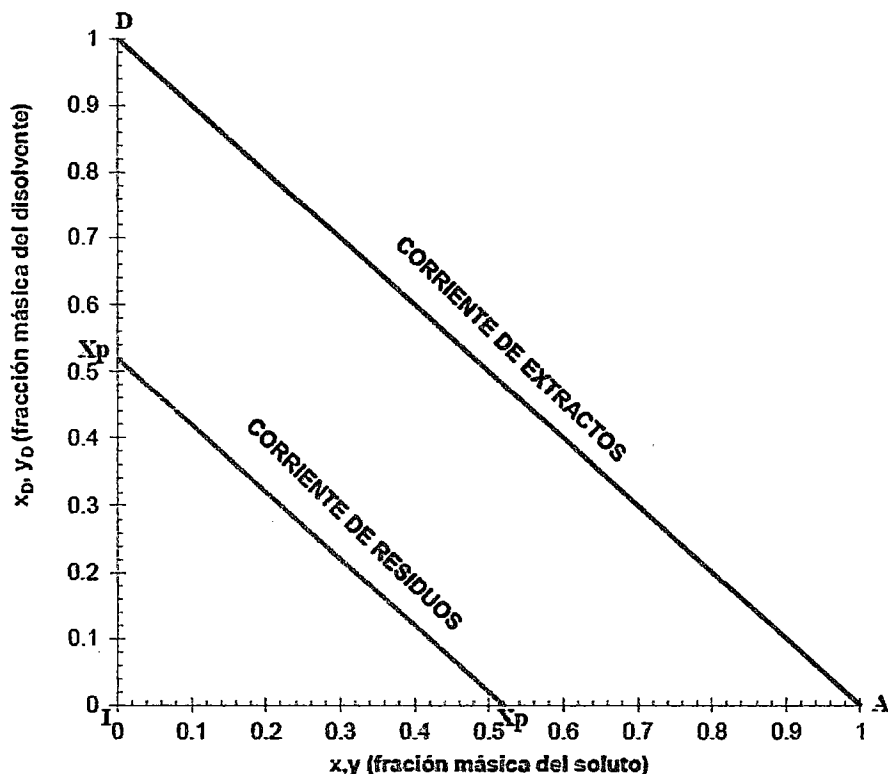
Para el caso de la lixiviación, se requiere conocer la interacción sólido – líquido, en el ámbito de la distribución de componentes en el estado de equilibrio, a través de la composición másica de los solubles ( $A$ ) y del disolvente ( $D$ ) distribuido entre ambas fases.

La caracterización y evaluación del estado sólido amorfo presenta ciertas dificultades, debido a que el grupo de sólidos solubles presentan muchas veces interacciones complejas y variadas con la estructura sólida, en función a su origen, especie, procedencia, etc., como puede ser en materiales minerales, en una semilla, en un tejido vegetal o animal, etc., que dificultan la evaluación predictiva directa; esta dificultad se manifiesta en que no existen sistemas o bases de datos pre-establecidos teóricamente para los casos de la lixiviación, como lo que sí ocurre en la termodinámica del equilibrio líquido - vapor (ELV) o equilibrio líquido - líquido (ELL). Por razón indicada, en la práctica industrial, existe la necesidad de recurrir a una evaluación experimental preliminar del contacto e interacción sólido - líquido, que permita definir las condiciones de distribución de componentes entre ambas fases, para conducir una operación de lixiviación bajo ciertas condiciones de operación, en las que previamente se deben definir y preestablecer las condiciones operativas como son el tamaño de partícula, tipo e hidrodinámica de contacto sólido – líquido, temperatura de operación, naturaleza y actividad del solvente, estado de separación mecánica de fases, etc.

A continuación se presentan las figuras de los casos específicos bajo las cuales se elaboran los diagramas de lixiviación.

## b) Solución retenida constante

Es una forma de representación bastante general y de evaluación rápida para la construcción de diagramas de lixiviación. Consiste en representar el diagrama de lixiviación bajo una relación de SOLUCIÓN RETENIDA por unidad de INSOLUBLES del tipo constante:  $k = \text{constante}$ , que gráficamente presenta a la corriente de residuos, que al ser trazado al interior del triángulo se presenta como una línea paralela a la hipotenusa del triángulo rectángulo.



**FIGURA 2.2:** Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo considerando la solución retenida constante.

Muchos casos de lixiviación se pueden aproximar bastante bien al caso de solución retenida constante, que también puede obtenerse como un valor medio de diversos valores experimentales evaluados en el residuo sólido bajo las condiciones de lixiviación, siempre que estos valores tengan una baja dispersión entre sí.

Para trazar la línea de corriente de residuos en el triángulo, se determina el punto de intersección con los catetos del triángulo rectángulo, denominado como el punto de intersección:  $X_p$ , cuyo cálculo en función de la solución retenida es:



$$\left. \begin{aligned} \frac{SR}{I} = K = \frac{m_A + m_D}{m_I} = \text{Constante} \\ x_p = \frac{k}{1 + k} \end{aligned} \right\} (2.1)$$

Donde:

SR	:	solución retenida
I	:	insolubles
m <sub>A</sub>	:	masa de solubles
m <sub>D</sub>	:	masa de disolvente

### c) Solución retenida no constante

Un nivel correctivo del caso anterior es considerar a aquellos sistemas de lixiviación en las que la SR/I se comporta de forma variable, vale decir que no tiene un valor constante. Este caso representa muy bien a algunos sistemas cercanos a la realidad, ello implica determinar experimentalmente el grado de retención de solución por la matriz sólida de insolubles durante la lixiviación. Tiene como una consideración especial de que, la concentración o composición de la solución retenida en el sólido residual es igual o idéntica a la concentración de su respectivo extracto líquido en el estado de equilibrio, denominado como contacto ideal o perfecto de fases; por lo tanto, todas las líneas de enlace o separación pasan también por el origen o ángulo recto del triángulo.

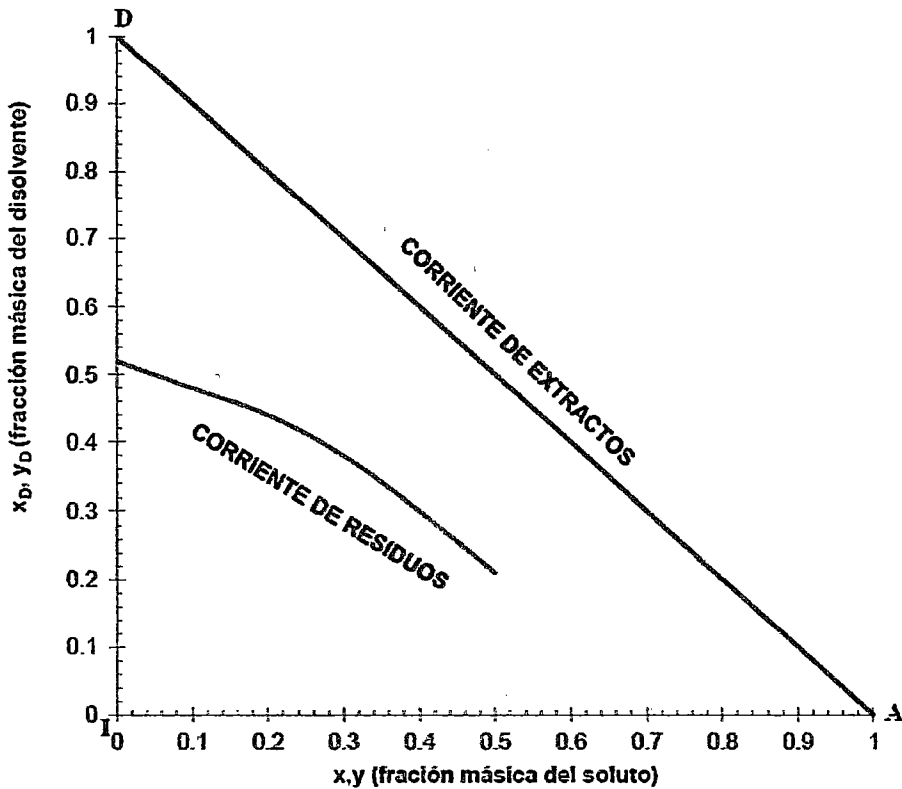
Cuando  $k$  es variable, la corriente de residuos ya no es una línea recta, adquiere una curvatura, y su representación deberá ser elaborada a partir de los resultados experimentales. La corriente de residuos es una función de la fracción másica del disolvente en función de la fracción másica del soluto en el residuo:  $x_D = f(x)$

Normalmente se puede tener información experimental de la composición en el extracto (que es igual al de la solución retenida para un contacto ideal o perfecto) en función a la solución retenida por unidad de insolubles, vale decir del tipo:  $y_i$  vs  $k_i$ ; entonces la función de la corriente de residuos se puede determinar con la siguiente expresión:



$$\begin{aligned}
 \text{Si: } y_i \text{ vs } k_i &\rightarrow x_i = \frac{y_i \cdot k_i}{1 + k_i} \\
 &x_{Di} = \frac{(1 - y_i)k_i}{1 + k_i}
 \end{aligned}
 \quad \left. \vphantom{\begin{aligned} \text{Si: } y_i \text{ vs } k_i &\rightarrow x_i = \frac{y_i \cdot k_i}{1 + k_i} \\ &x_{Di} = \frac{(1 - y_i)k_i}{1 + k_i} \end{aligned}} \right\} (2.2)$$

Luego, una gráfica de  $x_i$  vs  $x_{Di}$  en el diagrama triangular generará la corriente de residuos, que es una curva, cuyas líneas de enlace siempre se proyectarán por el origen del diagrama.



**FIGURA 2.3:** Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo con solución retenida variable.

**d) Interacción no ideal**

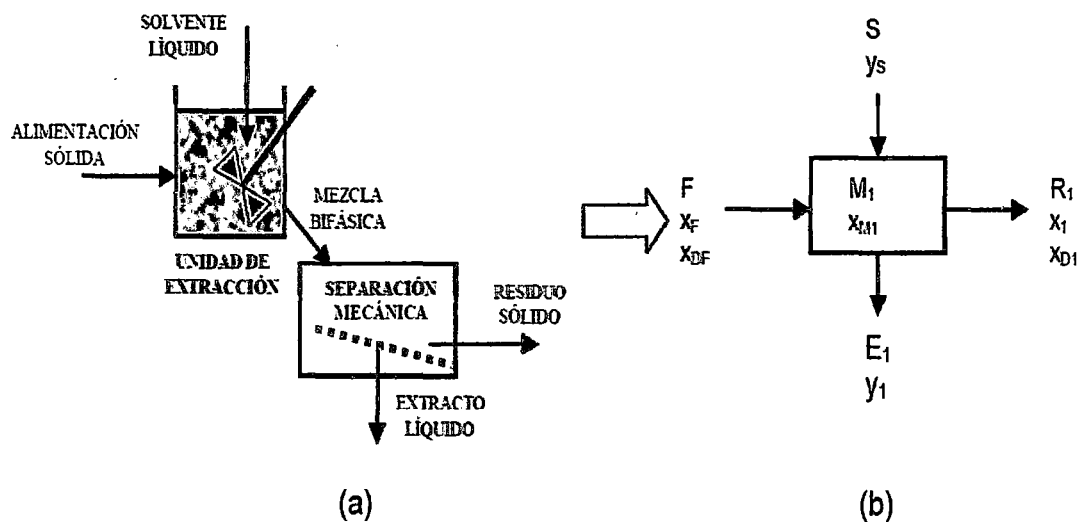
Existen algunos casos particulares en las que la solución retenida no presenta la misma composición que su respectivo extracto, debido a la interacción química y velocidad de solubilidad que presentan los materiales solubles contenidas en la matriz sólida, percibiéndose normalmente que la concentración de solubles en la solución retenida es algo mayor al de su respectivo extracto; este fenómeno repercute en una interacción no ideal entre el sólido y el líquido.

Cuando se percibe esta conducta, es necesario disponer mayor información

experimental sobre el análisis de componentes en ambas fases, cuyos resultados inclusive pueden provocar que la corriente de extractos no sea exactamente la hipotenusa, sino por el posible arrastre de partículas finas, podría ser representado por una curva al interior del triángulo cercana a la hipotenusa; mientras que, la corriente de residuos será otra curva al interior del triángulo. Lo más resaltante de este caso es que, las líneas de enlace o separación deben ser trazados necesariamente, porque al no ser ideales, no siempre pasan por el origen o ángulo recto del diagrama triangular, debiéndose interpolar entre dos líneas de enlace cualquier otra línea interna a dicha región.

### 2.1.6.2. Cálculos en la lixiviación en una sola etapa<sup>(id.13)</sup>

Una unidad o etapa de lixiviación simple se entiende a través del siguiente esquema de operación integrada, que puede trabajar en forma batch (por cargas) o a régimen pseudo continuo (estacionario).



**FIGURA 2.4:** Esquema físico y de bloque para una unidad de lixiviación en etapa simple.

Realizando el balance de materia en una unidad de lixiviación en etapa simple (figura 2.4b), se tiene:

$$\text{Global} \quad : \quad F + S = M_1 = E_1 + R_1 \quad (2.3)$$

$$\text{Solubles (A)} \quad : \quad F x_F + S y_S = M_1 x_{M1} = E_1 y_1 + R_1 x_1 \quad (2.4)$$

Disolvente (D):  $F x_{DF} + S(1 - y_S) = M_1 x_{DM1} = E_1(1 - y_1) + R_1 x_{D1}$  (2.5)

La concentración de la mezcla  $M_1$  es:

$$X_{M1} = \frac{F x_{DF} + S y_S}{M_1} = \frac{F x_{DF} + S y_S}{F + S}$$
 (2.6)

Los flujos del extracto y refinado se calculan con las siguientes expresiones:

$$E_1 = M_1 \left[ \frac{X_{M1} - X_1}{y_1 - X_1} \right]$$
 (2.7)

$$R_1 = M_1 - E_1 = M_1 \left[ \frac{y_1 - X_{M1}}{y_1 - X_1} \right]$$
 (2.8)

La representación gráfica se muestra en la figura 2.5

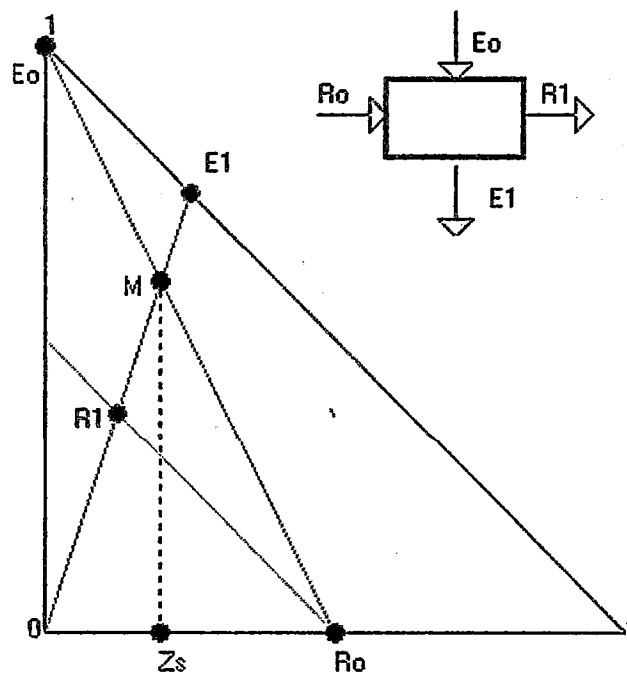


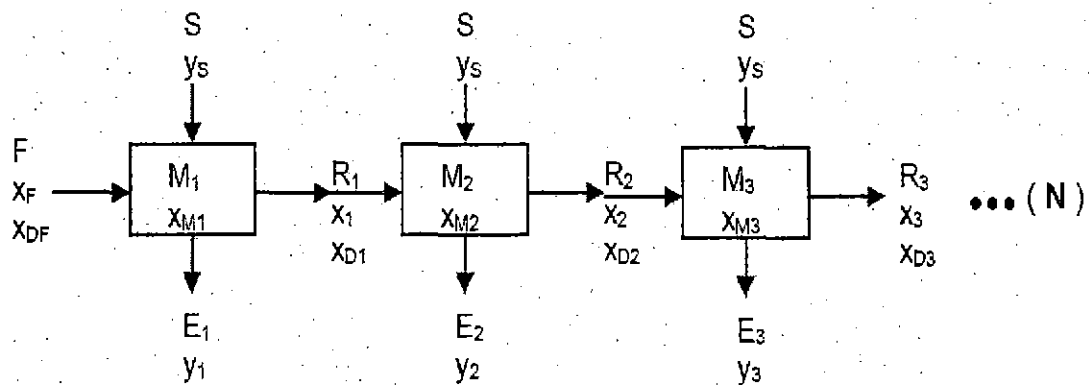
FIGURA 2.5: Solución gráfica de lixiviación en una sola etapa.

El porcentaje de recuperación o extracción, es la relación entre los sólidos solubles extraídos a partir del material sólido durante la lixiviación en etapa simple con respecto a los solubles totales contenidos inicialmente en dicho material, expresado en forma porcentual.

$$\%_{rec} = \left( \frac{F_{X_F} - R_1 X_1}{F_{X_F}} \right) * 100 = \left( \frac{E_1 y_1 - S y_s}{F_{X_F}} \right) * 100 \quad (2.9)$$

### 2.1.6.3. Cálculos en la lixiviación en corriente cruzada<sup>(id.13)</sup>

La lixiviación en corriente cruzada consiste en utilizar reiteradamente solvente líquido fresco en cada etapa de extracción o unidad, a manera de lavado sucesivo, hasta alcanzar algún grado de extracción, recuperación o eliminación de solubles a partir del sólido procesado, según sea el caso tratado. Una lixiviación o extracción sólido líquido en corriente cruzada se consigue con la interconexión de varias unidades simples en forma consecutiva, circulando cíclica y progresivamente la corriente sólida entre las etapas, utilizando solvente fresco para cada unidad, que puede ser en cantidades iguales o variante, tal como se indica en la siguiente figura:



**FIGURA 2.6:** Interconexión de etapas simples para una lixiviación en corriente cruzada.

El balance de materia para este sistema, se evalúa en forma progresiva a partir de la primera etapa hacia el final, es decir del 1 a N, tal que el número de etapas totales: N, se define de acuerdo a alguna condición operativa exigida en la batería de lixivadores, esto de acuerdo a la figura 2.6.

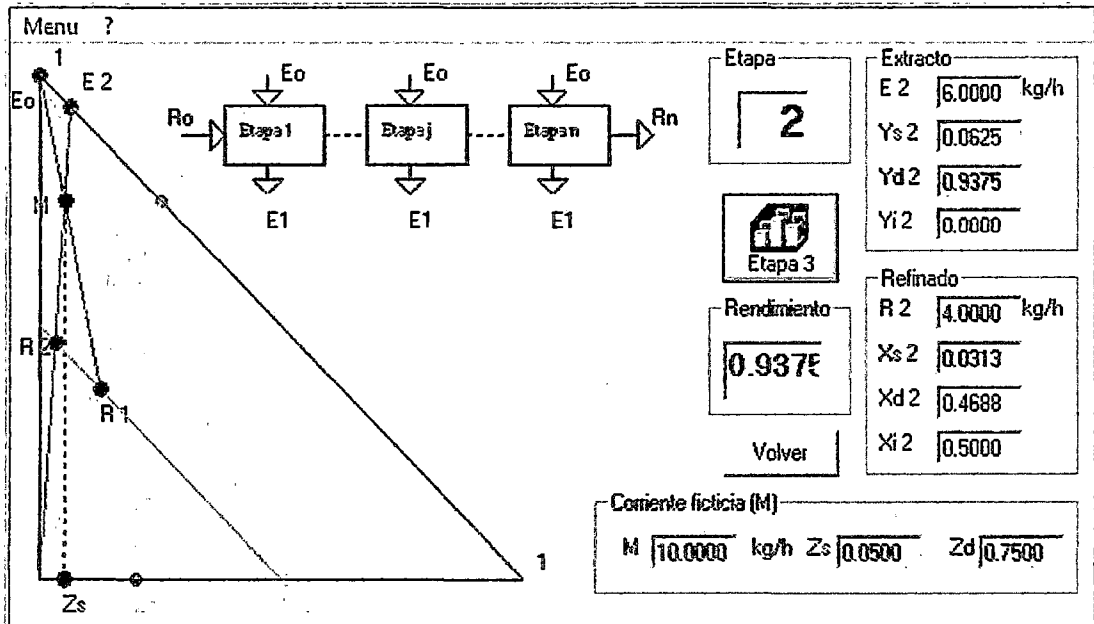
Balance de materia para la etapa N:

$$\text{Global} \quad : \quad R_{N-1} + S_N = M_N = E_N + R_N \quad (2.10)$$

$$\text{Solubles (A)} \quad : \quad R_{N-1} X_{N-1} + S_N y_{SN} = M_N X_{MN} = E_N Y_N + R_N X_N \quad (2.11)$$

$$\text{Disolvente (D)}: R_{N-1} X_{DN-1} + S_N(1 - y_{SN}) = M_N X_{DMN} = E_N(1 - Y_N) + R_N X_{DN} \quad (2.12)$$

En la siguiente figura se presenta el uso del diagrama de lixiviación para la solución del balance de materia en una lixiviación en corriente cruzada, interconectando las líneas de mezcla y separación desde la primera etapa hasta la última etapa (para 2 etapas).



**FIGURA 2.7:** Resolución gráfica consecutiva de las unidades de extracción en una lixiviación en corriente cruzada.

Los flujos del extracto y refinado se calculan con las siguientes expresiones:

$$X_{MN} = \frac{R_{N-1}X_{N-1} + S_N Y_{SN}}{R_{N-1} - S_N} \tag{2.13}$$

$$E_N = M_N \left[ \frac{X_{MN} - X_N}{y_N - X_N} \right] \tag{2.14}$$

$$R_N = M_N - E_N \tag{2.15}$$

Finalmente, se realiza un balance de materia acumulativo de todos los extractos:  $E_T$ , generados en la batería de lixivadores en corriente cruzada y su respectiva composición media para el soluto contenido en el extracto total:

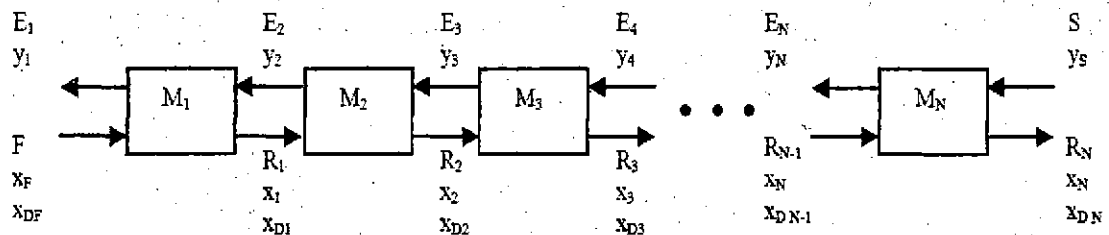
$$E_T = \sum E_i \quad ; \quad \hat{y} = \frac{\sum E_i y_i}{E_T} \tag{2.16}$$

Para la lixiviación en corriente cruzada, el porcentaje de recuperación en toda la batería de extractores es la relación entre los sólidos solubles totales extraídos en todos los extractos líquidos: desde la etapa 1 hasta N, con respecto a los solubles contenidos inicialmente en el material sólido alimentado, expresado en forma porcentual.

$$\%_{rec} = \left( \frac{F_{X_F} - R_N X_N}{F_{X_F}} \right) * 100 = \left( \frac{E_i y_i - S_i y_s}{F_{X_F}} \right) * 100 \quad (2.17)$$

#### 2.1.6.4. Cálculos en la lixiviación en contracorriente<sup>(6d.13)</sup>

La lixiviación de múltiples etapas en contracorriente se consigue utilizando una interconexión de etapas simples de tal manera que la corriente sólida circule en dirección opuesta a la corriente líquida (solvente), provocando un agotamiento progresivo de los solubles en la fase sólida, debido a la transferencia de estos hacia la corriente líquida y su concentración.



**FIGURA 2.8:** Esquema de una conexión de múltiples etapas para una lixiviación en contracorriente.

Se efectúa un balance de materia alrededor de todo el sistema o batería de lixivadores interconectados, tal que en la interacción de los tres componentes en el proceso de lixiviación: (A+D+I), se considera despreciable el arrastre de finos o insolubles (I) en el extracto, estableciéndose las siguientes tres ecuaciones independientes:

$$\text{Global} \quad : \quad F + S = E_1 + R_N \quad (2.18)$$

$$\text{Solubles (A)} \quad : \quad F_{X_F} + S_{y_s} = E_1 Y_1 + R_N X_N \quad (2.19)$$

$$\text{Disolvente (D)} \quad : \quad F_{X_{DF}} + S(1 - y_s) = E_1 (1 - Y_1) + R_N X_N \quad (2.20)$$

Para la lixiviación en contracorriente, el porcentaje de recuperación desarrollado en la

batería de extractores es:

$$\%_{rec} = \left( \frac{F_{XF} - R_N X_N}{F_{XF}} \right) * 100 = \left( \frac{E_1 y_1 - S y_s}{F_{XF}} \right) * 100 \quad (2.21)$$

#### 2.1.6.5. Eficiencia de las etapas<sup>(id.14)</sup>

Considérese una operación sencilla de lixiviación por lotes, en la cual el sólido se va a lixiviar con una cantidad de disolvente mayor que la necesaria para disolver todo el soluto soluble; en dicha operación el sólido no adsorbe de modo preferente ni al disolvente ni al soluto. Si se proporciona un tiempo adecuado de contacto entre el sólido y el disolvente, todo el soluto se disuelve; entonces, la mezcla es una suspensión de sólidos insolubles sumergidos en una solución de soluto en el disolvente. Luego, las fases insolubles se separan físicamente por sedimentación, filtración o drenado y toda la operación constituye una sola etapa. Si la separación mecánica del sólido y el líquido fuese perfecta, no habría soluto asociado con el sólido que sale de la operación y se habría logrado en una sola etapa de separación completa del soluto y del sólido insoluble. Ésta sería una etapa ideal, con una eficiencia de etapa del 100%.

En la práctica, la eficiencia de las etapas es generalmente bastante menor que ésa:

- Es posible que el soluto no se haya disuelto por completo debido a un tiempo insuficiente de contacto;
- Probablemente sea imposible realizar una perfecta separación mecánica del líquido-sólido, así que los sólidos que salen de la etapa siempre retendrán cierta cantidad de líquido y de soluto disuelto asociado.

Cuando el soluto es adsorbido en el sólido, la sedimentación o drenaje imperfectos darán una eficiencia menor de etapa, aunque se logre el equilibrio entre las fases líquidas y sólidas.

#### 2.1.7. Velocidad de lixiviación<sup>(id.15)</sup>

En la lixiviación de materiales solubles del interior de una partícula por acción de un disolvente, el proceso general consiste en los siguientes pasos: el disolvente se transfiere del volumen de solución a la superficie del sólido. Después, dicho disolvente



penetra o se difunde en el sólido. El soluto se disuelve en el disolvente. Entonces, el soluto se difunde a través de la mezcla de sólido y disolvente hasta la superficie de la partícula. Finalmente, el soluto se transfiere a la solución general. Los numerosos fenómenos que se presentan en este proceso hacen poco práctico y casi imposible aplicar una teoría definida a la acción de lixiviación.

En general, la velocidad de transferencia del disolvente de la solución general hasta la superficie del sólido es bastante rápida, y la velocidad hacia el interior del sólido puede ser rápida o lenta. Sin embargo, en la mayoría de los casos éstas no son las etapas que limitan a velocidad del proceso total de lixiviación. La transferencia de disolventes suelen ocurrir al principio, cuando las partículas se ponen en contacto con el disolvente; aun así, la disolución del soluto en el disolvente en el interior del sólido puede ser un simple proceso físico de disolución o una verdadera reacción química que libera al soluto para la disolución. El conocimiento del proceso de disolución es bastante limitado y el mecanismo puede ser diferente en cada caso.

La velocidad de difusión del soluto a través del sólido, y la del disolvente hasta la superficie del sólido suelen ser la resistencia que controla el proceso global de lixiviación y dependen de diversos factores. Si el sólido está constituido por una estructura inerte porosa, con el soluto y el disolvente localizados en los poros del sólido, la difusión a través del sólido poroso se puede describir como una difusividad efectiva. Se requieren entonces, la fracción de espacios huecos y la sinuosidad, para la difusión en sólidos porosos.

En sustancias biológicas o naturales hay complejidades adicionales debido a la presencia de células. En la lixiviación de rebanadas delgadas de remolacha de azúcar el proceso mecánico previo rompe, más o menos, una quinta parte de las células. Entonces la lixiviación del azúcar es similar a un proceso de lavado. En las células restantes, el azúcar se difunde al exterior a través de las paredes celulares. El resultado neto de ambos procesos de transferencia no sigue una ley de difusión simple con difusividad efectiva constante.

En el caso de la soya, los granos enteros no se pueden lixiviar con eficacia. La trituración con rodillos para obtener escamas pequeñas de los granos rompe las paredes

celulares, por lo que el disolvente penetra con mayor facilidad por acción capilar. La velocidad de difusión del soluto de aceite de soya desde las escamas de soya, impide una interpretación simple. Cierta método para diseñar extractores a gran escala se basa en experimentos de laboratorio con escamas.

La resistencia a la transferencia de masa del soluto desde la superficie sólida hasta el disolvente general, suele ser bastante pequeña en comparación con la resistencia a la difusión dentro del propio sólido. Esto se ha demostrado en la lixiviación de soya, donde el grado de agitación del disolvente externo no produce efectos apreciables sobre la velocidad de extracción.

### **2.1.8. Equipos de lixiviación**

La operación de lixiviación presenta una gran diversidad de equipos de extracción sólido líquido, que obedecen a diversos criterios de operación, capacidad de procesamiento, características del solvente, costos, entre otros factores; tal como es la diferencia entre una pila de lixiviación de minerales consistente en una gran “cancha” o depósito en terreno en la que se cargan los minerales por la cual se percola el disolvente de lixiviación, y un extractor Soxhlet para la lixiviación de aceites de semillas oleaginosas cerradas en un cartucho por la cual circula solvente hirviendo, ambos equipos que en esencia tienen el mismo fundamento de la lixiviación, presentan en su instalación física grandes diferencias incomparables. (íd.13)

Los equipos de lixiviación se pueden clasificar teniendo en cuenta su régimen operativo, la temperatura de operación, el tipo de contacto sólido líquido, etc. Estas diferentes formas se presentan a continuación.

#### **a) De acuerdo al régimen operativo:**

- Batch o por etapas (unidades o tanques de lixiviación)
- Semicontinuo (percolación a través de lechos sólidos)
- Continuo (de múltiples etapas o diferencial continuo)

#### **b) De acuerdo a la temperatura de lixiviación:**

- Ambiental

- Caliente
  - Ebullición
- c) **De acuerdo a la disposición de las partículas sólidas con respecto al solvente líquido:**
- Sólidos dispuestos en lecho fijo
  - Sólidos en dispersión/fluidización (con agitadores)
  - Sólidos en desplazamiento diferencial continuo (tornillos, bandas, etc)
- d) **De acuerdo al tipo de contacto sólido líquido:**
- Contacto de Etapa Simple
  - Contacto de Múltiples etapas en corriente cruzada
  - Contacto de Múltiples etapas en contracorriente
  - Contacto diferencial continuo
- e) **De acuerdo a la interacción química de los solubles con el solvente:**
- Lixiviación con solubilización física pura
  - Lixiviación con reacción química con el solvente (id.13)

Cabe mencionar que la descripción de la clasificación de acuerdo al tipo de contacto sólido líquido, es decir contacto de etapa simple, contacto de múltiples etapas en corriente cruzada y contacto de múltiples etapas en contracorriente, se encuentra en el ítem 2.1.6. Por lo tanto a continuación se desarrollará la clasificación de acuerdo al método de operación.

### **Según el método de operación**

Las operaciones de lixiviación se realizan por lotes o semilotes (estado no estacionario) y también en condiciones totalmente continuas (estado estacionario). En cada categoría se encuentran equipos del tipo de etapas y de contacto continuo. Se utilizan dos técnicas principales de manejo: la aspersion o goteo del líquido sobre el sólido y la completa inmersión del sólido en el líquido. En cualquier caso, la elección del equipo que se va a utilizar depende bastante de la forma física de los sólidos y de las



dificultades y costo de manejo. En muchos casos, esto ha llevado al uso de equipos muy especializados en ciertas industrias. (id.14)

Existen varios métodos generales de operación para realizar la lixiviación en sólidos. Las operaciones se pueden llevar a cabo tanto en condiciones de estado no estacionario o por lotes, como continuas o en estado estacionario. También se pueden usar equipos de tipo continuo o por etapas, ya sea para la operación en estado estacionario o no estacionario.

Los sólidos triturados suelen lixiviarse por percolación a través de lechos sólidos, estacionarios en recipientes con fondos perforados, para permitir el drenaje del disolvente. Los sólidos no deben ser demasiado finos, pues habría una alta resistencia al flujo. Algunas veces se colocan varios tanques en serie, que constituyen una batería de extracción, y se agrega disolvente nuevo al sólido que está casi extraído. Los tanques pueden ser de tipo abierto o bien cerrado, en cuyo caso se llaman difusores. El disolvente fluye a través de los tanques en serie, y se extrae del tanque más recientemente cargado, lo que simula una operación continua a contracorriente. Después de que un tanque ha sido lixiviado por completo, se añade carga nueva al tanque del otro extremo, a través de tuberías múltiples, de manera que no hay necesidad de mover los tanques para la operación a contracorriente.

En otros procesos, las partículas de sólido triturado se desplazan en forma continua por medio de transportadores de cangilones o con alimentadores de tornillo. El disolvente fluye a contracorriente al lecho móvil.

Los sólidos finamente molidos pueden lixiviarse en recipientes con agitación o en espesadores. El proceso puede ser de tipo de estado no estacionario por lotes, o bien, los recipientes se pueden colocar en serie para obtener un proceso a contracorriente por etapas. (id.15)

#### **A. Operación en estado no estacionario**

Las operaciones en estado no estacionario incluyen aquellas en que los sólidos y los líquidos se ponen en contacto únicamente en forma de lotes y también aquellas en que un lote del sólido se pone en contacto con una corriente que fluye continuamente del

líquido (método por semilotes). Las partículas sólidas gruesas generalmente se tratan en lechos fijos mediante métodos de percolación, mientras que los sólidos finamente divididos, que pueden mantenerse más fácilmente en suspensión, pueden dispersarse en todo el líquido con la ayuda de algún tipo de agitador.

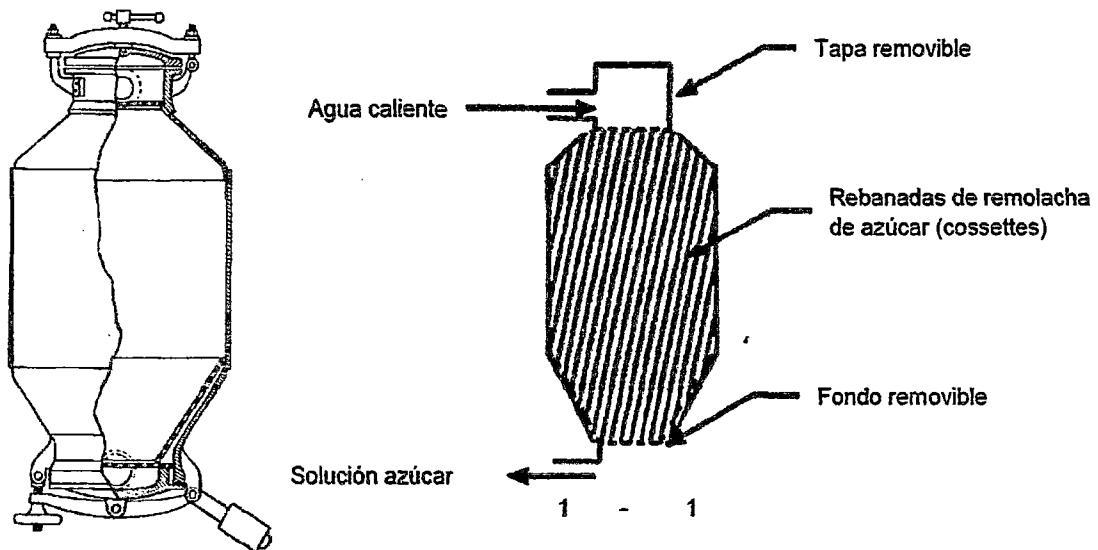
### ➤ Lixiviación en tanques de percolación

Los sólidos de tamaño intermedio pueden lixivarse adecuadamente con métodos de percolación en tanques abiertos. La construcción de estos tanques varía bastante, según la naturaleza del sólido y del líquido que se van a manejar y el tamaño de la operación, pero son relativamente baratos. Los tanques pequeños frecuentemente se hacen de madera, siempre y cuando este material no sea atacado químicamente por el líquido de lixiviación. Las partículas sólidas por lixiviar descansan sobre un fondo falso, que en la construcción más sencilla consiste en una rejilla de tiras de madera colocadas en forma paralela unas con respecto a otras y lo suficientemente cercanas para sostener al sólido. Éstas, a su vez, pueden descansar sobre tiras similares colocadas en ángulos rectos, separadas 150 mm o más, de forma que el licor de lixiviación pueda fluir hasta un conjunto de tuberías que llevan al fondo del tanque. Para sostener partículas muy finas, la rejilla de madera puede cubrirse mediante una estera de coco y un filtro de lona muy tenso y sujeto con una cuerda metida en una ranura alrededor de la periferia del fondo falso. Los tanques pequeños también pueden hacerse completamente de metal, con fondos falsos perforados, sobre los cuales se coloca una tela filtro, como en la lixiviación de productos farmacéuticos a partir de plantas. Los tanques de percolación muy grandes (45 por 34 por 5,5 m de profundidad) para la lixiviación de minerales de cobre, se han fabricado de concreto reforzado revestidos con cemento de plomo o bituminoso. Los tanques pequeños pueden tener puertas laterales cerca del fondo para extraer el sólido lixiviado, mientras que los tanques muy grandes generalmente se vacían excavando desde la parte superior. Los tanques deben llenarse con sólidos cuyo tamaño de partícula sea lo más uniforme posible; de esta manera, el porcentaje de huecos será mayor y menor la caída de presión requerida para el flujo del líquido de lixiviación. Esto también induce la uniformidad del grado de lixiviación de cada partícula sólida y una dificultad menor ocasionada por el acanalamiento del líquido que podría pasar a través de un número limitado de pasajes a través del lecho de sólidos. (id.14)

La lixiviación de un lecho estacionario de sólido se realiza en un tanque con un falso perforado para soportar el sólido y permitir la salida del disolvente. Los sólidos se cargan en el tanque, se rocían con disolvente hasta reducir su contenido de soluto a un valor económicamente mínimo y luego se vacían. En algunos casos la velocidad de disolución es tan rápida que es suficiente un solo paso del disolvente a través del material. (16)

Cuando la caída de presión para el flujo del líquido es demasiado grande para el flujo por gravedad, se deben utilizar tanques cerrados y bombear el líquido a través del lecho de sólido. Algunas veces estos tanques reciben el nombre de “difusores”. Los tanques cerrados también son necesarios para evitar las pérdidas por evaporación cuando el disolvente es muy volátil o cuando se desean temperaturas superiores al punto normal de ebullición del disolvente. Por ejemplo, algunos taninos se tratan por lixiviación con agua a 120 °C, 345 kN/m<sup>2</sup> (50 psi) de presión en tanques cerrados de percolación. (id.14)

Este equipo se usa en la industria del azúcar de remolacha, en la extracción de taninos de corteza curtiente, en la extracción de productos farmacéuticos de cortezas y semillas, y en otros procesos.



**FIGURA 2.9:** Aparato típico de lecho fijo para la lixiviación de azúcar de remolacha.

En la figura 2.9 se muestra un extractor o difusor típico de lecho fijo para la lixiviación de azúcar de remolacha. La tapa se puede quitar para que sea posible introducir al

lecho las rebanadas de remolacha, a las que se llama cassetes. El flujo o disolvente empleado para lixiviar el azúcar del lecho es agua de 344 K (71 °C) a 350 K (77 °C). (íd.15)

### ➤ Lixiviación en tanques con agitación

Los sólidos que forman lechos impermeables, bien antes o durante la lixiviación, se tratan dispersándolos mediante agitación mecánica en un tanque o mezclador de flujo. El residuo lixiviado se separa después de la disolución concentrada por sedimentación o filtración. De esta forma se pueden lixiviar pequeñas cantidades de material por cargas en un tanque agitado, con una salida en el fondo para retirar el residuo sedimentado. (íd.16)

Estos aparatos se operan por lotes y proporcionan una sola etapa de lixiviación. Se pueden utilizar solos, pero con frecuencia también se utilizan en baterías colocadas para la lixiviación a contracorriente. Tanques de lixiviación por lotes con agitación se muestra en la figura 2.10.

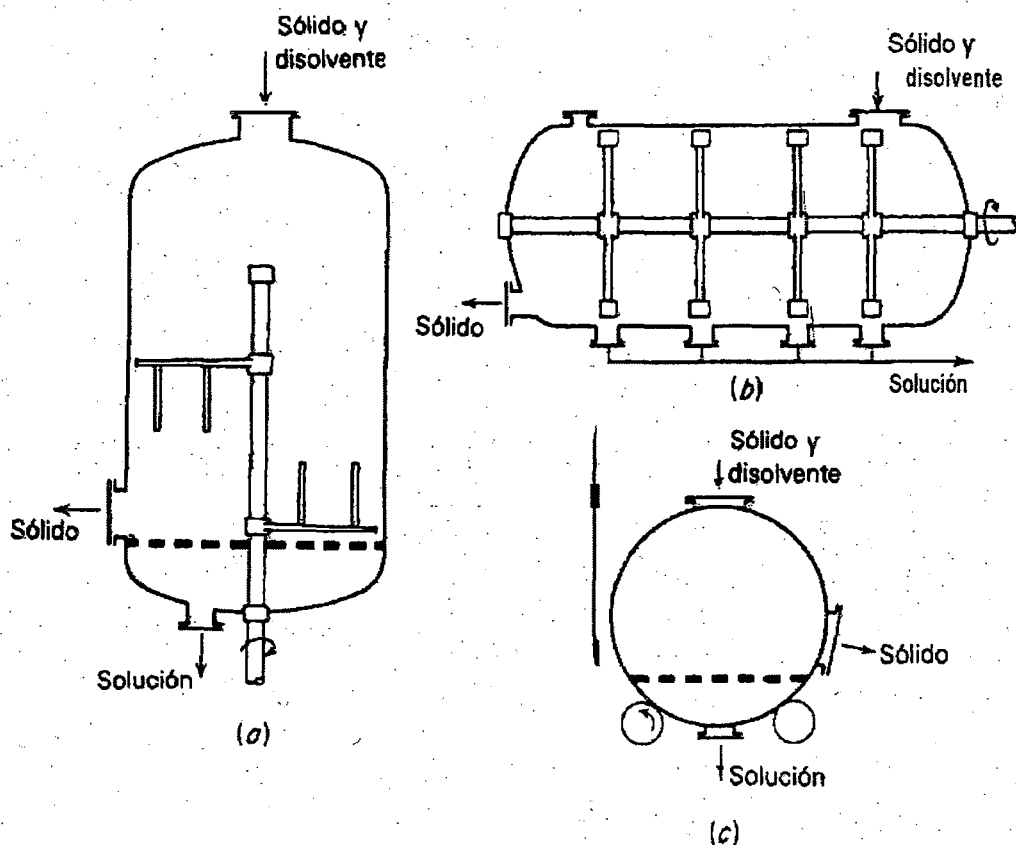


FIGURA 2.10: Tanques de lixiviación por lotes con agitación.

El acanalamiento del disolvente en la percolación o en la lixiviación mediante filtros prensa de lechos fijos, y su lenta e incompleta lixiviación subsecuente, pueden evitarse mediante la agitación del líquido y el sólido en tanques de lixiviación. Para sólidos gruesos, se han diseñado muchos tipos de tanques con agitación. En estos casos, los tanques cilíndricos cerrados se colocan en forma vertical (figura 2.10.a) y se les ponen remos o agitadores sobre ejes verticales, lo mismo que fondos falsos para el drenado de la solución de lixiviación al final del proceso. En otros casos, los tanques son horizontales, como en la figura 2.10 b, con el agitador colocado sobre un eje horizontal. En algunos casos, un tambor horizontal es el tanque de extracción y el sólido y el líquido se golpean dentro mediante la rotación del tambor sobre rodillos, como en la figura 2.10 c. (id.14)

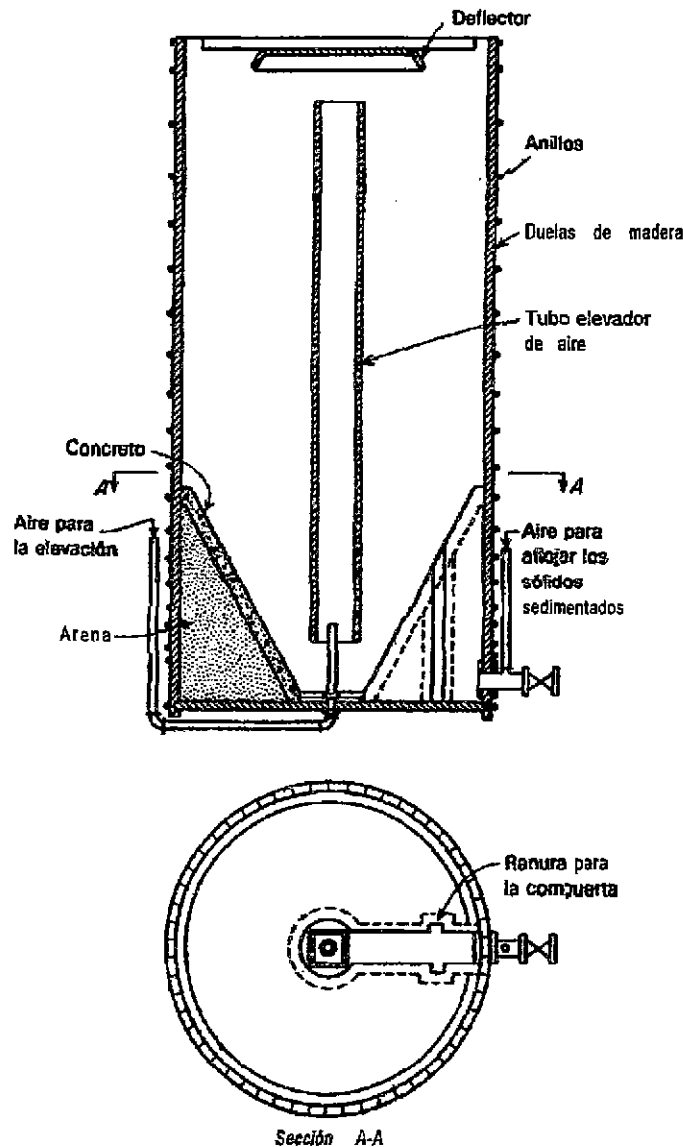


FIGURA 2.11: Tanque Pachuca.



Los sólidos finamente divididos se pueden suspender en los disolventes de lixiviación por agitación; para la operación por lotes se utiliza una gran variedad de tanques con agitación. El más sencillo es el tanque Pachuca (Figura 2.11) que se ha usado ampliamente en las industrias metalúrgicas. Estos tanques pueden construirse de madera, metal o concreto y pueden cubrirse con un metal inerte como plomo, según la naturaleza del líquido de lixiviación. La agitación se lleva a cabo pasando aire a través de la suspensión: las burbujas de aire ascienden a través del tubo central y causan el flujo ascendente de líquido y del sólido suspendido en el tubo; en consecuencia, provocan la circulación vertical del contenido del tanque. (íd.14)

### **B. Operación en estado estacionario**

El equipo para las operaciones en estado estacionario continuo puede clasificarse en dos grandes categorías principales: operado por etapas o en contacto continuo.

Algunas veces, el equipo por etapas puede montarse en unidades múltiples, para producir efectos de varias etapas; el equipo de contacto continuo puede proporcionar el equivalente a muchas etapas en un único aparato.

Cabe mencionar que se puede realizar la operación de lixiviación durante el molido puesto que como ya se indicó, muchos sólidos deben ser molidos para que las porciones solubles sean accesibles a los disolventes de lixiviación; además, si se practica el molido húmedo continuo, parte de la lixiviación puede lograrse en ese momento. Por ejemplo, del 50 al 75% del oro soluble puede disolverse mediante la molienda del mineral en presencia de una solución de cianuro. En forma similar, las semillas de ricino se muelen en un molino por frotación con un disolvente para el aceite de ricino. El líquido y el sólido fluyen a través de un molino en paralelo y, en consecuencia, tienden a alcanzar su concentración en el equilibrio. Por lo tanto, estas operaciones son lixivaciones en una sola etapa y generalmente se completan mediante operaciones de agitación o lavado adicionales, como se describirá posteriormente. (íd.14)

#### **➤ Lixiviación en tanques con agitación**

Los sólidos finamente molidos que son fáciles de suspender en líquidos por medio de

la agitación, pueden lixivarse continuamente en cualquiera de los muchos tipos de tanques con agitación. Éstos pueden utilizarse para el flujo continuo del líquido y del sólido en y fuera del tanque y deben diseñarse con cuidado para que no haya acumulación del sólido. Debido al mezclado completo que se obtiene de ordinario, estos aparatos funcionan en una sola etapa; además, el líquido y el sólido tienden a alcanzar el equilibrio en el tanque.

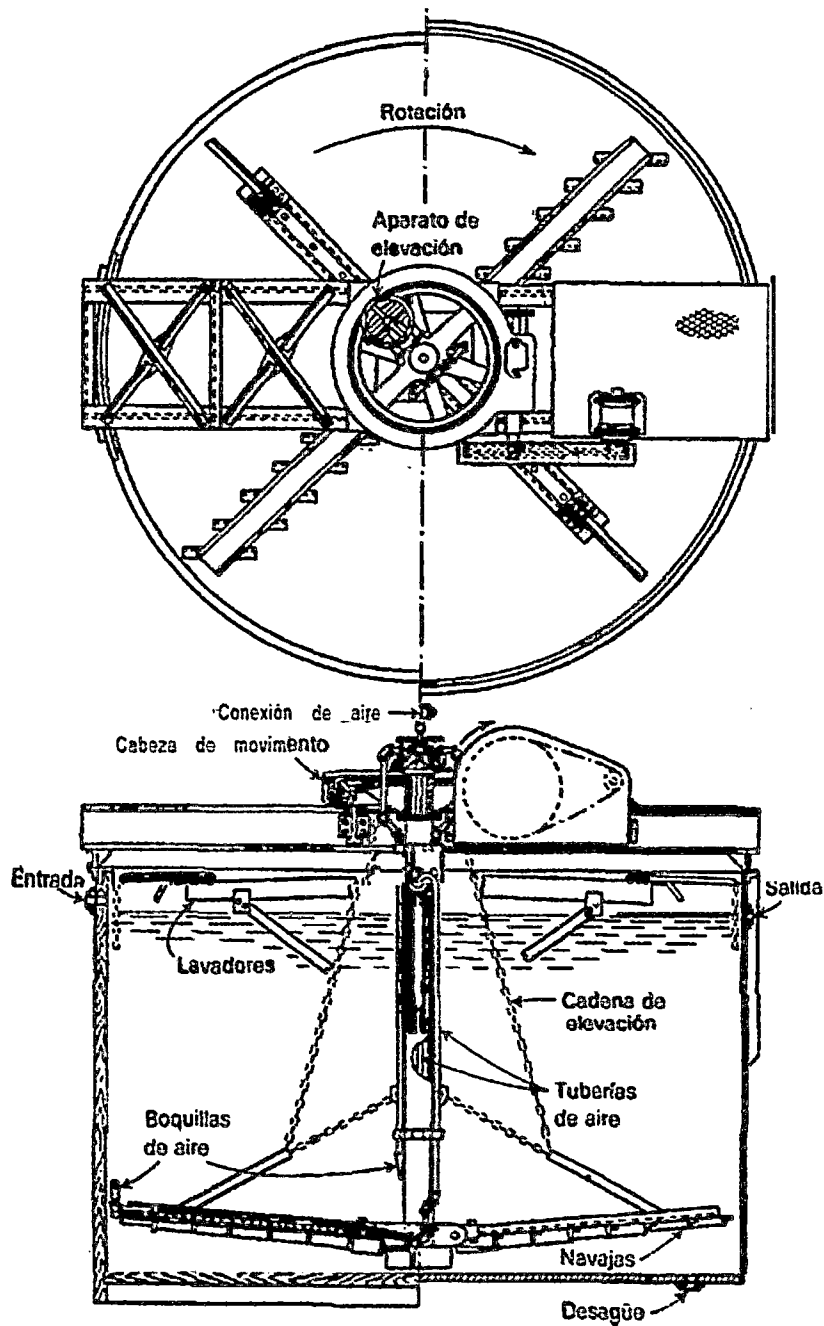


FIGURA 2.12: Agitador de Dorr (Dorr-Oliver, Inc.).

Pueden utilizarse los tanques agitados mecánicamente, para los cuales es probable, que el agitador de tipo de turbina sea generalmente el más adecuado. Los tanques Pachuca se utilizan frecuentemente en las industrias metalúrgicas. El agitador de Dorr (Figura 2.12) utiliza tanto el principio de transporte de material con aire como el raspado mecánico de los sólidos; es muy usado tanto en la industria metalúrgica como química para la lixiviación continua y el lavado de sólidos finamente divididos. (id.14)

Cuando el sólido se puede moler hasta cerca de 200 mallas (0,074 mm), es posible mantenerlo en suspensión aplicándole agitación, y lograr una lixiviación continua a contracorriente, colocando varios agitadores en serie con tanques de sedimentación o espesadores entre cada agitador.

Algunas veces, los propios espesadores se usan como combinación de contactor-agitador y sedimentador, como se muestra en la figura 2.13 En este sistema a contracorriente en etapas, el disolvente se añade al espesador de la primera etapa; entonces, el líquido transparente sedimentado sale de una etapa para fluir hacia la siguiente. La alimentación de sólidos entra en la última etapa, donde se pone en contacto con disolvente de la etapa anterior, para pasar al sedimentador. (id.15)

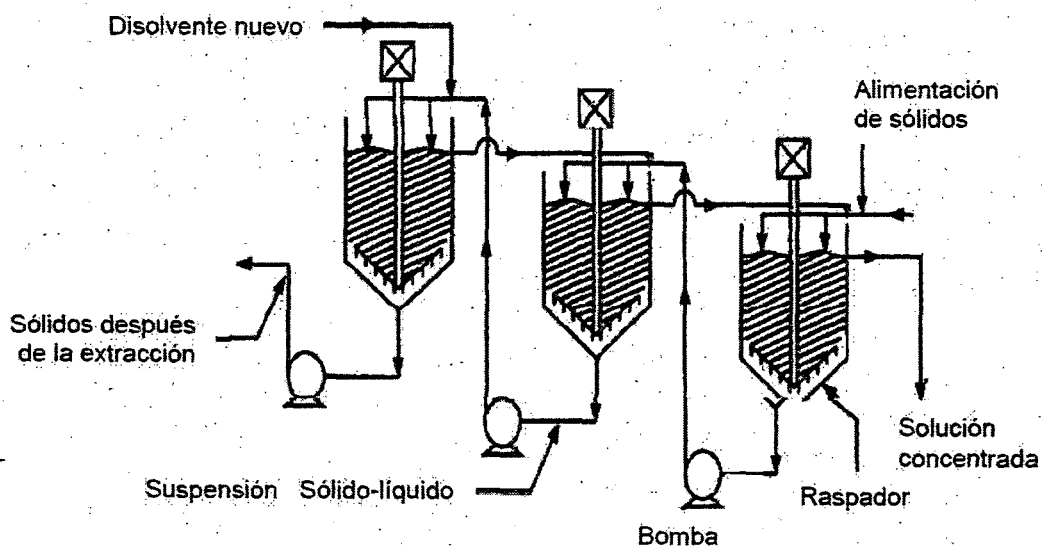
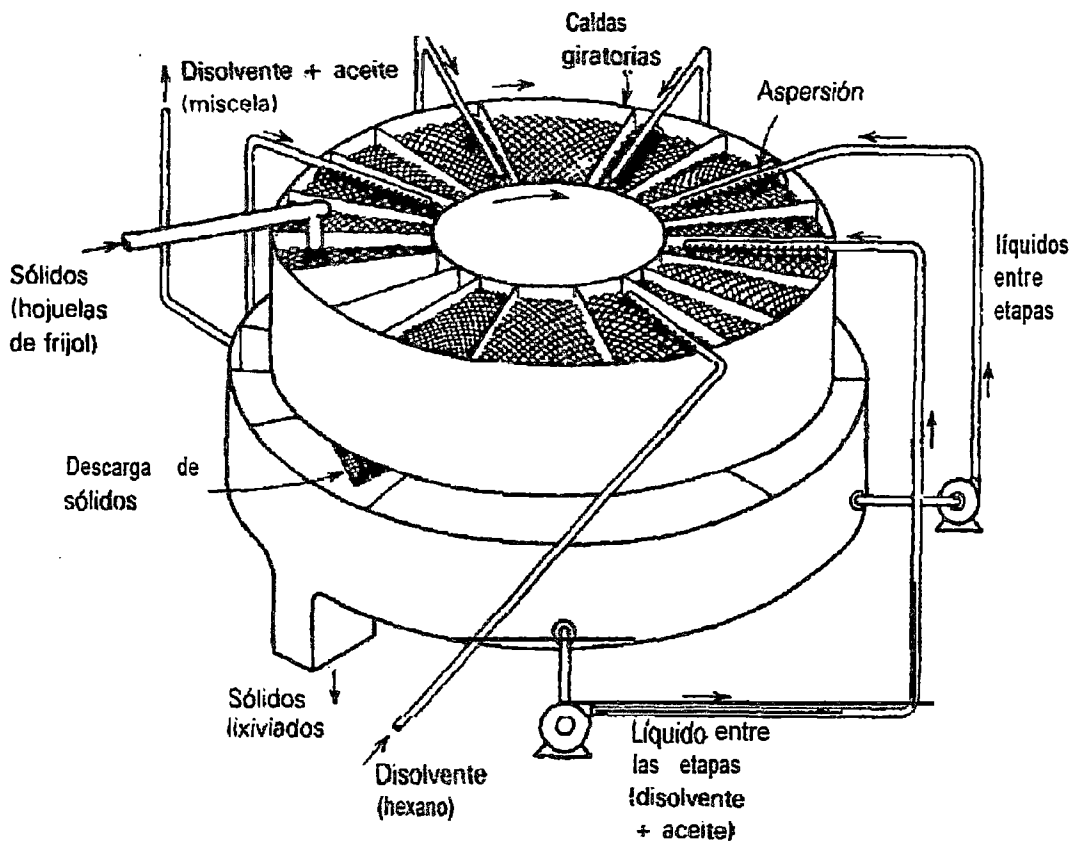


FIGURA 2.13: Lixiviación a contracorriente usando espesadores.

### ► Lixiviación con el equipo Rotocel

Las semillas de algodón, soya, semillas de lino, cacahuates, salvado, ricino y muchos

otros productos similares, con frecuencia sufren la acción de lixiviación, o extracción, con disolventes orgánicos que separan los aceites vegetales que contienen. Las semillas generalmente deben prepararse en forma especial para obtener la mejor lixiviación; esto puede emitir el descascarar, precocinar, el ajuste del contenido de humedad (agua) y el prensado o formación de hojuelas. Algunas veces, una parte del aceite se elimina inicialmente en forma mecánica mediante expulsión o prensado. Generalmente, los disolventes de lixiviación son naftas de petróleo, para muchos aceites una fracción muy cercana al hexano; los hidrocarburos clorados dejan un residuo demasiado tóxico para el alimento lixiviado y no puede utilizarse para la alimentación animal. La solución aceite-disolvente, que por lo general contiene una pequeña cantidad de sólidos suspendidos, finamente divididos, se conoce como “miscela” y los sólidos lixiviados como “marca”. En esta industria, los diferentes aparatos de lixiviación generalmente se conocen como “extractores”. (id.14)



**FIGURA 2.14:** Arreglo esquemático del Rotocel.

El equipo que se utiliza es el Rotocel, en donde los tanques de lixiviación se mueven continuamente, de forma que permiten la introducción y descarga continua de los sólidos. En la figura 2.14 se encuentra una representación esquemática del aparato,

simplificado para mostrar cómo funciona. Un rotor circular que contiene 18 celdas, cada una con un fondo de pantalla para sostener los sólidos, gira lentamente alrededor de un tanque estacionario con compartimientos. Al girar el rotor, cada celda pasa a su vez debajo de un aparato especial para alimentar las semillas preparadas y bajo una serie de aspersores mediante los cuales cada una se empapa con el disolvente para la lixiviación. Después de casi una vuelta, el contenido lixiviado de cada celda se arroja automáticamente a uno de los compartimientos inferiores estacionarios, de los cuales se sacan continuamente. (id.14)

### ➤ Lixiviación con el equipo de Kennedy

184923

El extractor de Kennedy es un arreglo moderno que se muestra en forma esquemática en la figura 2.15. Es otro aparato por etapas que se había utilizado desde 1927, para la lixiviación de taninos en la corteza de roble. Ahora se utiliza para las operaciones de lixiviación de los aceites de semillas y otras operaciones de lixiviación química. Los sólidos se lixivian en una serie de tinajas y se empujan de una a otra mediante unos remos para formar una cascada, mientras que el disolvente fluye a contracorriente. Unas perforaciones en los remos permiten el drenado de los sólidos entre etapas; los sólidos se desprenden de cada remo (por raspado), tal como se muestra. En una cascada se pueden colocar tantas tinajas como sea necesario. (id.14)

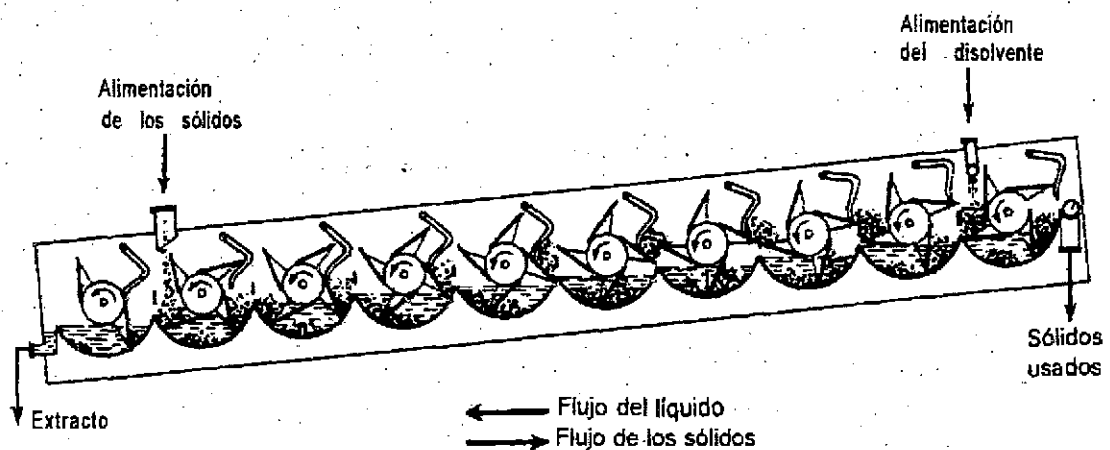
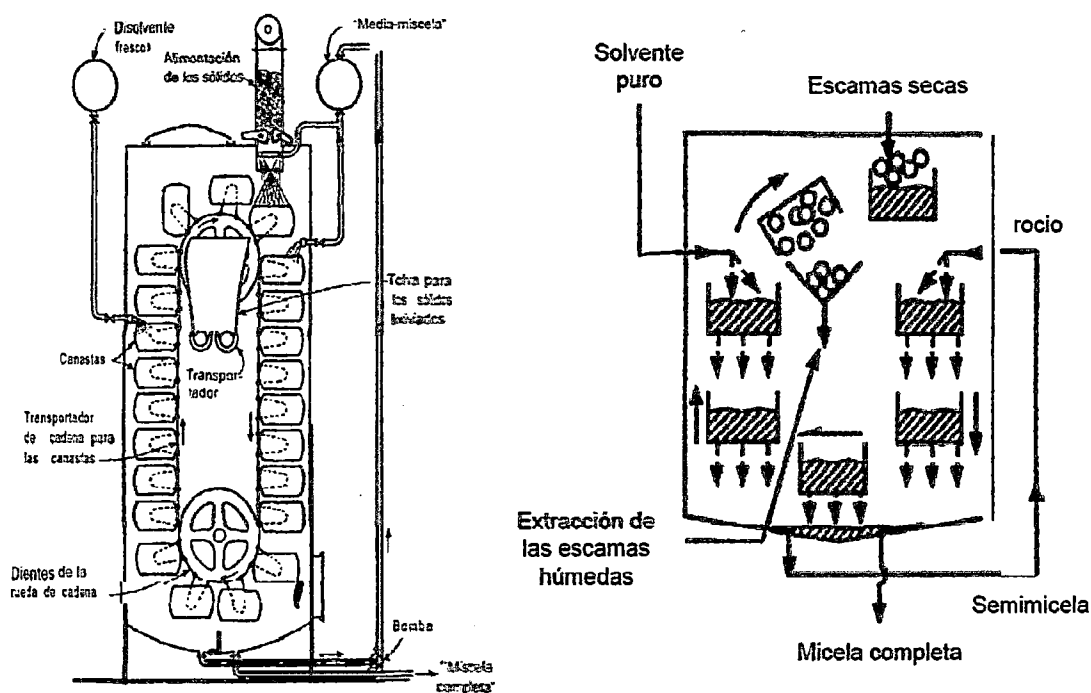


FIGURA 2.15: Extractor de Kennedy.

### ➤ Lixiviación con el equipo de Bollman

Existen varios dispositivos para lixiviar a contracorriente en etapas, en los cuales el

lecho o etapa es móvil en lugar de fijo. Estos procesos son útiles en la extracción de aceite a partir de semillas vegetales, como la de algodón, cacahuate, y soya. Por lo general, primero se procede a quitar la cáscara a la semillas, algunas veces se precocinan, generalmente se secan y después se trituran a escamas con rodillos. En ocasiones, se procede a una extracción preliminar de aceite por compresión. Los disolventes suelen ser productos derivados del petróleo, como el hexano. La solución final de disolvente y vegetal, que se llama micela, puede contener algunos sólidos finos en suspensión. (id.15)



**FIGURA 2.16:** Equipo para lixiviación con lecho móvil: extractor de cangilones tipo Bollman.

Tal como muestra en la figura 2.16, en el extremo superior de la máquina los canjilones se cargan con sólidos troceados, tales como habas de soja y se rocían con una cantidad apropiada de miscela intermedia a medida que descenden. La miscela intermedia es una disolución del disolvente que contiene algo de aceite extraído y de pequeñas partículas sólidas. A medida que los sólidos y el disolvente descenden en corrientes paralelas por la parte derecha de la máquina, el disolvente va extrayendo más aceite de las habas. Al mismo tiempo los sólidos finos se separan del disolvente por filtración, de forma que la miscela total se puede bombear desde el fondo derecho de la carcasa. A medida que las habas parcialmente extraídas ascienden por la parte izquierda de la

máquina, una corriente de disolvente puro percola a través de ellas en contracorriente y después se bombea desde el colector izquierdo hasta el tanque de almacenamiento de la mezcla intermedia. Las habas totalmente extraídas se vacían de los canjilones en la parte superior del elevador en una tolva, de donde se retiran mediante un transportador de paletas. La capacidad de unidades típicas es de 50 a 500 toneladas de habas durante 24 horas. (id.16)

Hay muchas variantes de este aparato; por ejemplo, el arreglo horizontal de la figura 2.17.

Los filtros de charola inclinada continuos y los filtros horizontales también se emplean por lo común. En la figura 2.18 se muestra una disposición típica del diagrama de flujo para un filtro horizontal. El filtro, en forma de un volante circular, está dividido en varios sectores y gira en el plano horizontal. Las semillas preparadas se mezclan con el disolvente que ya se había utilizado para la lixiviación y la suspensión se manda al filtro. El primer filtrado se pasa de nuevo a través de la torta de filtración, para separar los sólidos muy finamente divididos (pulido) antes de que aquel sea descargado como miscela. (id.14)

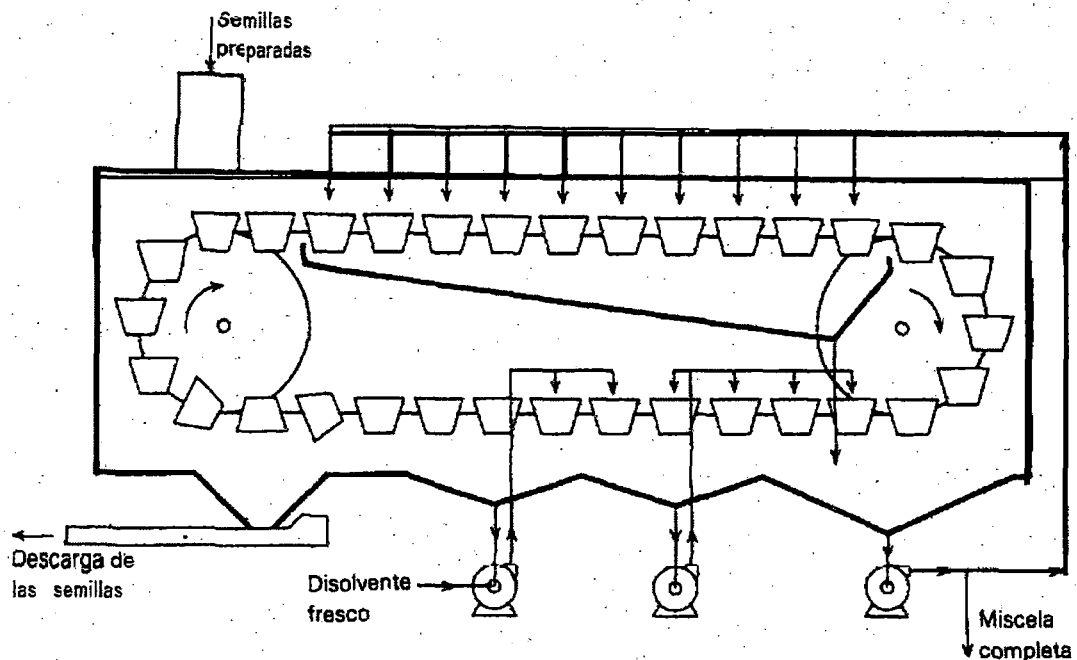
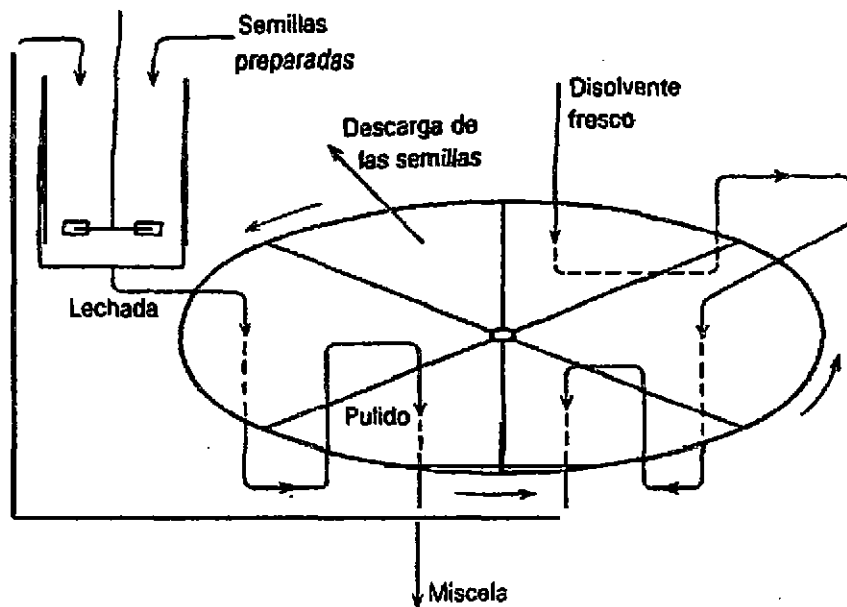


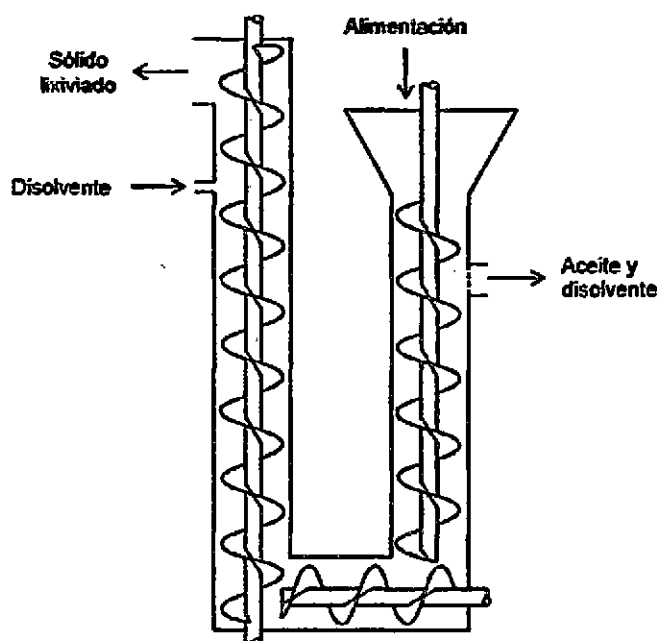
FIGURA 2.17: Extractor horizontal continuo (esquemático).



**FIGURA 2.18:** Diagrama de flujo para la lixiviación en filtro horizontal.

➤ **Lixiviación con el equipo de Hildebrandt**

El extractor de Hildebrandt de la figura 2.19 consiste en tres transportadores de tornillos en forma de U. Los sólidos se cargan en la parte superior derecha, se transportan hacia abajo, a través de la zona inferior, y después, hacia arriba por el otro ramal. El disolvente fluye a contracorriente. (id.15)



**FIGURA 2.19:** Equipo para lixiviación con lecho móvil: extractor con transportador de tornillo tipo Hildebrandt.



## 2.2. EL MAÍZ MORADO

El maíz morado es un conjunto de variedades de *Zea mays* que poseen un fruto (inflorescencia) de color morado. Crecen en los Andes del Perú, Bolivia y Argentina, dispersos y cultivados también en las costas del territorio peruano, desde mucho antes de los Incas.

Desde la época precolombina, es el cereal de mayor importancia como producto básico en la alimentación, como originario del continente americano. En Perú, el maíz morado se desarrolla entre los 1 200 a más de 4 000 m.s.n.m con muchos contrastes debido a los variados microclimas que se presentan en la cordillera de Los Andes.

Existen diferentes variedades de maíz morado todas derivadas de un línea más ancestral denominada "Kulli".

Dentro de su composición se encuentra las antocianinas, pigmento natural muy requerida en la industria alimentaria, que en los últimos años ha generado un gran interés, sobre todo en los países desarrollados, donde se restringe el uso de colorantes artificiales o sintéticos. (17)

### 2.2.1. Origen del maíz.

El origen de la planta de maíz continúa siendo un misterio, por más que los estudiosos se estén esforzando por aclararlo desde diferentes puntos de vista. Únicamente se puede asegurar que fue el alimento básico de las culturas americanas muchos siglos antes que los europeos llegaran al Nuevo Mundo. (18)

El Perú es el mayor consumidor de los productos obtenidos del maíz negro como por ejemplo la mazamorra morada, la principal materia prima para la elaboración de la misma son los pigmentos morado extraídos. Sus conocimientos vienen desde la época de la colonia, aquí los agricultores de los valles andinos clasificaron este maíz a partir de la raza kulli, este maíz corresponde al género *Zea*, especie *mays L.*, grupo amilaceaest. (19)

### 2.2.2. Color del maíz morado

La coloración morada que presentan las plantas, corontas y pericarpio de los granos del maíz nativo, son el resultado del complejo trabajo realizado por muchos genes ubicados en diferentes cromosomas, lo que da como resultado la formación de pigmentos antocianicos de diferente color, los mismos que al combinarse forman el color morado (combinación de pigmentos rojos y azules). (20)

### 2.2.3. Clasificación taxonómica del maíz morado

La clasificación taxonómica del maíz morado se muestra en la siguiente tabla:

**TABLA 2.1:** Clasificación taxonómica del maíz morado.

Reino	:	Vegetal
División	:	Fanerógamas
Subdivisión	:	Angiospermas
Clase	:	Monocotiledóneas
Orden	:	Graminales
Familia	:	Gramideae
Género	:	<i>Zea</i>
Especie	:	<i>Zea mays L.</i>

*Fuente: Manrique, 1997.*

### 2.2.4. Descripción botánica

Los especímenes típicos del maíz negro se encuentran desde los 1 200 a 2580 msnm, tienen granos redondos con pericarpio rojo, morado, estrechamente agrupados para dar la apariencia de un racimo de uvas. Las mazorcas son de tamaño medio, de formas cónicas a ovales con ocho a catorce hileras en espiral. Color rojizo a púrpura en toda la tusa, incluidas las lemas, las glumas y la medula. (21)

En la figura 2.20 se puede observar la morfología de la planta de maíz.

#### 2.2.4.1. Raíz

La raíz primaria, es decir, la que se desarrolla en la germinación tiene corta duración.

En la planta adulta todo el sistema radicular es adventicio y brota de la corona, con el ápice en la parte inferior formado por 10 entrenudos muy cortos. El tamaño y la forma del sistema radicular cambian considerablemente de acuerdo al tipo de propagación y las condiciones ambientales. (22)

#### 2.2.4.2. Tallo

El tallo del maíz es de caña vertical, la longitud varía entre 1 a 5 m con un diámetro que va entre 2 a 4 cm y tiene nudos y entrenudos que varían en un número de 8 a 24. (23)

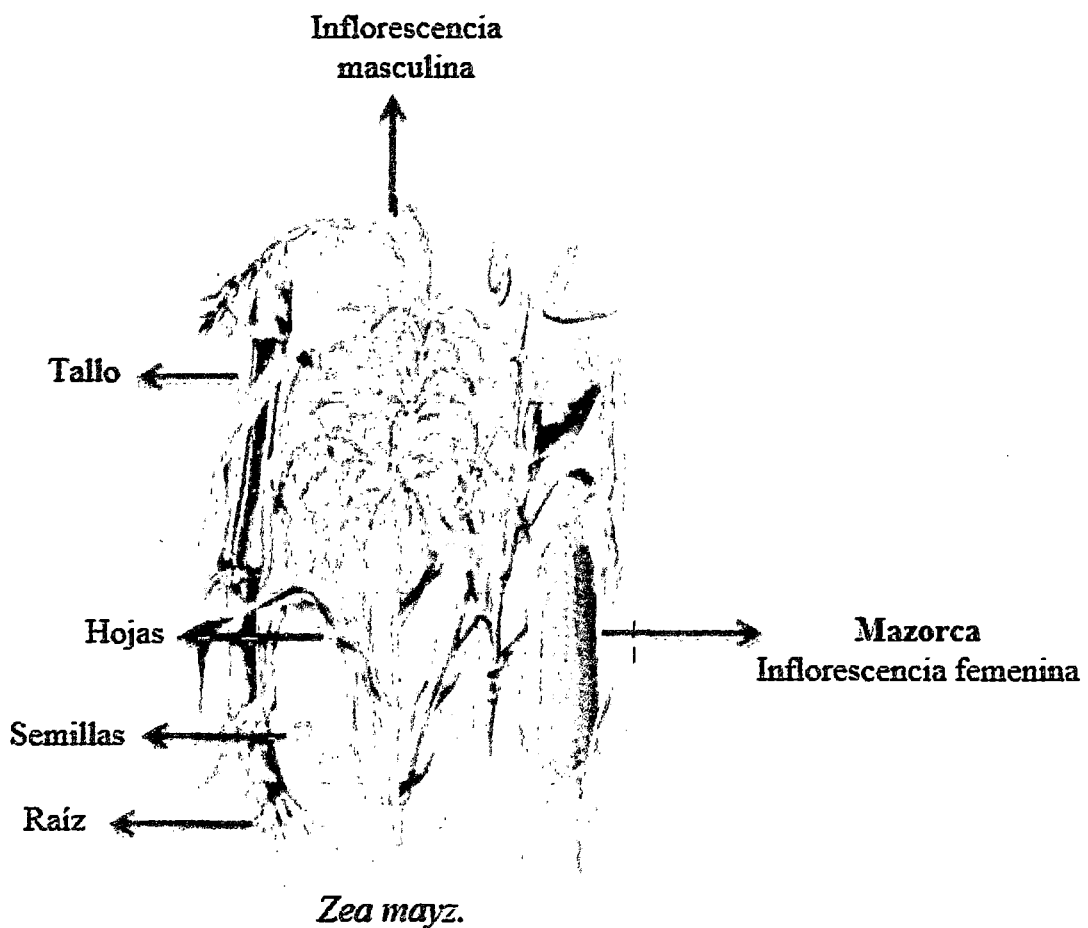


FIGURA 2.20: Morfología de la planta de maíz.

#### 2.2.4.3. Hojas

Las hojas de maíz son largas, de gran tamaño, lanceoladas, alternas, paralelinervias. La vaina de la hoja forma un cilindro alrededor del entrenudo, pero con los extremos

desunidos. El color de las hojas es usualmente verde, pero se puede encontrar hojas rayadas de blanco y verde o blanco y púrpura. (24)

#### **2.2.4.4. Inflorescencia pistilada (femenina)**

Se forma a partir de las ramas laterales de la planta, están cubiertas por hojas siendo más cortas que el tallo, aquí se forma la mazorca de la planta. (25)

#### **2.2.4.5. Inflorescencia estaminada (masculina)**

Es la continuación del tallo de la planta, se ramifica en espigas laterales siendo la espiga central la más gruesa, en algunas inflorescencias se puede observar ramificaciones terciarias. (id.25)

#### **2.2.4.6. Mazorca**

La mazorca del maíz es compacta y formada por hojas que la cubren totalmente. El eje de la inflorescencia recibe el nombre de tusa en América del Sur y elote o coronta en México y América Central. (id.21)

En la figura 2.21 se puede observar la mazorca de maíz.



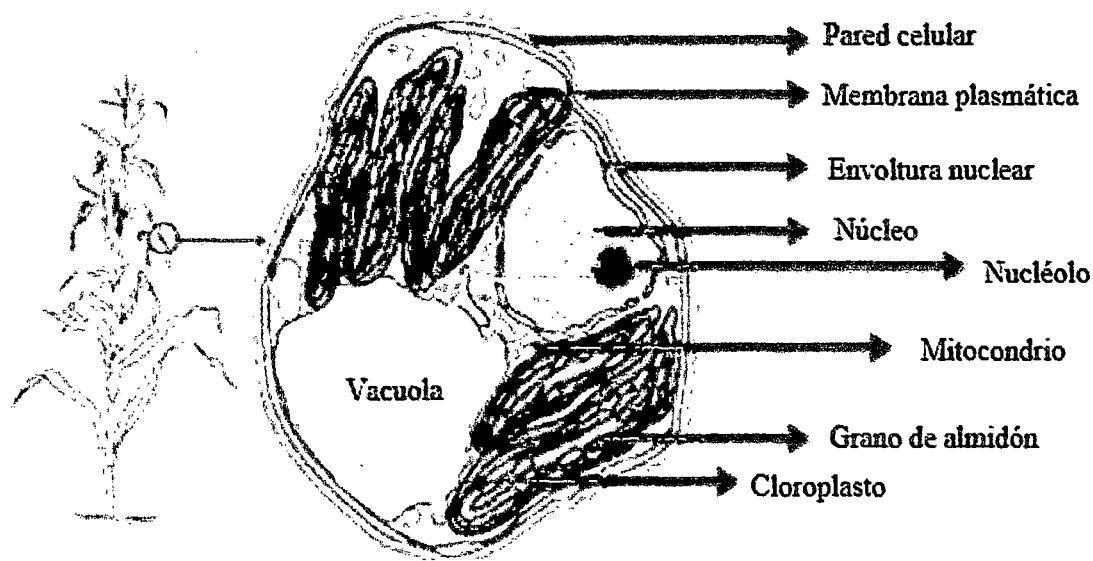
**FIGURA 2.21:** Mazorca de maíz morado.

#### **2.2.4.7. Semillas**

Cada semilla en la mazorca es un fruto independiente que está insertado en el raquis cilíndrico o coronta; la cantidad de granos producidos por mazorca está limitada por el número de granos por hilera y de hileras por mazorca, al igual que otros cereales, el

grano de maíz está constituido por pericarpio, endospermo y embrión. (id.23)

En la figura 2.22 se puede observar la morfología del grano de maíz.



**FIGURA 2.22:** Morfología del grano de maíz.

A continuación en la tabla 2.2 se muestra las características que determinan las dimensiones de mazorcas y granos del maíz morado.

**TABLA 2.2:** Dimensiones de mazorcas y granos del maíz morado.

CARACTERÍSTICAS	PROMEDIO	MÁXIMO	MÍNIMO
Largo de mazorca (cm.)	15,00	20,00	12,00
Ancho de mazorca (cm.)	5,00	5,80	4,00
Número de hilera	10,00	12,00	8,00
Número de granos por hilera	25,00	36,00	18,00
Largo de granos (mm.)	11,60	13,00	10,40
Ancho de granos (mm.)	5,60	6,20	5,00
Espesor de granos (mm.)	6,00	6,50	5,50

*Fuente: Boletín de información técnica del Ministerio de Agricultura – Lima Perú, 1998.*

### 2.2.5. Variedades de maíz morado

Hay diferentes variedades de maíz morado, todas ellas provienen de una raza ancestral



denominada "Kculli" que todavía se cultiva en el Perú. Las formas más típicas están casi extinguidas. La raza Kculli es muy antigua, restos arqueológicos con mazorcas típicas de esta raza se han encontrado en Ica, Paracas, Nazca y otros lugares de la costa central cuya antigüedad se estima por lo menos en 2 500 años. También se encuentran mazorcas moldeadas, con las características de la raza, en la cerámica Mochica. (id.17)

En el Perú existen muchas variedades de maíz morado. A continuación se describen a las principales. (id.17):

- **Cuzco Morado:** Relacionado a la raza Cuzco gigante. Es tardía, de granos grandes, dispuestos en mazorcas con hileras muy bien definidas. Se le cultiva en diferentes lugares en zonas intermedias de altitud en los departamentos de Cuzco y Apurímac.
- **Morado Canteño:** Muy similar a la raza Cuzco morado, aunque de menores dimensiones. Se cultiva especialmente en las partes más altas del valle del Chillón, en el departamento de Lima., hasta los 2500 msnm. Es la variedad más consumida en los mercados de Lima. Variedad nativa, altura de 1,8 a 2,5 m, floración a los 110-125 días.
- **Morado de Caraz:** Derivada de las razas Ancashino y Alazán. Recibe este nombre porque se le cultiva en la localidad de Caraz, en el Callejón de Huaylas, en extensiones relativamente grandes. Es de precocidad intermedia y tiene la ventaja que puede adaptarse también a la costa. Entre las variedades tradicionales es la que muestra mayor capacidad de rendimiento y la que presenta la tusa más pigmentada.
- **Arequipeño:** Similar al Cuzco Morado, pero más pequeño. La tusa no tiene mucha coloración, presenta mucha variabilidad puede ser mejorado. Es bastante precoz.
- **Negro de Junín:** Variedad precoz de grano grande, negro, dispuesto irregularmente en una mazorca corta y redondeada. Se le encuentra en la sierra, centro y sur.
- **Variedad mejorada:** La única que existe produciéndose es la PMV -581, desarrollado por el Programa de Maíz de la UNALM. PVM-581 para siembra en

sierra media, PVM-582 para costa central, altura cercana a los 2 m., precocidad de floración masculina, 90 a 100 días.

El maíz morado, es una herencia saludable para la humanidad; dado que contiene sustancias fenólicas y antocianinas, además de otros fitoquímicos importantes.

#### **2.2.6. Características genéticas del maíz morado**

Se conoce un gran número de variedades de maíz morado que se diferencian por la forma y tamaño de las mazorcas, por el número de hileras que varían de 8 a 12, por el tamaño, forma y color del pericarpio de los granos y por otras características morfológicas. El color de la planta varía de verde a morado oscuro, pero la lígula de las hojas y de las anteras son invariables teniendo siempre un color morado oscuro.

La diferencia entre un maíz fuertemente pigmentado y un maíz normal es originada por muchos genes. Los genes que se dan a continuación son necesarios para que el pericarpio sea morado: (Paralelo del Locus P, en cromosoma 1), que produce normalmente pericarpio rojo y tusa roja; P (alelo dominante en el cromosoma 6), produce color púrpura morado, causada por genes cuantitativos con efectos menores. Se supone que son muchos, porque a través de la selección la población se va haciendo cada vez más oscura, ocupando el pigmento todo el tejido de la tusa. Además de los genes mayores que están presentes al menos en 5 de los 10 cromosomas del maíz, existen genes menores que deben estar distribuidos en los 10 cromosomas. (26)

#### **2.2.7. Composición química del maíz morado**

Composición química del grano de maíz morado se destaca por el contenido de carbohidratos y proteínas. La coronta tiene una importante fracción de fibra y carbohidratos. Estas características se pueden apreciar tanto en base húmeda como en base seca como se muestran en las tablas 2.3 y 2.4.

La composición química del grano de maíz morado y la coronta, según Collazos (27) y Fernández (28), se reporta en la tabla 2.3.

Asimismo la composición de los granos y corontas de maíz negro en base seca según Jacho (29) y el Laboratorio de Servicio de Análisis e Investigación en Alimentos



(LSAIA) (30), se muestra en la tabla 2.4.

**TABLA 2.3:** Composición Química del Maíz Morado y de la Coronta (Contenido en 100 g).

COMPONENTES	PORCENTAJE (b.h)	
	Maíz grano	Coronta
Humedad	11,4	11,20
Proteína	6,7	3,74
Grasa	1,5	0,32
Fibra	1,8	24,01
Cenizas	1,7	3,29
Carbohidratos	76,9	57,44

Fuente: Delgado Espinoza, J. Tesis UNALM (1987).

**TABLA 2.4:** Composición de los granos y corontas de maíz negro en base seca (%).

COMPONENTES	PORCENTAJE (b.s)	
	Granos (%)	Corontas (%)
Proteína	8,41	1,48
Grasa	6,65	0,99
Fibra	3,35	40,71
Cenizas	1,55	2,14
Carbohidratos	71,30	54,68

Fuente: Jacho, 2009; LSIA, 2011.

### 2.2.8. Subproductos

- **Polvo colorante:** El polvo de maíz morado es el producto de la molienda del maíz morado; tiene un fino tamaño de partícula que es en gramos para el tema comercial y alto contenido de antocianina. Generalmente se envasa en bolsas de polietileno de baja densidad.
- **Antocianina:** La antocianina proveniente del maíz morado es un tipo de flavonoide complejo. Es un pigmento procesado y purificado que se obtiene de los granos, del polvillo y principalmente de la coronta.

A continuación, se presenta la tabla 2.5 que muestra el porcentaje de antocianinas



tanto en el grano y la coronta de maíz morado.

**TABLA 2.5:** Porcentaje de antocianinas en el grano y la coronta del maíz morado.

MUESTRA	ANTOCIANINAS (mg de antocianinas/100 g)	RENDIMIENTO (%)
Coronta	610,998	79,47
Grano	51,935	6,75
Grano molido	157,841	20,53
<b>TOTAL</b>	<b>768,839</b>	<b>100,00</b>

*Fuente: Fernández, 1995.*

## 2.2.9. Usos, alternativas de procesamiento agroindustrial del maíz negro y beneficios del maíz morado

### 2.2.9.1. Usos y alternativas de procesamiento agroindustrial del maíz negro

El origen del maíz morado es muy remoto y el uso de su extracto es también antiguo. Según datos de los historiadores se sabe que el maíz era empleado en la alimentación como bebida, con él se elaboraba, la “chicha” que viene a ser una bebida fermentada.

El uso de su extracto sufrió un cambio con el tiempo así es como en la colonia, por influencia de la repostería española y por el ingenio de las amas de casa criollas, aparecieron la “mazamorra” y la “chicha” morada de sabores exquisitos. (31)

Actualmente el maíz morado es usado a nivel casero, como colorante natural y saborizante en bebidas y otros preparados alimenticios como la “mazamorra morada”. A nivel industrial, con fines de obtener colorantes se utiliza únicamente la coronta por el significativo porcentaje de antocianinas; sin embargo también se puede aprovechar el grano para la extracción de almidones y/o derivados o en la elaboración de alimentos balanceados para animales. Las antocianinas extraídas de maíz morado se utilizan en la elaboración de yogurt. (id. 2)

A partir del maíz negro se obtienen sustancias no alcohólicas como el pinolate guatemalteco (harina de maíz, azúcar y agua), el piloncillo costarricense u hondureño (harina de maíz y cacao), el alote mexicano (harina de maíz, agua, leche y azúcar) y

en el caso de nuestro país la mazamorra morada o colada morada. (32)

De los ecotipos negros se extraen los pigmentos conocidos como antocianinas, las cuales aportan color las bebidas, dulces y confites, productos de panadería, conservas de pescado, grasas y aceites, mermeladas y jaleas, frutas confitadas y en almíbar, jarabes de frutas, sopas y saborizantes, coloración de jugos de frutas (fresas), vinos y vinagres. (id. 20)

El maíz, junto con la papa constituyen las materias primas más importantes para la obtención industrial de almidón, el cual se usa industrialmente como tal y para producir alcohol y edulcorantes alimentarios, ya sea por hidrólisis ácida o enzimática. (33)

La molienda del maíz puede efectuarse en seco o en húmedo. En ambos casos, un primer objetivo es la separación del germen, muy voluminoso en este cereal y rico en aceite. La escarificación del grano de color negro, previo a la molienda, permite obtener almidón de color claro, similar al de las variedades de color blanco o amarillo. Los productos de la molienda son muy diversos, incluyendo germen, salvado (destinado a la elaboración de piensos) y una variedad de sémolas y harinas de distinta granulometría. Como subproducto de la molienda húmeda se obtiene el germen, que se destina a la extracción de aceite comestible y el gluten producto rico en proteína, que se utiliza para la elaboración de piensos. (34)

#### **2.2.9.2. Beneficios**

- Baja la presión sanguínea.
- Baja el colesterol.
- Promueve la buena circulación sanguínea.
- Protege los vasos sanguíneos del daño oxidante.
- Mejora la microcirculación.
- Es anti-inflamatorio.
- Fomenta la regeneración del tejido conectivo.
- Promueve la formación de colágeno.
- Elimina los radicales libres.
- Mejora la actividad cardíaca.
- Desintoxica el cuerpo de los agentes de la contaminación ambiental.

- Desactiva sustancias cancerígenas.
- Fortalece el sistema inmune y protege al cuerpo del desarrollo de enfermedades crónicas degenerativas como cataratas, artritis, tensión alta, diabetes, envejecimiento, arterosclerosis y enfermedades cardíacas, entre otras.
- El beneficio farmacéutico de las antocianinas es reconocido en oftalmología.

## 2.2.10. Variedad de maíz morado, INIA 615 – Negro Canaán <sup>(35)</sup>

### 2.2.10.1. Origen

La variedad INIA 615 – NEGRO CANAÁN se desarrolló a partir de 36 colecciones de cultivares locales de la raza Kully colectadas el año 1990 en las provincias de: Huanta (22), Huamanga (8) y San Miguel (6), mejoradas por Selección Recurrente de Medios Hermanos durante 9 ciclos. Entre 2005 y 2007 fue evaluada en ensayos de adaptación y eficiencia en las provincias de Huanta y Huamanga de la región de Ayacucho.

Esta variedad INIA 615 – NEGRO CANAÁN es el resultado de los trabajos de investigación realizados por el equipo de científicos y técnicos del Programa Nacional de Investigación en Maíz de la Estación Experimental Agraria Canaán – Ayacucho del Instituto Nacional de Investigación Agraria (INIA).

### 2.2.10.2. Genealogía

- **Progenitores femeninos:** Variedades locales Negro, Kully y Morado.
- **Progenitores masculinos:** Compuesto balanceado de las tres variedades (Negro, Kully y Morado).

### 2.2.10.3. Adaptación

Se adapta a las condiciones de los valles interandinos de la sierra, desde los 2 000 hasta 3 000 metros de altitud.

### 2.2.10.4. Descripción de la variedad

Las siguientes tablas presentan las características morfológicas y agronómicas de la variedad de maíz morado INIA 615 – Negro Canaán.

**TABLA 2.6: Características morfológicas.**

Altura de planta	: 228 ± 30 cm
Altura de mazorca	: 12 - 20 cm
Forma de la mazorca	: Cilíndrica
Color del grano	: Negro
Color de la tusa	: Morado oscuro
Numero de hileras	: 10 a 12
Numero granos/hilera	: 30 a 34
Tipo de grano	: Amiláceo
Peso promedio de 1000 granos	: 569 g
Porcentaje de desgrane	: 80 %
Color de la hoja	: Verde oscuro
Color del tallo	: Verde claro con jaspes púrpura
Color de estigmas	: Amarillo
Color de panoja	: Púrpura claro

*Fuente: INIA (Programa Nacional de Investigación en Maíz), 2007.*

**TABLA 2.7. Características agronómicas.**

Días al 50% de floración femenina	: 84 ± 92 cm
Días a la maduración	: 150 ± 170 cm
Ciclo vegetativo	: Intermedio
Rendimiento potencial	: Hasta 9,6 t/ha
Rendimiento comercial	: Hasta 7,8 t/ha

*Fuente: INIA (Programa Nacional de Investigación en Maíz), 2007.*

En altitudes menores de 2 300 m.s.n.m. alcanza la madurez de cosecha a los 5 meses y en altitudes de 2 700 a 3 000 m. a los 6 meses.

## **CAPITULO III**

# **METODOLOGÍA**

### **3.1. UBICACIÓN Y LUGAR DE TRABAJO**

El área de estudio se encuentra situada en el distrito de Ayacucho, provincia de Huamanga, departamento de Ayacucho. Los ensayos de laboratorio del trabajo de investigación se llevaron a cabo en los ambientes de los laboratorios de Transferencia de Masa, Análisis Instrumental, Procesos Agroindustriales y Centro Experimental de Cerámica; laboratorios que pertenecen a la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga.

### **3.2. NATURALEZA DEL ESTUDIO**

El trabajo de investigación realizado es de tipo aplicativo y el nivel de estudio experimental, porque se realizó provocando situaciones y se manipularon las variables independientes deliberadamente. En este caso específico, el estudio tiene la finalidad de determinar las condiciones adecuadas para obtener el extracto de la coronta de maíz morado INIA 615 – Negro Canaán, utilizando la operación unitaria de lixiviación, en un proceso batch. El diseño de investigación es multifactorial porque se manipuló distintas variables en el proceso de obtención del extracto.

### **3.3. POBLACIÓN Y MUESTRA**

La población está conformada por la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615– Negro Canaán de la Región de Ayacucho.

La muestra seleccionada para la presente investigación fue del tipo de muestreo aleatorio simple, procedente de la Estación Experimental Agraria Canaán – Ayacucho. La documentación que acredita dicha procedencia se muestra en el anexo 01.

### **3.4. EQUIPOS, MATERIALES E INSUMOS**

#### **3.4.1. Equipos**

Los equipos que se utilizaron son los siguientes:

- Agitador: Marca Heidolph, mecánico de varillas, RPM desde 45 a 2 000.
- Balanza analítica: Capacidad 120 g., precisión 0,0001 g., burbuja de nivel y pies regulables, urna de cristal con puertas deslizables y pesada en gramos.
- Balanza mecánica: Marca Adam Equipment, modelo PGW 2 502 e, capacidad 2500 g., precisión 0,01 g, burbuja de nivel y pies regulables.
- Cocina: Eléctrica, marca Finezza y 2 hornillas de 15 cm.
- Espectrofotómetro: Marca Jenway, modelo visible 6 400, anchura de banda es 5 nm., rango de longitud de onda 320 a 1 100 nm y resolución de 0,1 nm.
- Estufa: Marca VWR International, eléctrica por convección forzada, interior de acero inoxidable, incorpora 2 bandejas (rejillas), tensión 220 VAC, frecuencia 50 Hz, regulador de lectura digital.
- Molino de mano: Marca estrella, material de aluminio de fácil uso y limpieza.
- Tamizador: Vibratorio Ro-Tap, con aceleración del tamiz de  $25 \text{ m/s}^2$ , para tamices de 0,045 a 6,300 mm, posee timer digital de hasta 60 min. con parada automática.
- Termostato: Marca MLW, rango de temperatura (-60 °C a +50 °C / +80 °C a +160 °C), capacidad 15 l.

#### **3.4.2. Materiales**

- Bureta
- Cronómetro
- Embudos
- Espátula
- Etiquetas para el rotulado
- Fiolas
- Gradilla

- Jarras
- Lunas de reloj
- Matraces
- Ollas
- Papel filtro
- Pinzas
- Pipetas
- Placas Petri
- Probeta
- Soporte universal
- Termómetros
- Tubos de ensayo
- Varillas de vidrio
- Vasos de precipitado
- Vernier

#### 3.4.3. Materia prima e insumos

- Corontas de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, su descripción con mayor detalle se encuentra en el ítem 2.2.9.
- Agua.

### 3.5. DISEÑO METODOLÓGICO

La metodología que se utilizó fue un diseño factorial AxB, donde se evalúa el efecto de los factores de la lixiviación (variables independientes); observando como respuesta la cantidad de soluto extraído (variable dependiente) de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. Cada una de las unidades experimentales se realizó con post prueba y cada tratamiento se llevó a cabo por duplicado para una mejor evaluación. A continuación se muestra la tabla 3.1 que menciona el diseño factorial de la extracción de sólidos solubles.



**TABLA 3.1: Diseño factorial de la extracción de sólidos solubles.**

NIVEL (Y)	FACTOR (X)		V.A. (RPM)	T (°C)	t, sin agitación (min)	t, con agitación (min)	Relación (F/D)
	Tamaño de partícula						
	$\bar{D}$ cm	$\bar{H}$ cm					
I	5,0	15,0	125	70	1	2	1:5
II	2,6	7,2	190	75	2	3	1:6
III	2,8	4,8	300	80	3	4	1:7
IV	2,7	3,7	500	85	4	6	1:8
V	2,5	2,9	800	90	6	8	1:9
VI	1,3	2,8		92	8	10	1:10
VII	1,3	1,0			10	13	1:11
VIII	0,5	0,7			13		1:12
IX	0,4	0,4			16		1:13
X	0,2	0,3					

Donde:

- X : representa las variables independientes
- Y : los niveles en cada variable evaluada
- $\bar{D}$  : diámetro promedio
- $\bar{H}$  : altura promedio
- V.A. : velocidad de agitación
- RPM : revoluciones por minuto
- T : temperatura en grados Celsius
- t : tiempo de contacto
- F/D : relación entre la alimentación (sólido) y el disolvente

La estrategia del método a utilizar consiste en la búsqueda univariada, que consiste en trabajar sólo con una variable a la vez, mientras que las otras se mantienen constantes.

### 3.6. DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

La metodología que se utilizó en la investigación, es el siguiente:

- Actividades de obtención de la muestra
- Ensayo preliminares.



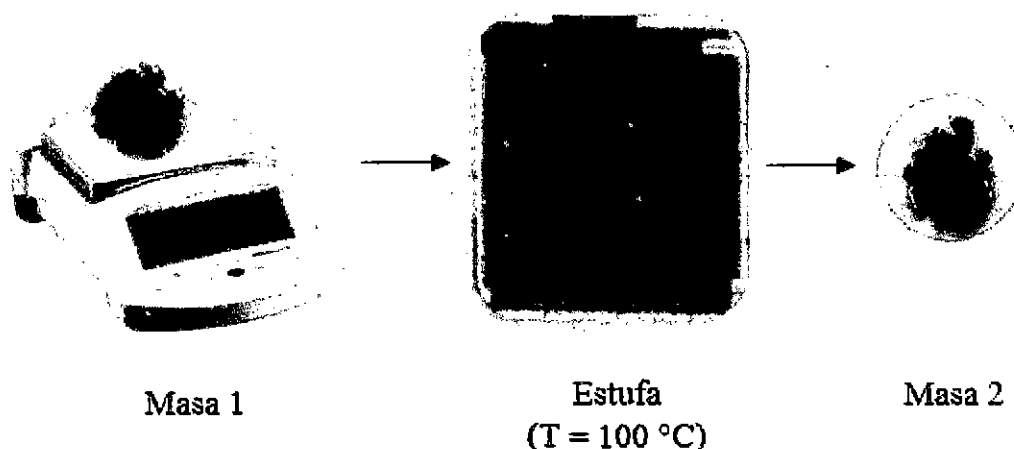
- Ensayos para determinar la longitud de onda adecuada (espectrofotometría).
- Ensayos para determinar la curva estándar del espectrofotómetro
- Análisis de composición de extractos y residuos.
- Ensayos para determinar parámetros óptimos de operación.
- Reporte y análisis de los resultados.

### 3.6.1. Actividades de obtención de la muestra

La muestra seleccionada para la presente investigación fue del tipo de muestreo aleatorio simple de la Estación Experimental Agraria Canaán.- Ayacucho. Se redujo el tamaño de partícula para los ensayos preliminares. La determinación del tamaño promedio global de partícula se describe en el ítem 4.3.

### 3.6.2. Determinación del porcentaje de humedad

La humedad indica la cantidad de agua presente en la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. El método que se utilizó para ello fue la determinación de la humedad por estufa.



**FIGURA 3.1:** Determinación del porcentaje de humedad de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

El procedimiento fue el siguiente:

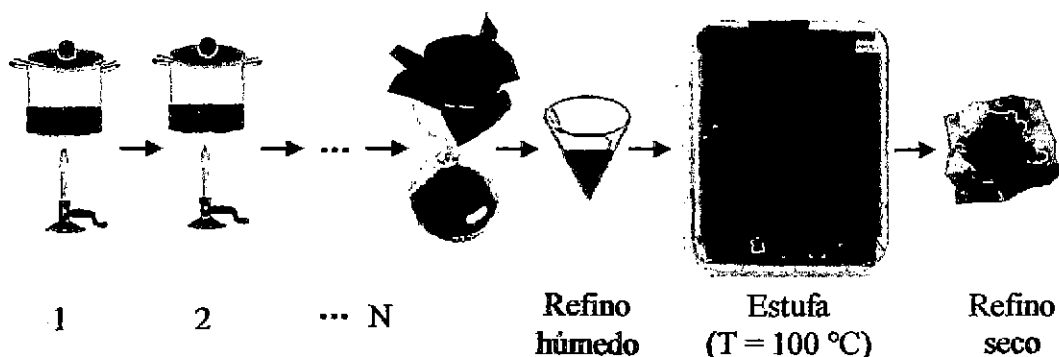
- Preparar las muestras para el análisis por reducción de tamaño.
- Pesar exactamente 3 g de muestra en lunas de reloj completamente limpias y secas. Anotar la masa (masa 1) de la muestra.

- Introducir el conjunto de muestras (tres) en la estufa y regular la temperatura a 100 °C por un tiempo hasta obtener una masa constante.
- Retirar las lunas de reloj con las muestras secas, colocarlas en el desecador para que se enfríe.
- Anotar la masa final (masa 2) de la muestra seca. Para mayor detalle ver anexo 02.

### 3.6.3. Ensayos de extracción total

Se caracterizó los componentes de la matriz sólida (coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán); estos componentes son:

- A : sólidos solubles (soluto)
- I : insolubles (con respecto al solvente utilizado)
- D : disolvente líquido



**FIGURA 3.2:** Determinación de los componentes de la matriz sólida (coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán).

El procedimiento que se realizó fue el siguiente:

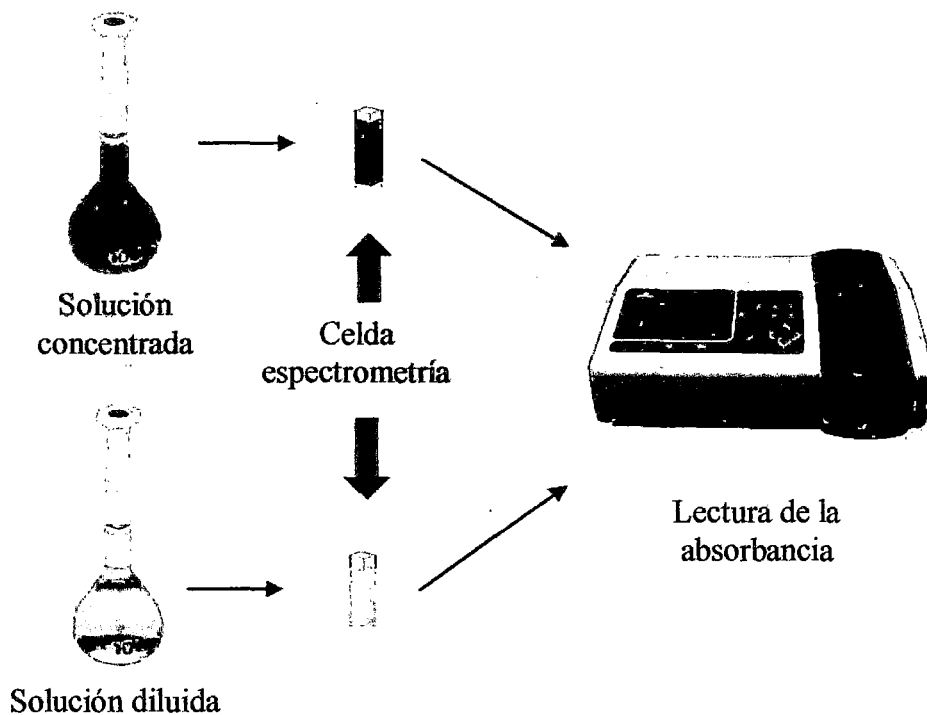
- Reducción de tamaño a la coronta de maíz.
- Pesar exactamente 50 g de muestra (por triplicado) y el papel filtro para cada muestra.
- Realizar la extracción sólido-líquido hasta que la coronta de maíz morado ya no tenga más sólidos solubles que extraer, tal como se muestra en la figura 3.2.
- Pasar a filtrar las muestras, de aquí se tiene el refino húmedo. Anotar su masa

(masa 1).

- Introducir el conjunto de muestras (tres) en la estufa y regular la temperatura a 100 °C por un tiempo hasta obtener una masa constante.
- Retirar el refino seco, colocarlas en el desecador para que se enfríe.
- Anotar la masa final (masa 2) de la muestra seca.

#### 3.6.4. Ensayos para determinar la longitud de onda adecuada (espectrofotetría)

Se determinó la longitud de onda que nos brinde el mayor rango para las lecturas de absorbancia de los extractos correspondientes a cada ensayo según los parámetros de los factores que inciden en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado, de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, es decir referidas a las variables de temperatura, velocidad de agitación, tamaño de partícula, tiempo de contacto y la relación de alimentación – disolvente en la operación de lixiviación.



**FIGURA 3.3:** Determinación de la longitud de onda adecuada para el análisis de parámetros óptimos de la lixiviación de la coronta de maíz morado.

El procedimiento que se realizó fue el siguiente:

- Se preparó dos soluciones, una de mayor concentración (solución concentrada) y

otra de menor concentración (solución diluida – 3 ml de solución concentrada enrazado a 100 ml).

- Con el equipo de espectrofotometría se realizó las lecturas de absorbancia a diferentes longitudes de onda.

### 3.6.5. Ensayos para determinar la curva estándar del espectrofotómetro

Al tener la longitud de onda adecuada para el análisis de los factores que afectan la extracción de sólidos solubles se procedió a lo siguiente:

- A partir de la solución concentrada conocida (determinado por el método gravimétrico); se preparó diversas soluciones de soluto en agua por dilución, a diferentes concentraciones.
- Las diversas soluciones preparadas, fueron analizadas en el espectrofotómetro efectuando las lecturas de absorbancia.
- Con los resultados obtenidos se hizo la gráfica de la curva estándar de las diversas absorbancias a concentraciones conocidas que se muestran en el capítulo de resultados. Para mayor detalle se tiene el anexo 03.

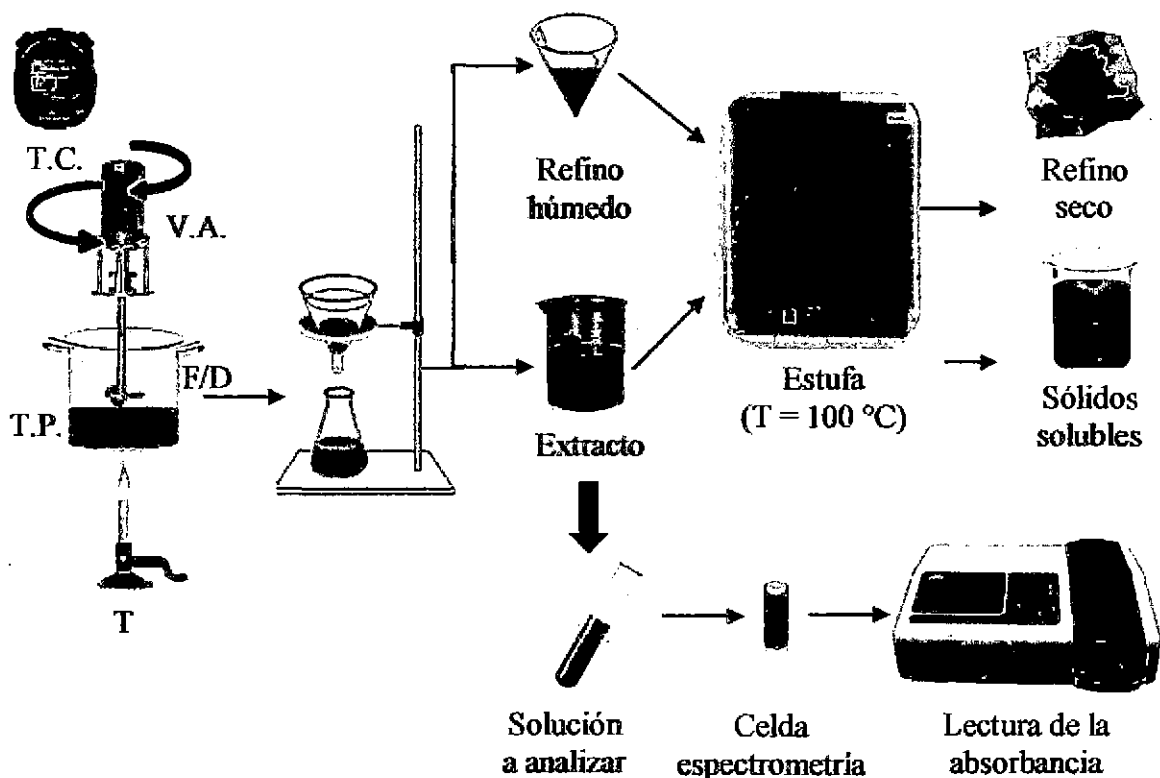
### 3.6.6. Análisis de composición de extractos y residuos

Se realizó ensayos en el laboratorio en un proceso por lotes, con la finalidad de determinar los parámetros de los factores que inciden en la cantidad de sólidos solubles a extraer de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, factores referidos a las variables independientes de temperatura, velocidad de agitación, tamaño de partícula, tiempo de contacto y la relación de alimentación – disolvente en la operación de lixiviación. En cada caso se determinó las cantidades y las composiciones de los extractos y residuos. Para cada variable independiente, se realizó el análisis de la composición de soluto, para ello se desarrolló el siguiente procedimiento:

- Se utilizó la búsqueda univariada, que consiste en trabajar sólo con una variable a la vez, mientras que las otras se mantienen constantes. En tal efecto se trabajó con las cinco variables independientes que se describieron anteriormente.
- Realizar la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado con

los factores o variables independientes con los parámetros determinados.

- Se pasó al filtrado para obtener el extracto y el residuo húmedo. Anotar la masa tanto del extracto y del residuo.
- Del extracto se obtiene una cantidad suficiente para realizar la lectura en el equipo de espectrofotometría y así determinar la composición del extracto utilizando la curva estándar del espectrofotómetro y los cálculos correspondientes que se detallarán en el capítulo de resultados.
- Colocar en la estufa el conjunto de residuos húmedos y extractos según el factor a evaluar.
- Retirar el residuo seco y los sólidos solubles de la estufa e introducirlos en el desecador para que se enfríe y pasar a anotar la masa de cada uno.



**FIGURA 3.4:** Procedimiento para determinar la composición de los extractos y residuos en la operación de lixiviación.

En la figura 3.4 se muestra el procedimiento para determinar la composición de los extractos y residuos en cada caso. Igualmente se muestran las variables independientes como son:

V.A. : velocidad del agitator



T	:	temperatura
T.C.	:	tiempo de contacto
F/D	:	relación entre la alimentación (sólido) y el disolvente
T.P.	:	tamaño de partícula

### **3.6.7. Determinación de los parámetros óptimos de operación**

Para cada variable independiente se trabajó en diferentes niveles con la finalidad de observar la cantidad de soluto extraído. Con esos datos obtenidos a través de la búsqueda univariada, que consiste en trabajar sólo con una variable a la vez, mientras que las otras se mantienen constantes y utilizando el método de optimización de gradientes y la búsqueda de la sección dorada, que nos permite obtener el mejor resultado del rendimiento de extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

### **3.6.8. Reporte y análisis de los resultados**

Se muestra a detalle las cantidades, concentraciones, lecturas de absorbancia, figuras y tablas que determinaran los parámetros óptimos de la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. Esta parte se desarrolla en el capítulo de resultados.

## **3.7. MÉTODO DE DETERMINACIÓN ANALÍTICA**

El método utilizado para la determinación analítica es el análisis espectrofotometría y gravimétrico para determinar la composición del extracto y residuo de la operación de lixiviación. Para el caso de la determinación del tamaño medio de la partícula se realizó el análisis granulométrico.

## **3.8. DESCRIPCIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS**

### **3.8.1. Método gravimétrico**

Consiste en determinar la cantidad proporcionada de un elemento o compuesto, presente en una muestra, eliminando todas las sustancias que interfieren y convirtiendo el constituyente o componente deseado en un compuesto, que sea susceptible de pesarse. La gravimetría es un método analítico cuantitativo, es decir, que determina la

cantidad de sustancia, midiendo el peso de la misma con una balanza analítica.

El procedimiento realizado es el siguiente:

- Pesar el vaso de precipitado limpio y seco.
- Pesar 50 g de extracto en el vaso de precipitado limpio y seco.
- Secar en la estufa hasta un peso constante ( $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).
- Pesar el vaso de precipitado que contiene el soluto.
- Determinar la masa del soluto.

### 3.8.2. Granulometría

La granulometría, es la distribución por tamaños de las partículas de una muestra sólida. Para conocer la distribución de tamaños de las partículas que componen una muestra; se separan estos mediante cedazos o tamices.

De los distintos métodos existentes para realizar el análisis granulométrico, quizá el más utilizado sea la tamización con tamices acoplados en cascada. Para realizarlo se coloca un juego de tamices en cascada, es decir, ordenados de arriba abajo por orden decreciente de luz o abertura de malla. El producto a analizar se añade sobre el primer tamiz, es decir aquel de abertura de malla mayor y se somete el conjunto a un movimiento vibratorio.

Para realizar el ensayo de tamizado se utiliza una serie de tamices con diferentes diámetros que son ensamblados en una columna, en el equipo vibratorio Ro-Tap, siendo el procedimiento el siguiente:

- Efectuar la limpieza de los tamices.
- Pesar cada uno de los tamices.
- Ordenar la batería de tamices de mayor a menor diámetro.
- En la parte superior, donde se encuentra el tamiz con mayor diámetro, agregar 100 g de coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.
- Someter la columna de tamices a vibración y movimientos rotatorios intensos utilizando el motor que tiene el equipo, por un tiempo de 30 minutos con una velocidad de 25 m/s.



- Retirar la batería de tamices y pesar cada uno de ellos.
- Determinar por diferencia de masa, la cantidad de material retenido en cada tamiz.
- Graficar la curva del análisis granulométrico y determinar el diámetro medio global de las partículas.

### 3.8.3. Espectrofotometría

Se refiere a la utilización de la luz para determinar la cantidad de analito presente en muestras problemas. (36)

Es un método de análisis químico basado en la cantidad de radiación que la muestra absorbe, la que está en función de la concentración del analito, que absorbe una parte de la luz incidente y la otra lo transmite, además se produce otros fenómenos como la dispersión y la reflexión. Cuando una molécula absorbe luz pasa a un estado excitado de mayor energía.

El procedimiento a realizar es el siguiente:

- Se toma una cantidad suficiente del extracto obtenida de la operación unitaria de lixiviación para hacer la lectura de su absorbancia.
- Se programa el valor de la longitud de onda adecuada en el equipo de espectrometría.
- Se realiza la calibración del equipo usando para ello agua destilada añadida a otra celda espectrometría, es decir al realizar la lectura de la absorbancia del agua tiene que ser igual a cero.
- Una vez que se tiene la muestra, esta es colocada en la cubeta del equipo de espectrofotometría.
- Se limpia la parte externa de la cubeta de preferencia con un material suave como el papel tissue.
- Se realiza otra vez la calibración del equipo usando agua destilada.
- Pasar a colocar la celda que contiene la muestra a analizar en el equipo para su lectura de absorbancia correspondiente.
- Retirar la cubeta del equipo y pasar a limpiarla o lavarla por lo menos tres veces.
- Secar la cubeta para proceder a la siguiente lectura de la absorbancia de otra muestra a analizar.



- Con los datos obtenidos de las lecturas de las respectivas absorbancias de cada extracto se tienen sus correspondientes concentraciones utilizando la curva estándar del espectrofotómetro.
- Con los valores obtenidos para los diferentes niveles de cada factor a evaluar se realizar los cálculos para obtener el porcentaje de rendimiento del soluto extraído.

## **CAPITULO IV**

### **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

Los parámetros de operación de la lixiviación de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, se han determinado con la finalidad de obtener el mayor rendimiento de extracción de los sólidos solubles.

En los ensayos de laboratorio, en cada variable independiente evaluada, se trabajó con valores constantes en las otras variables no evaluadas.

Para el análisis de los resultados se utilizó el método de optimización de gradientes y la búsqueda de la sección dorada, que nos permite obtener el mejor resultado del rendimiento de extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán que se detalla en el anexo 04. En las figuras que se muestran en los siguientes ítems se presentan las diferentes interacciones que tienen un efecto significativo en la variable de respuesta. En el caso de una interacción (AB); los niveles del primer término (A) estarán representados en el eje X, mientras que los niveles del segundo término (B), en el eje Y.

El método de gradientes y búsqueda de la sección dorada pertenece a los métodos de búsqueda lineal basados en intervalos localizando el valor óptimo estrechando en forma progresiva, para la optimización de procesos.

#### **4.1. COMPOSICIÓN DE LA ALIMENTACIÓN**

La fase sólida está conformada generalmente por el soluto y el material sólido

denominado insoluble, en algunos casos puede existir en pequeñas proporciones el disolvente. La fase líquida o solvente de extracción está conformada generalmente por el disolvente puro.



**FIGURA 4.1:** Matriz sólida (coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán).

Los componentes identificados en la operación unitaria de lixiviación para los ensayos son:

- Alimentación F: coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán (conformado por los sólidos solubles, insolubles y disolvente).
- Disolvente D: agua caliente.

Los componentes de la matriz sólida determinados son:

- Fracción másica porcentual de soluto,  $x_F$ : 10,68 % en peso.
- Fracción másica porcentual de disolvente,  $x_{DF}$ : 10,39 % en peso.
- Fracción másica porcentual de insolubles,  $x_I$ : 78,93 % en peso.

La fracción másica porcentual de disolvente se determinó por medio del método de determinación de la humedad por estufa que se detalla en el ítem 3.6.4, porcentaje de humedad, cuyo valor es coherente con la bibliografía consultada. La determinación de la fracción másica porcentual de insolubles se realizó con ensayos de extracción total que se detalla en el ítem 3.6.5. Por consiguiente, la determinación de la fracción másica porcentual de soluto es por balance de materia.



## 4.2. CURVA ESTÁNDAR DEL ESPECTROFOTÓMETRO

Para determinar la curva estándar del extracto de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán se determinó la longitud de onda adecuada para los análisis a realizar. El procedimiento se explica en el ítem 3.6.6. En la tabla 4.1 se muestra las concentraciones de la solución concentrada y solución diluida a diferentes longitudes de onda.

**TABLA 4.1:** Lecturas de % T y A a diferentes longitudes de onda de máxima absorción.

$\lambda$	625 nm		630 nm		680 nm	
Lecturas	%T	A	%T	A	%T	A
-[ ]	72,3	0,141	92,5	0,034	94,84	0,023
+ [ ]	6,2	1,208	8,4	1,076	0,13	2,885

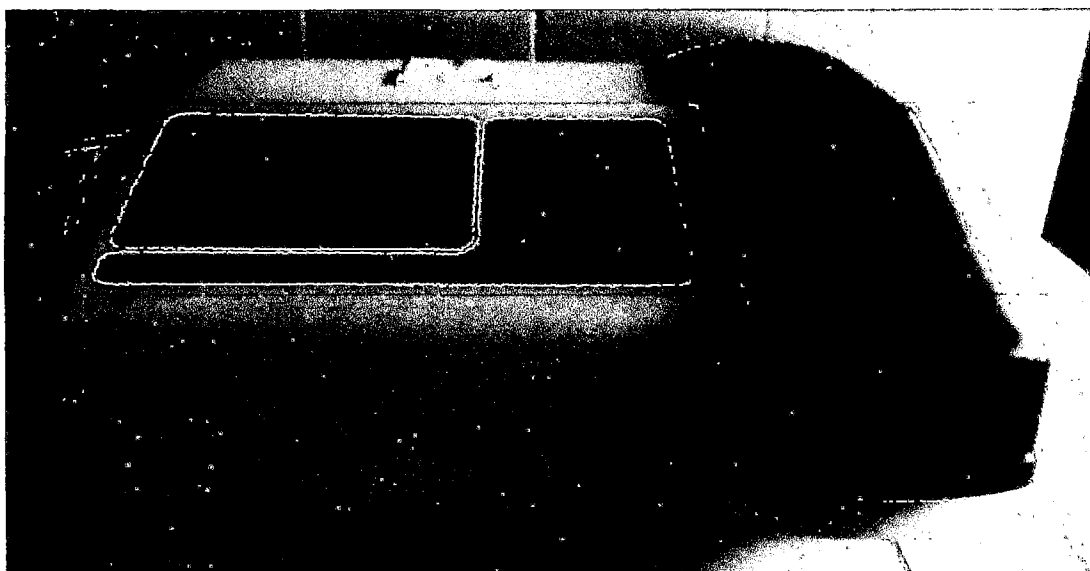
Donde:

- $\lambda$  : longitud de onda.
- nm : nanómetros.
- %T : porcentaje de transmitancia.
- A : absorbancia.
- + [ ] : solución concentrada (mayor concentración).
- [ ] : solución diluida (menor concentración).

Como se observa en la tabla 4.1 se tiene lecturas de % transmitancia y absorbancia a diferentes longitudes de onda para determinar la longitud de onda adecuada para el presente trabajo de investigación. Se determina 680 nm como la longitud de onda adecuada, porque nos brinda el mayor rango para las lecturas de absorbancia.

La longitud de onda de 680 nm se encuentra dentro de la región visible y a partir de la curva patrón nos permitirá determinar la concentración de los sólidos solubles de los extractos en cada uno de los ensayos, realizando las lecturas de absorbancia.

El equipo de espectrofotometría empleado (visible 6400, JENWAY) puede trabajar en rangos de transmitancia de 0 a 199,9 %T e igualmente en rangos de absorbancia de - 0,300 a 3,000 A. El manual del usuario de este equipo se encuentra en el anexo 05.



**FIGURA 4.2:** Equipo espectrofotómetro utilizado para lectura de absorbancia.

Se preparó un extracto inicial de composición conocida de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán; materia del estudio. A partir de dicha solución, se preparó diversas soluciones de soluto en agua, por dilución, a diferentes concentraciones. Las diversas soluciones preparadas, fueron analizadas en el espectrofotómetro efectuando las lecturas de las absorbancias. Con los resultados obtenidos (tabla 4.2) se procedió a la gráfica de la curva estándar de diversas absorbancias a concentraciones conocidas, como se observa en la figura 4.4.



**FIGURA 4.3:** Soluciones preparadas a diferentes concentraciones.

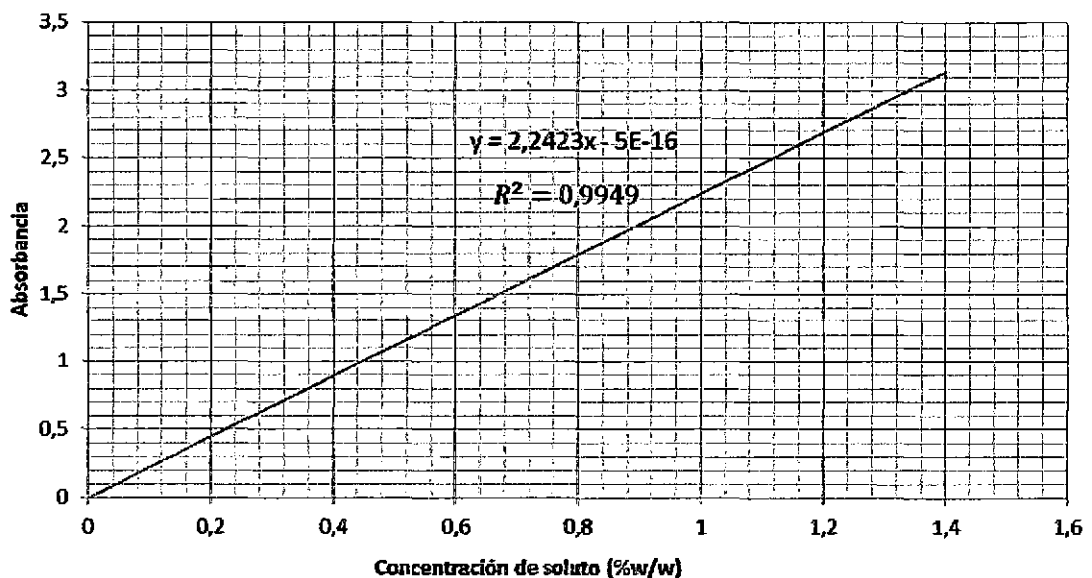


**TABLA 4.2:** Datos para determinar la curva estándar.

Nº	SOLUCIONES (ml C/100 ml solución)	CONCENTRACIÓN (% W/W)	ABSORBANCIA
1	menos [ ]	0,0214	0,023
2	10 ml/100 ml	0,1067	0,127
3	20 ml/100 ml	0,2322	0,358
4	30 ml/100 ml	0,3584	0,683
5	40 ml/100 ml	0,4872	0,918
6	50 ml/100 ml	0,5956	1,335
7	60 ml/100 ml	0,7405	1,641
8	70 ml/100 ml	0,8431	1,922
9	más[ ]	1,3059	2,885

Donde:

- C : solución concentrada (solución inicial).
- Menos [ ] : solución de menor concentración (diluida).
- Más [ ] : solución de mayor concentración (solución inicial).
- % W/W : porcentaje en peso.



**FIGURA 4.4:** Curva estándar espectrofotométrica del extracto del maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

La figura 4.4 nos va permitir determinar las concentraciones de cada muestra realizada en los ensayos de lixiviación, para ello se realizará las lecturas de absorbancia a 680 nm de longitud de onda en el espectrofotómetro, y utilizando la ecuación de la recta se determina su concentración respectiva.

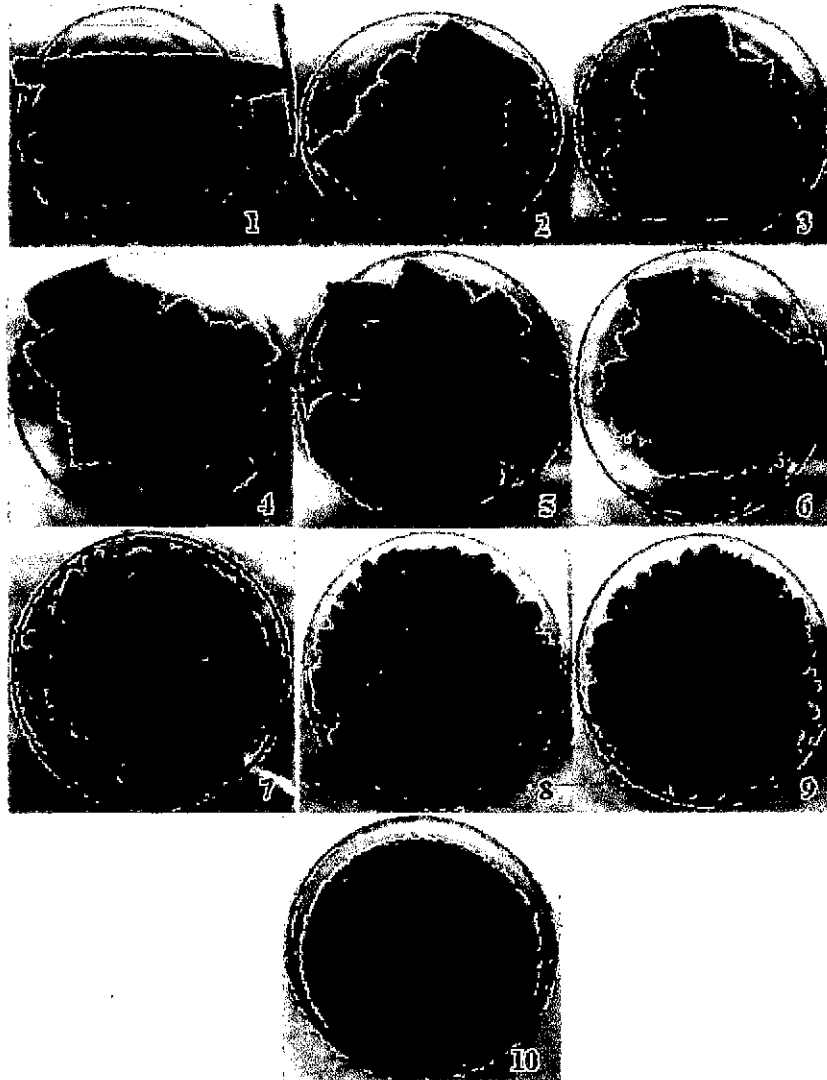
### 4.3. EFECTO DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA EN LA EXTRACCIÓN

En este ensayo se evaluó el efecto que tiene el tamaño de partícula sobre el rendimiento en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, en las condiciones de operación univariada. Para ello, se realizaron pruebas para diez tamaños de partícula y con parámetros máximos de los demás factores de extracción: temperatura (92 °C), tiempo de contacto (10 min), relación de alimentación – disolvente (1:8).

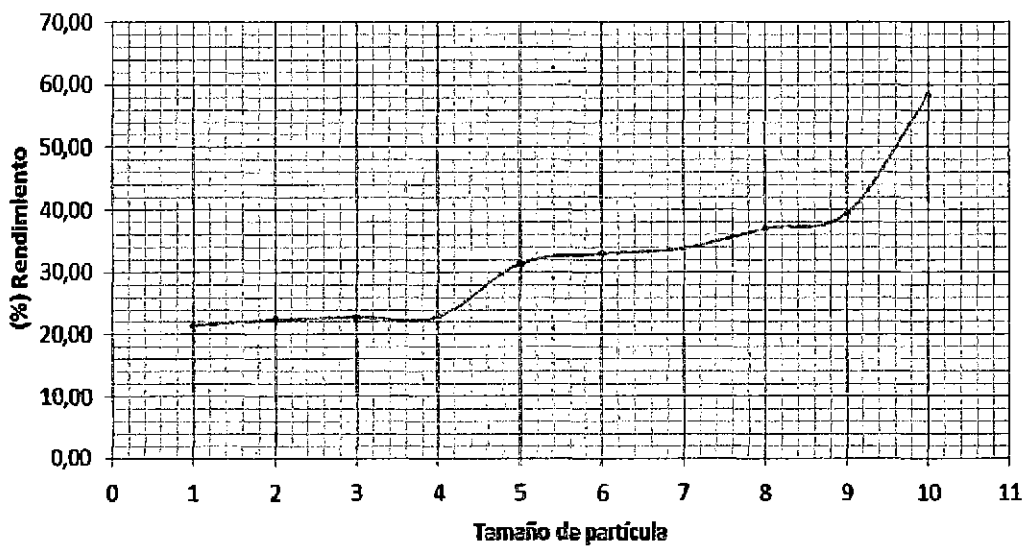
En la figura 4.5 se muestran los diferentes tamaños de partícula de la coronta de morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, de los diez niveles realizados. Los resultados de los ensayos de laboratorio realizado se presentan en la tabla 4.3 y la figura 4.6.

**TABLA 4.3:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según el tamaño de partícula (forma cilíndrica: DxH).

Nº	TAMAÑO DE PARTÍCULA		PORCENTAJE DE RENDIMIENTO (%)
	$\bar{D}$	$\bar{H}$	
	cm	cm	
1	5,0	15,0	21,4727
2	2,6	7,2	22,4020
3	2,8	4,8	22,7851
4	2,7	3,7	22,9185
5	2,5	2,9	31,3923
6	1,3	2,8	32,9951
7	1,3	1,0	33,8736
8	0,5	0,7	37,0356
9	0,4	0,4	39,4730
10	0,2	0,3	58,3777

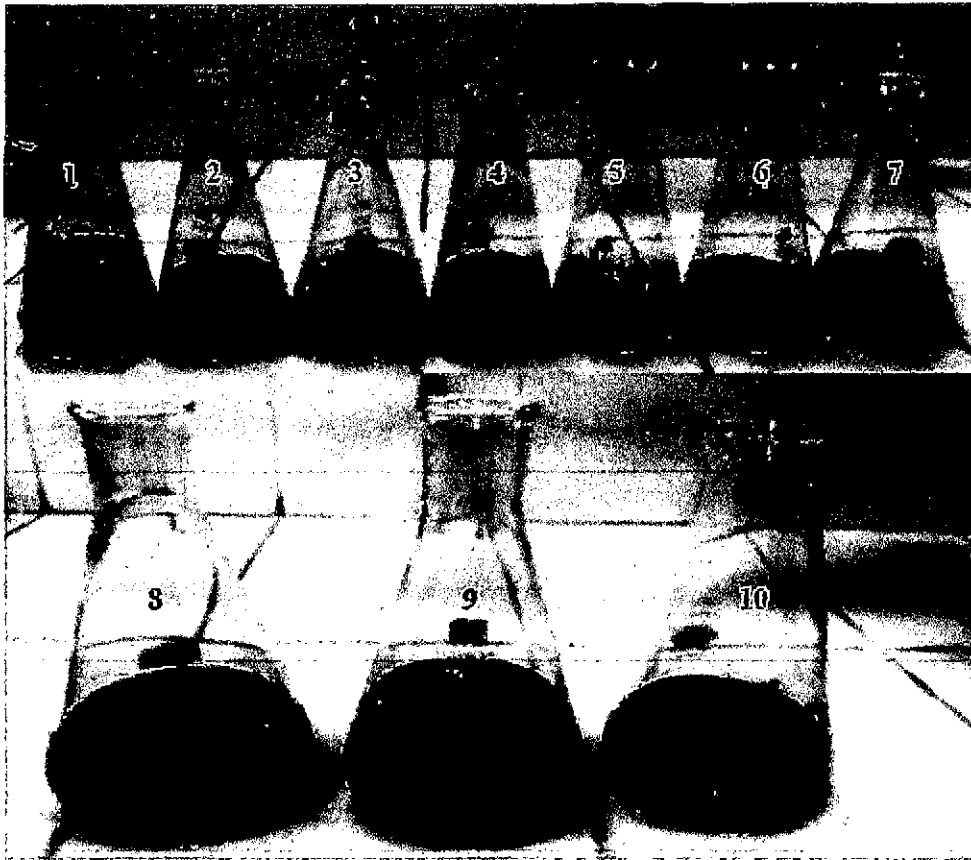


**FIGURA 4.5:** Muestras de tamaño de partícula de la coronta de maíz morado.



**FIGURA 4.6:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función al tamaño de partícula.





**FIGURA 4.7:** Sólidos solubles de las diferentes muestras que se analizó.

Los ensayos de laboratorio de los tamaños de partícula 8, 9 y 10 se realizaron adicionalmente porque en los resultados de los tamaños de partícula del 1 al 7 que muestra la figura 4.6 se observa que se requiere agregar más puntos de análisis puesto que no hay un apreciable incremento del rendimiento de extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

En este ensayo de laboratorio se observó que se tiene una relación inversa del rendimiento de extracción con respecto al tamaño de partícula. Este resultado es coherente, debido a que cuanto más pequeño sea el tamaño de partícula, mayor es el área de contacto interfacial entre la coronta de maíz morado y el disolvente de extracción; permitiendo que se extraigan con más facilidad los sólidos solubles.

De los resultados obtenidos de los ensayos se observa que existe un apreciable incremento del rendimiento de extracción desde el tamaño “4” hasta el “8” y aún más al tamaño “10”. El rendimiento mayor se observa en el tamaño “10”. Por lo tanto el tamaño de partícula óptimo para la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz

morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán es el “8” (0,5 cm x 0,7 cm) porque no se tuvo problemas en su filtración como lo fue en caso del tamaño de partícula “9” y “10”, que técnicamente no es factible su manejo.

El análisis granulométrico se realizó a las muestras de tamaño de partícula “8”, utilizando un tamizador vibratorio Ro-Tap con aceleración del tamiz de  $25 \text{ m/s}^2$ .



**FIGURA 4.8:** Tamizador vibratorio Ro-Tap.

Los resultados del análisis granulométrico se presentan en la tabla 4.4 y la figura 4.9. En la tabla 4.4 se muestran las variables necesarias para los cálculos, las cuales se definen de la siguiente manera:

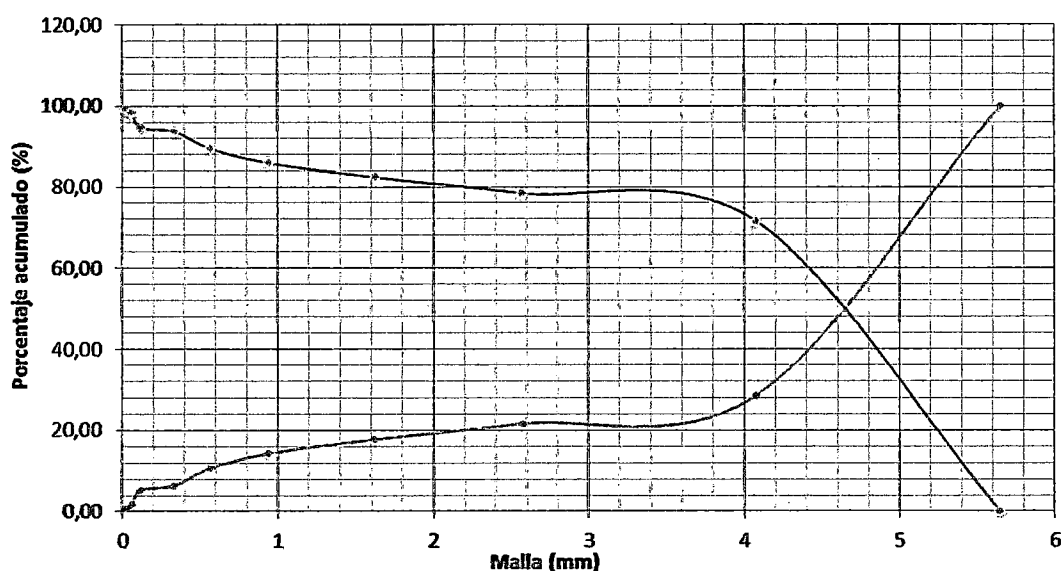
- $D_{p_i}$  : diámetro promedio ( $i = 1, 2, 3, \dots, 10$ ) en mm.
- $f_{r_i}$  : fracción retenida ( $i = 1, 2, 3, \dots, 10$ ).
- $f_{r_a}$  : fracción retenida acumulada.
- $\% f_{r_a}$  : porcentaje de la fracción retenida acumulada.
- $D_p (*)$  : diámetro promedio de la partícula en cada tamiz en mm.
- $D_p$  : diámetro promedio global del tamaño de la partícula en mm.

**TABLA 4.4:** Análisis por tamizado de la muestra de coronta de maíz morado.

Nº	Abertura de malla (mm)	D <sub>p<sub>i</sub></sub> (mm)	Masa retenida (g)	<i>f<sub>r<sub>i</sub></sub></i>	<i>f<sub>r<sub>a</sub></sub></i>	D <sub>p</sub> (*) (mm)	% <i>f<sub>r<sub>a</sub></sub></i>
1	0,045	0,023	0,77	0,0077	0,0077	0,0002	0,77
2	0,071	0,058	0,89	0,0089	0,0166	0,0005	1,66
3	0,160	0,115	3,68	0,0368	0,0534	0,0043	5,34
4	0,500	0,330	1,04	0,0104	0,0638	0,0034	6,38
5	0,630	0,565	4,25	0,0425	0,1063	0,0240	10,63
6	1,250	0,940	3,58	0,0358	0,1421	0,0337	14,21
7	2,000	1,625	3,48	0,0348	0,1769	0,0566	17,69
8	3,150	2,575	3,93	0,0393	0,2162	0,1012	21,62
9	5,000	4,075	6,91	0,0691	0,2853	0,2816	28,53
10	6,300	5,650	71,47	0,7147	1	4,0381	100,00
Σ			100,00	1		4,5434	

Para el valor del diámetro promedio global del tamaño de la partícula se utilizó la siguiente fórmula.

$$D_p = \sum_{i=1}^n f_{r_i} * D_{p_i} = 4,5434 \quad (4.1)$$

**FIGURA 4.9:** Análisis granulométrico para determinar diámetro promedio del tamaño de partícula.

El diámetro promedio global del tamaño de la partícula de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, se presenta en la tabla 4.4., cuyo resultado es igual a 4,5434 mm. Para mayor detalle de los cálculos realizados que incluye la preparación de la muestra ver anexo 06.



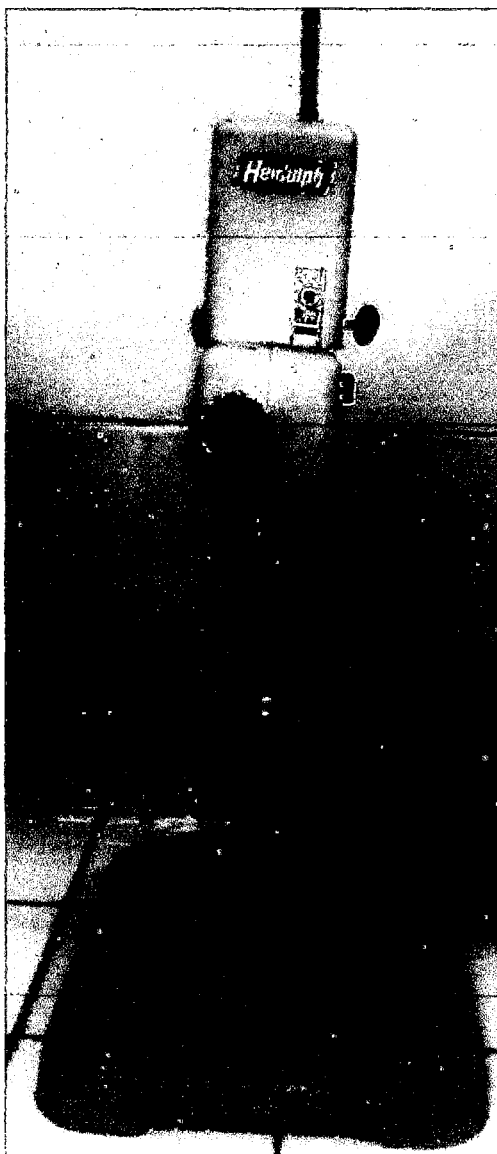
**FIGURA 4.10:** Masa retenida en los diferentes tamices usados para el análisis granulométrico.

#### 4.4. EFECTO DE LA AGITACIÓN EN LA EXTRACCIÓN

El grado de agitación conferida al sistema de extracción sólido-líquido define la hidrodinámica del medio de lixiviación, tal que a mayor turbulencia de la mezcla sólido líquida se promueve la suspensión y se facilita la extracción de los solubles debido a la difusión convectiva desarrollada hacia el medio líquido.

Se ha evaluado la extracción de los sólidos solubles a diferentes revoluciones por minuto (RPM) del agitador Heidolph, con el cual se va llevar a cabo la evaluación de las otras variables posteriormente, se efectuaron 5 niveles y con parámetros máximos de los demás factores de extracción: temperatura (92 °C), tiempo de contacto (10 min), relación de alimentación – disolvente (1:8) y tamaño de partícula (4,5434 mm). Los

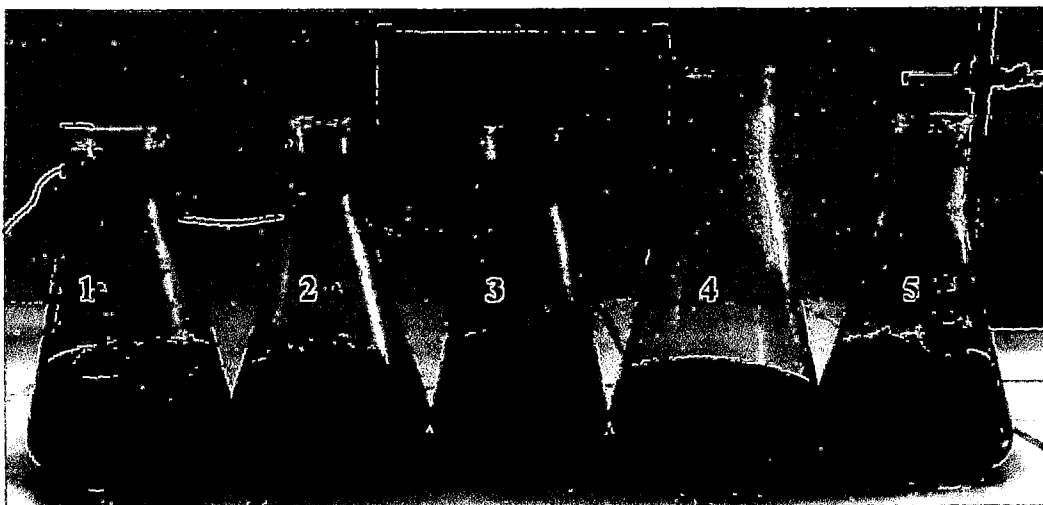
resultados se muestran en la tabla 4.5 y la figura 4.13.



**FIGURA 4.11:** Equipo de agitación Heidolph.

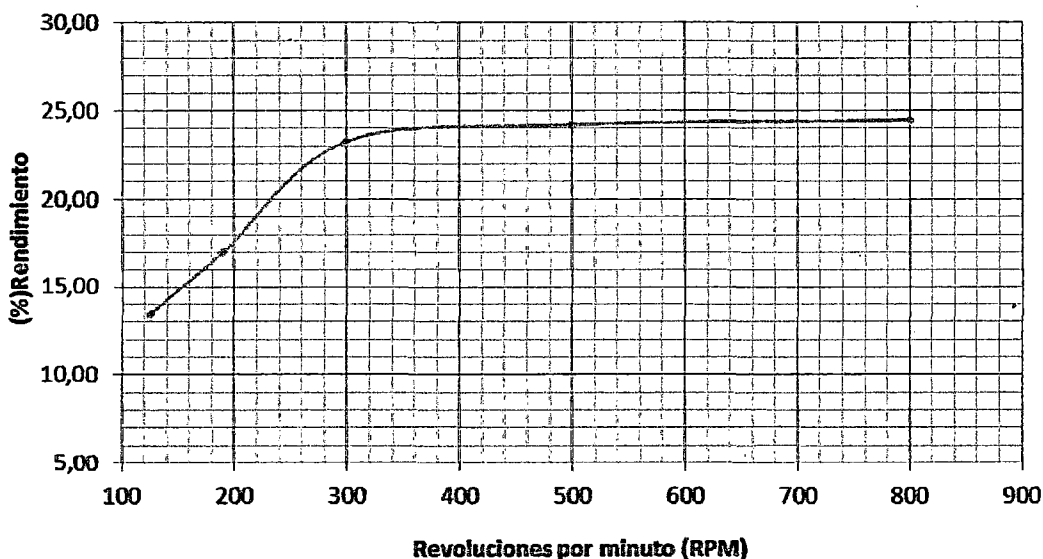
**TABLA 4.5:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según la velocidad de agitación.

Nº	VELOCIDAD DEL AGITADOR (RPM)	%RENDIMIENTO
1	125	13,4425
2	190	17,0131
3	300	23,2805
4	500	24,2256
5	800	24,4772



**FIGURA 4.12:** Extractos de los ensayos de laboratorio para determinar la velocidad de agitación óptima.

Cabe mencionar que aunque el equipo de agitación maneja rango de velocidades de 45 a 2000 RPM, la evaluación se realizó hasta cinco niveles, es decir hasta la velocidad de agitación de 800 RPM, no se prosiguió a más RPM, porque la agitación es fuerte y expulsa las partículas sólidas de la corona de maíz morado hacia las paredes del recipiente (olla), no permitiendo un manejo adecuado de contacto entre ambas fases. Adicional a ello se muestra claramente en la figura 4.13 que no hay un incremento significativo a partir de las 300 RPM, esto sugiere que a mayores revoluciones o velocidades de agitación no se incrementará notablemente el porcentaje de rendimiento del soluto extraído.



**FIGURA 4.13:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función a la velocidad de agitación.

De los resultados obtenidos se determinó que la velocidad de agitación óptima para la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 –Negro Canaán es de 300 RPM.

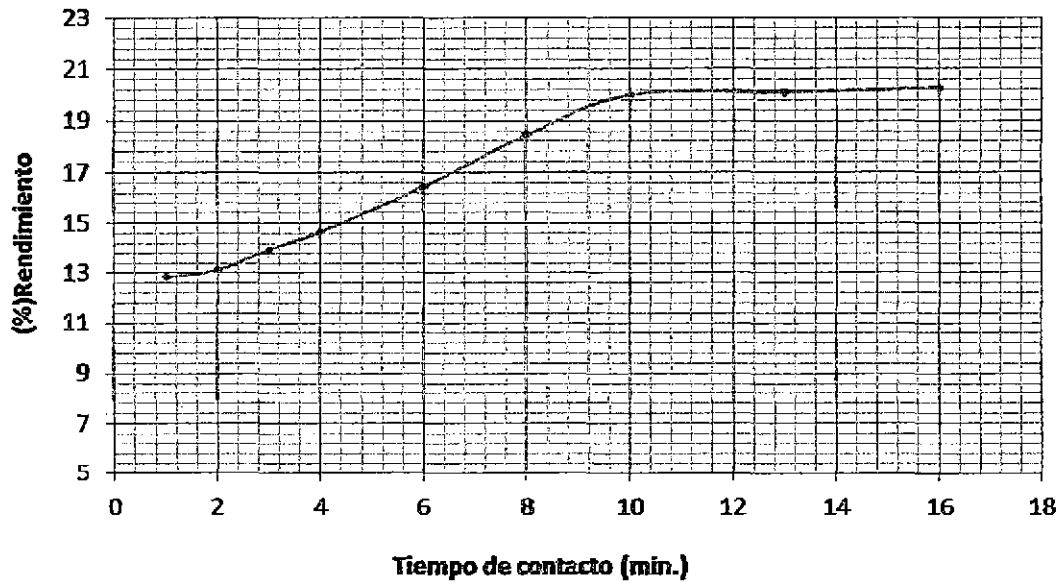
#### 4.5. EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA EXTRACCIÓN SIN AGITACIÓN

Se realizaron los ensayos de laboratorio con la finalidad de determinar el tiempo de contacto óptimo sin agitación entre la alimentación (fase sólida - coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán) y el disolvente (agua caliente). Para ello se estableció nueve niveles de variación de tiempo para observar el rendimiento de soluto extraído, en la tabla 4.6 y con parámetros máximos de los demás factores de extracción: temperatura (92 °C), relación de alimentación – disolvente (1:8) y tamaño de partícula (4,5434 mm). Se muestra que del tiempo de contacto de un minuto hasta el nivel siete o 10 minutos de contacto existe un incremento significativo del porcentaje de rendimiento del soluto extraído, contrariamente a esto ocurre a partir de los 10 minutos de contacto, es decir que el comportamiento tiende a ser constante ya que no hay una variación significativa en el porcentaje de rendimiento del soluto extraído.

La representación gráfica del comportamiento ya descrito se presenta en la figura 4.14.

**TABLA 4.6:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según el tiempo de contacto sin agitación.

Nº	TIEMPO (MIN)	%RENDIMIENTO
1	1	12,8565
2	2	13,1124
3	3	13,9609
4	4	14,6720
5	6	16,4433
6	8	18,4511
7	10	20,0189
8	13	20,1193
9	16	20,2718



**FIGURA 4.14:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función al tiempo de contacto sin agitación.

El tiempo de contacto para la máxima extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán se lograría cuando en la curva de rendimiento de soluto extraído con respecto al tiempo de contacto en la operación de lixiviación la curva sea asintótica con una pendiente de cero, esto significa que el rendimiento tiende a ser constante o que sus variaciones son insignificantes. Según el método gráfico se tiene que el tiempo de contacto óptimo sin agitación es de 10,07 minutos.

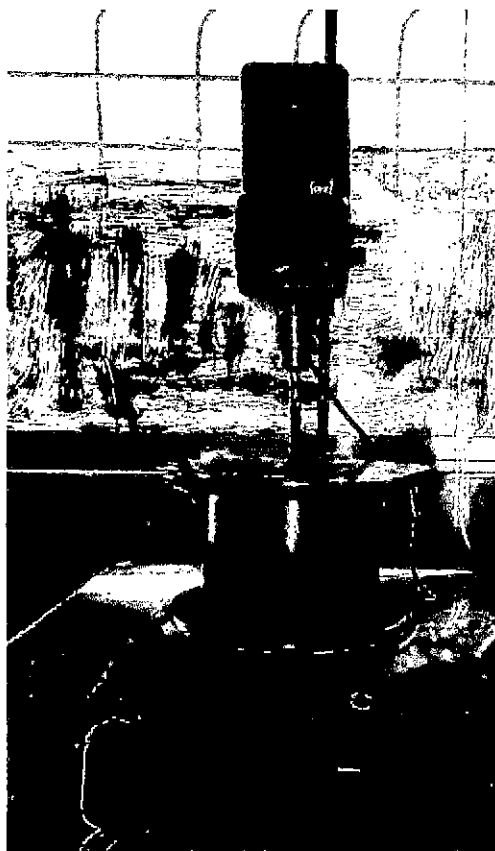
El uso más frecuente de la coronta de maíz morado a nivel familiar es la preparación de una bebida (chicha morada) a base de esta, por lo que se vio por conveniente la evaluación del tiempo de contacto óptimo sin agitación ya que a nivel familiar no se cuenta con un equipo de agitación. Por lo tanto el valor del tiempo de contacto óptimo sin agitación significa que a tiempos mayores a éste, el rendimiento no se incrementaría notablemente y por consiguiente ya no es necesario seguir sometiendo la preparación a ebullición que engloba asumir costos innecesarios.

#### 4.6. EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA EXTRACCIÓN CON AGITACIÓN

En este caso se realizaron los ensayos con la finalidad de determinar el tiempo de contacto óptimo con agitación entre la alimentación (fase sólida - coronta de maíz



morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán) y el disolvente (agua caliente). Para ello se estableció siete niveles de variación de tiempo para observar el rendimiento de soluto extraído.

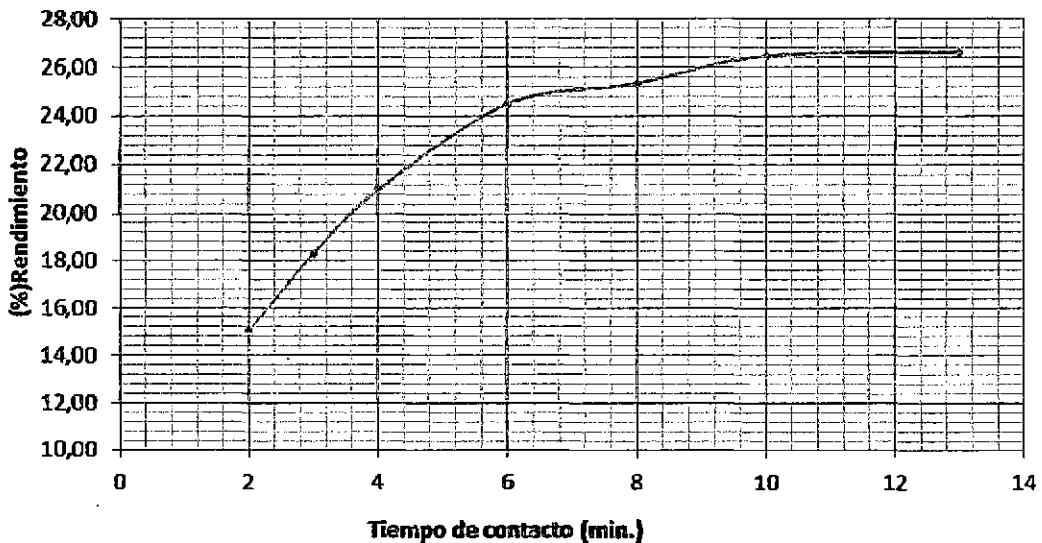


**FIGURA 4.15:** Ensayo de laboratorio en función al tiempo de contacto.

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 4.7 y en la figura 4.16.

**TABLA 4.7:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según el tiempo de contacto con agitación.

Nº	TIEMPO (MIN)	%RENDIMIENTO
1	2	15,0401
2	3	18,3196
3	4	20,9624
4	6	24,4993
5	8	25,3416
6	10	26,4638
7	13	26,6191



**FIGURA 4.16:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función al tiempo de contacto con agitación.

Para este ensayo como se observa en la tabla 4.7, se estableció siete niveles de variación de tiempo para observar el rendimiento de soluto extraído y con parámetros máximos de los demás factores de extracción: temperatura (92 °C), velocidad de agitación (300 RPM), relación de alimentación – disolvente (1:8) y tamaño de partícula (4,5434 mm).

El tiempo de contacto para la máxima extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán se lograría cuando la curva de rendimiento de soluto extraído con respecto al tiempo de contacto con agitación tienda a ser constante o que sus variaciones son insignificantes. Según el método gráfico se tiene que el tiempo de contacto óptimo con agitación es de 6,24 minutos.

El resultado obtenido es coherente, debido a que la agitación agrega al sistema u extracción sólido - líquido mayor eficiencia y por ende mayor rendimiento a comparación de no contar con la operación de agitación. Esto responde a que el tiempo óptimo de contacto entre la coronta de maíz morado y el disolvente es menor a comparación con el tiempo de contacto sin agitación.

#### **4.7. EFECTO DE LA RELACIÓN DE ALIMENTACIÓN CON DISOLVENTE EN LA EXTRACCIÓN**

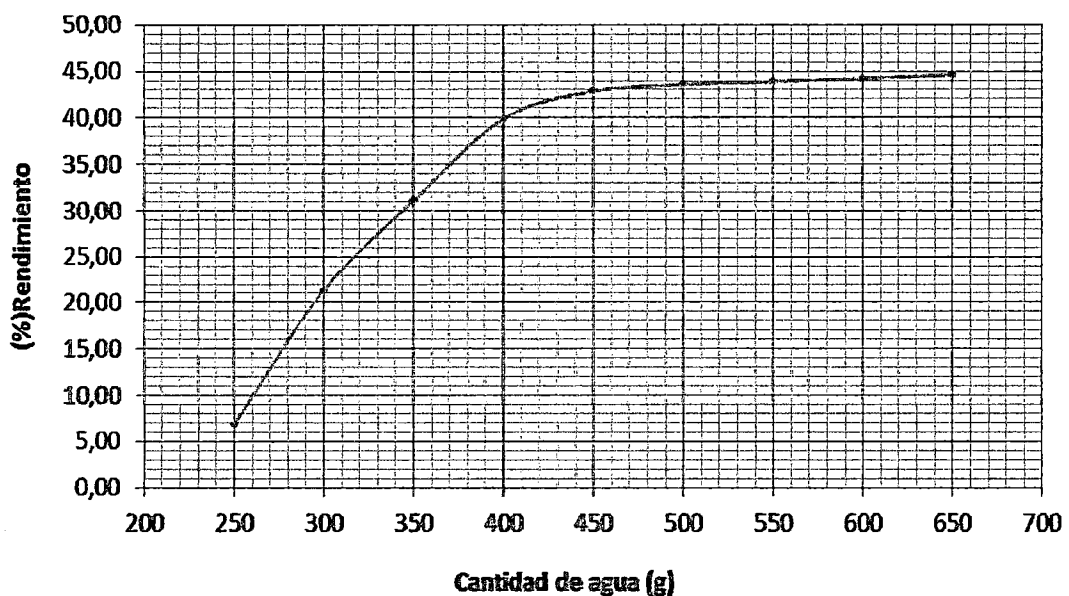
La finalidad en los ensayos realizados en esta parte del trabajo es evaluar el efecto que

tiene el factor alimentación/disolvente sobre el rendimiento de la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

Los resultados se presentan en la tabla 4.8 y la figura 4.17.

**TABLA 4.8:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según la cantidad de disolvente.

Nº	RELACIÓN (F/D)	CANTIDAD DE AGUA (g)	%RENDIMIENTO
1	1:5	250	6,8161
2	1:6	300	21,3573
3	1:7	350	31,1152
4	1:8	400	39,9057
5	1:9	450	42,8609
6	1:10	500	43,5814
7	1:11	550	43,8882
8	1:12	600	44,2315
9	1:13	650	44,6078



**FIGURA 4.17:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función a la cantidad de disolvente.

Se realizaron los ensayos con nueve niveles del factor alimentación/disolvente y con

parámetros máximos de los demás factores de extracción: temperatura (92 °C), velocidad de agitación (300 RPM), tiempo de contacto (6,24 minutos) y tamaño de partícula (4,5434 mm).

Se observa en la figura 4.17 un comportamiento directo del rendimiento de la extracción de los sólidos solubles con la cantidad de disolvente. El incremento del rendimiento es apreciable hasta la cantidad de agua de 450 g. Sin embargo, al incrementar mayor cantidad de agua en la operación de lixiviación manteniendo la masa de alimentación constante, a partir de 450 g, se obtienen incrementos de rendimientos menores, dicha tendencia se observa en la tabla 4.8 y la figura 4.17.

Se determina que la cantidad de disolvente es 420,91 g que corresponde a una relación de disolvente y alimentación (D/F) de 8,4181.

#### 4.8. EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA EXTRACCIÓN

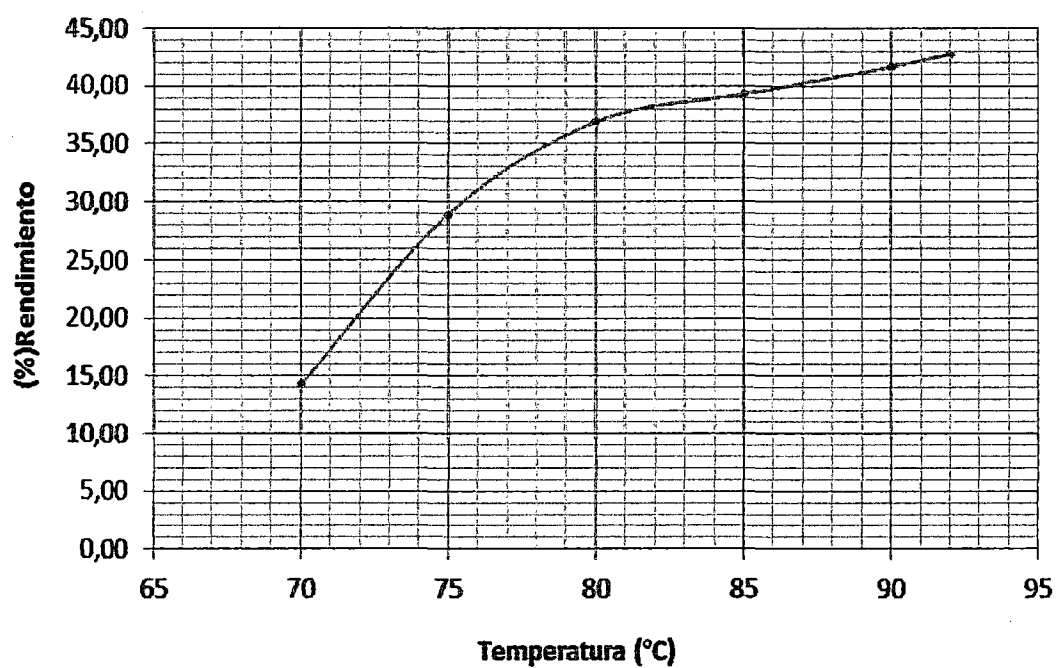
Con la finalidad de observar la variación del rendimiento de la extracción de soluto, se realizaron ensayos a distintas temperaturas. Se trabajó con seis niveles de temperatura, desde 70 °C hasta 92 °C y con parámetros máximos de los demás factores de extracción: velocidad de agitación (300 RPM), relación de alimentación – disolvente (1: 8,4181) o cantidad de disolvente (420,91 g), tiempo de contacto (6,24 minutos) y tamaño de partícula (4,5434 mm), como se muestra en la tabla 4.9 y la figura 4.19.

**TABLA 4.9:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído según la temperatura.

Nº	TEMPERATURA (°C)	% RENDIMIENTO
1	70	14,2312
2	75	28,9352
3	80	36,9298
4	85	39,3237
5	90	41,6617
6	92	42,7765



**FIGURA 4.18:** Sistema termostato – agitación utilizado en los ensayos.



**FIGURA 4.19:** Porcentaje de rendimiento del soluto extraído en función a la temperatura.



En la figura 4.19 se observa una relación directa entre la temperatura y la cantidad de sólidos solubles extraídos de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. La pendiente de esta relación es ascendente hasta 80 °C, luego de ello se tiene una caída de la pendiente, cuyos incrementos de rendimiento del soluto extraído no son apreciables. Utilizando el método de optimización de gradientes y la búsqueda de sección dorada, se determinó que la temperatura óptima es de 79,05 °C.

#### 4.9. DETERMINACIÓN DE LA CURVA DE EQUILIBRIO

Para evaluar la operación de lixiviación se requiere de una ecuación de línea de operación o relación de balance de materia y las relaciones de equilibrio entre ambas corrientes, para mayor detalle sobre el procedimiento para elaborar la curva de equilibrio sólido – líquido ver anexo 07.

Los casos específicos bajo las cuales se elaboran los diagramas de lixiviación son:

- Solución retenida constante
- Solución retenida no constante

##### 4.9.1. Solución retenida constante

Para trazar la línea de corriente de residuos en el triángulo, se determina el punto de intersección con los catetos del triángulo rectángulo, denominado como el punto de intersección  $X_p$ , cuyo cálculo en función de la solución retenida es:

$$K = \frac{SR}{I} = \frac{m_A + m_D}{m_I} = \text{Constante}$$

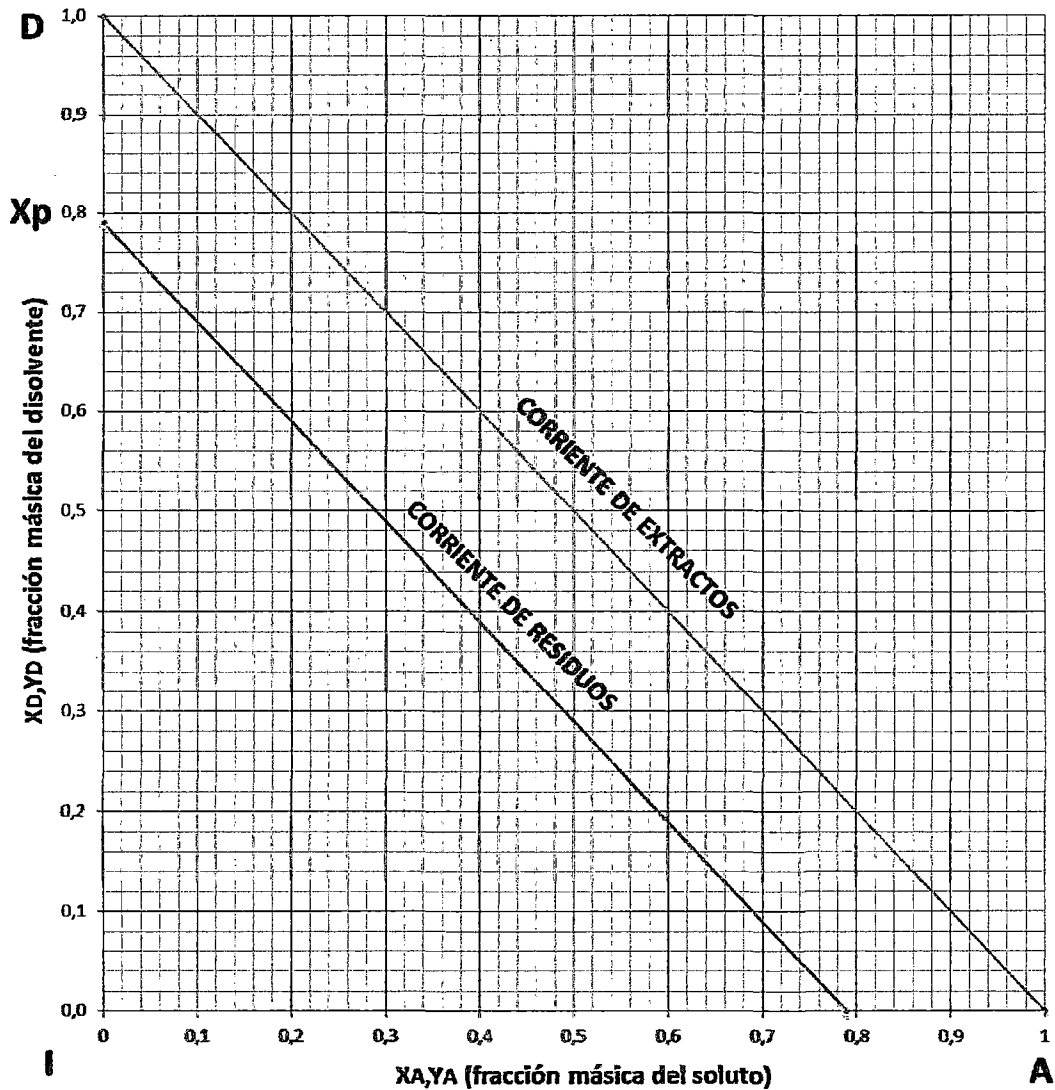
$$K = \frac{(2,9729 + 139,5761)}{39,4660} = 3,6119$$

$$X_p = \frac{k}{1 + k} \quad (4.2)$$

$$X_p = 0,7895$$

Donde:

- SR : solución retenida  
 I : insolubles  
 $m_A$  : masa de solubles  
 $m_D$  : masa de disolvente



**FIGURA 4.20:** Curva de equilibrio sólido - líquido (SR/I constante).

#### 4.9.2. Solución retenida no constante

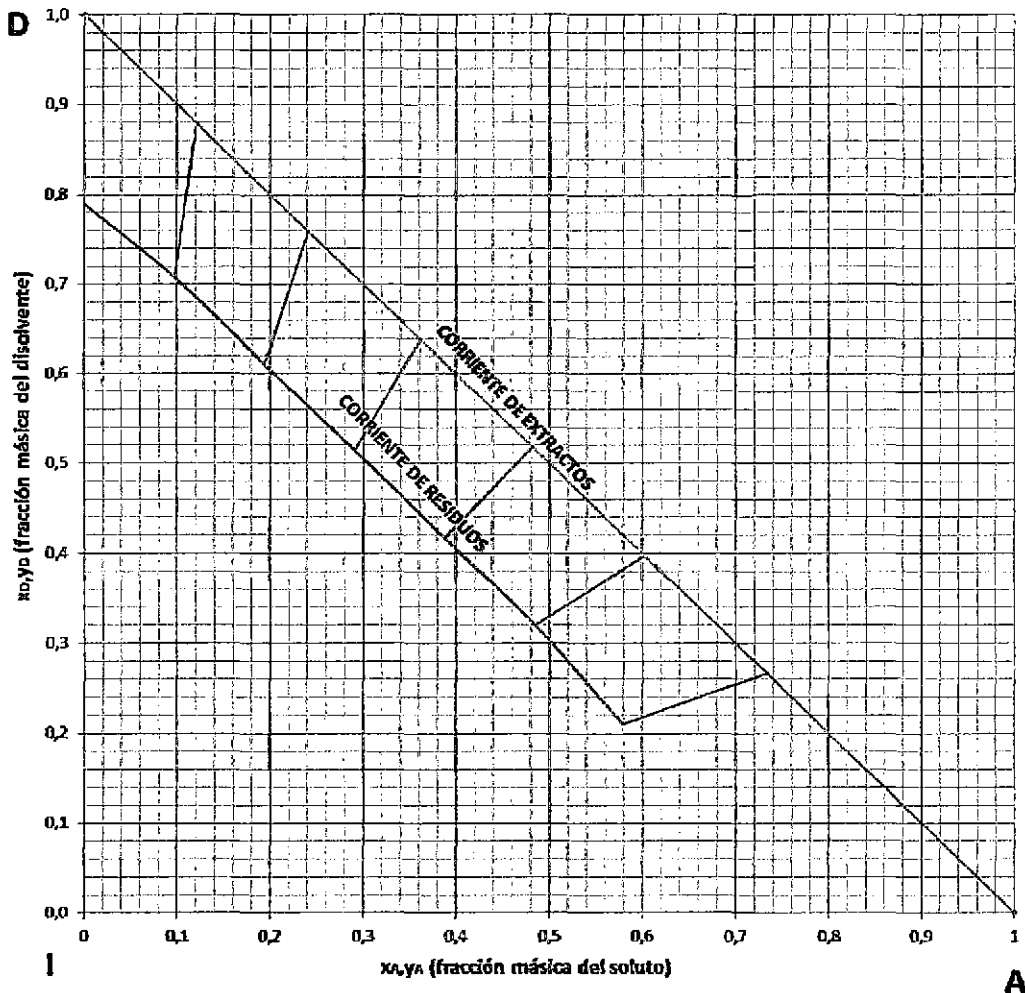
Para el caso de la evaluación de la curva de equilibrio sólido - líquido en el cual no se considera constante la relación de solución retenida, se obtienen datos experimentales de la variación de cantidad y composición de la solución retenida en los sólidos en



función de la composición del soluto. Cuando  $k$  es variable, la corriente de residuos adquiere una curvatura. Los datos de equilibrio se presentan en la tabla 4.8 y la representación gráfica en la figura 4.21.

**TABLA 4.10:** Datos de equilibrio sólido – líquido.

N°	$Y_i$	$k_i$	$X_i$	$X_{Di}$
1	0,0000	3,7511	0,0000	0,7895
2	0,1205	4,1163	0,0969	0,7076
3	0,2410	4,1163	0,1939	0,6107
4	0,3615	4,1163	0,2908	0,5137
5	0,4820	4,1163	0,3878	0,4168
6	0,6026	4,1163	0,4848	0,3197
7	0,7337	3,7511	0,5793	0,2102



**FIGURA 4.21:** Curva de equilibrio sólido - líquido (SR/I no constante)



Las fórmulas empleadas en los cálculos son:

$$x_i = \frac{y_i * k_i}{1 + k_i} \quad (4.3)$$

$$x_{Di} = \frac{(1 - y_i)k_i}{1 + k_i} \quad (4.4)$$

#### 4.10. BALANCE DE MATERIA

En el balance de materia de la operación unitaria de lixiviación en la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, se tienen los balances de materia experimental y teórico, los cuales se describen a continuación.

##### 4.10.1. Balance de materia experimental

Con los ensayos de laboratorio realizados se tiene el balance de materia respectivo cuyos resultados son los siguientes:

➤ Alimentación:

$$\begin{aligned} F &= 50,0000 \text{ g} \\ x_F &= 0,1068 \\ x_{DF} &= 0,1039 \\ x_i &= 0,7893 \end{aligned}$$

➤ Disolvente:

$$D = 411,7750 \text{ g}$$

➤ Extracto:

$$\begin{aligned} E_i &= 279,7600 \text{ g} \\ y_i &= 0,0085 \end{aligned}$$

➤ Refino:

$$\begin{aligned} R_i &= 182,0150 \text{ g} \\ x_i &= 0,0163 \end{aligned}$$



En la figura 4.22 se muestra los resultados experimentales.

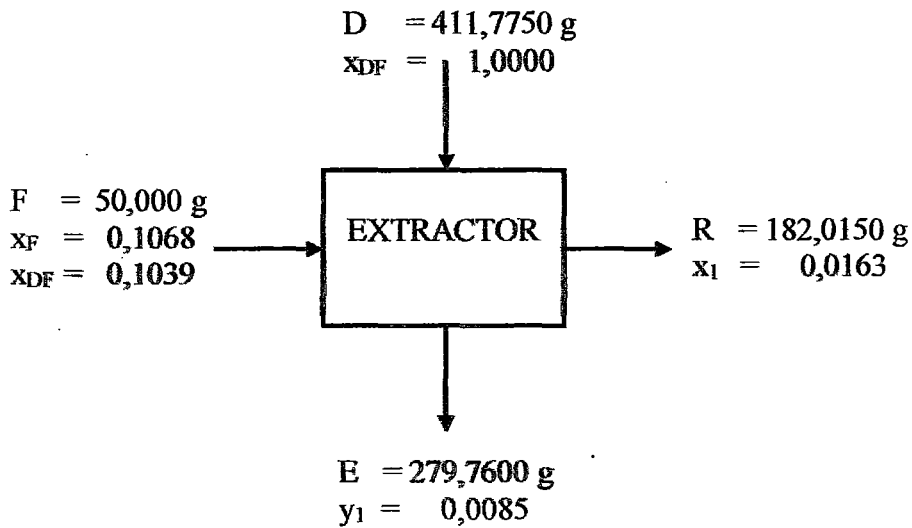


FIGURA 4.22: Balance de materia experimental.

Calculamos el porcentaje de rendimiento de la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

$$\% \text{ soluto extraído} = \left[ \frac{E_1 * y_1}{F * x_F} \right] * 100 \tag{4.5}$$

$$\% \text{ soluto extraído} = \left[ \frac{279,7600 * 0,0085}{50,000 * 0,1068} \right] * 100$$

$$\% \text{ soluto extraído} = 44,5311$$

#### 4.10.2. Balance de materia teórico

El balance de materia teórico utilizando la curva de equilibrio sólido – líquido, con las condiciones de operación de lixiviación, se realizó utilizando el software EXTRASL. La alimentación de datos para este programa son la cantidad de matriz sólida (coronta de maíz morado), disolvente (agua) y sus respectivas composiciones dadas en fracciones másicas tal como se muestra en la figura 4.23.

El sistema de operación es del tipo batch de una etapa, cuyos resultados se muestran en la figura 4.24 y su respectivo balance de materia en la figura 4.25.

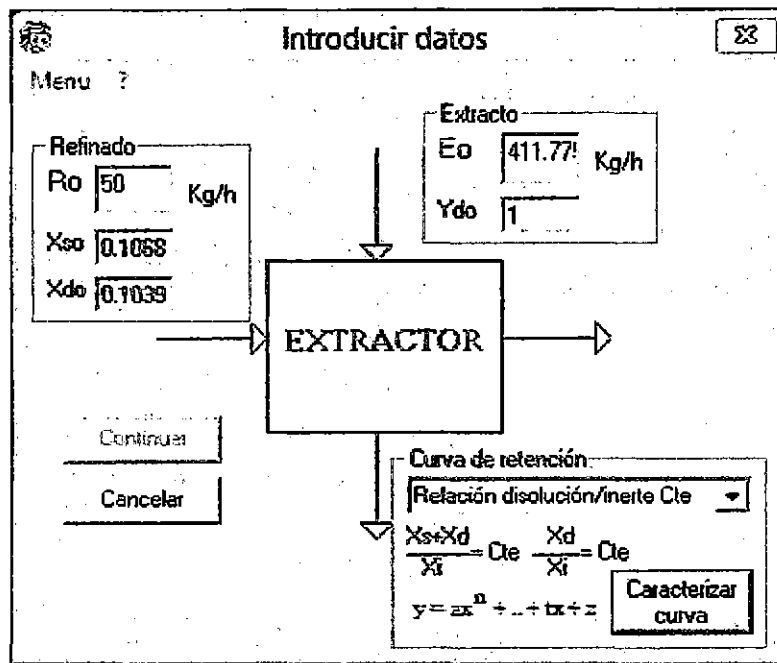


FIGURA 4.23: Alimentación de datos en el software EXTRASL.

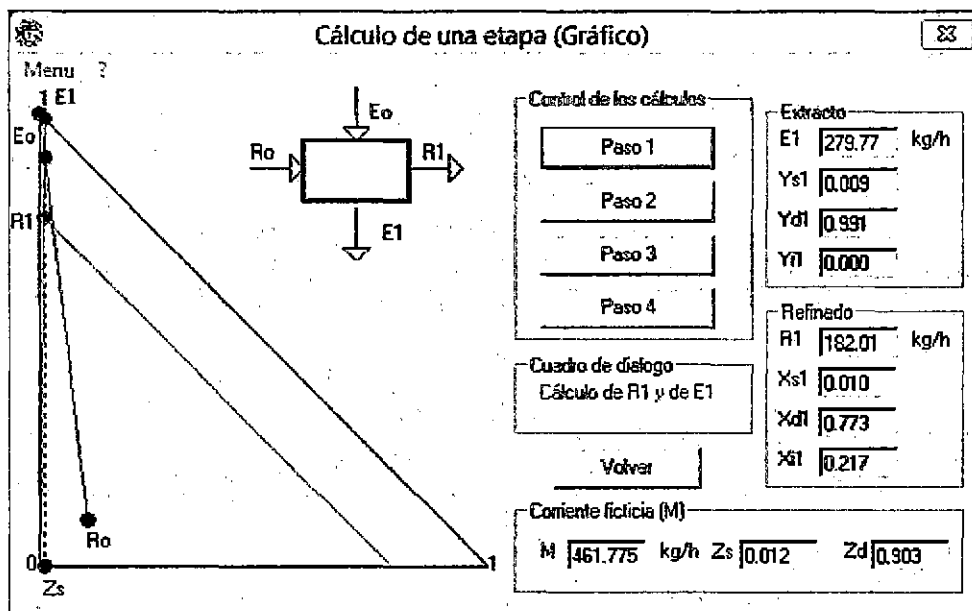


FIGURA 4.24: Resolución gráfica consecutiva de la extracción de soluto de la coronta de maíz morado con las condiciones de operación de lixiviación.

➤ Alimentación:

- F = 50,000 g
- $X_F$  = 0,1068
- $X_{DF}$  = 0,1039
- $X_I$  = 0,7893



➤ **Disolvente:**

$$D = 411,7750 \text{ g}$$

➤ **Extracto:**

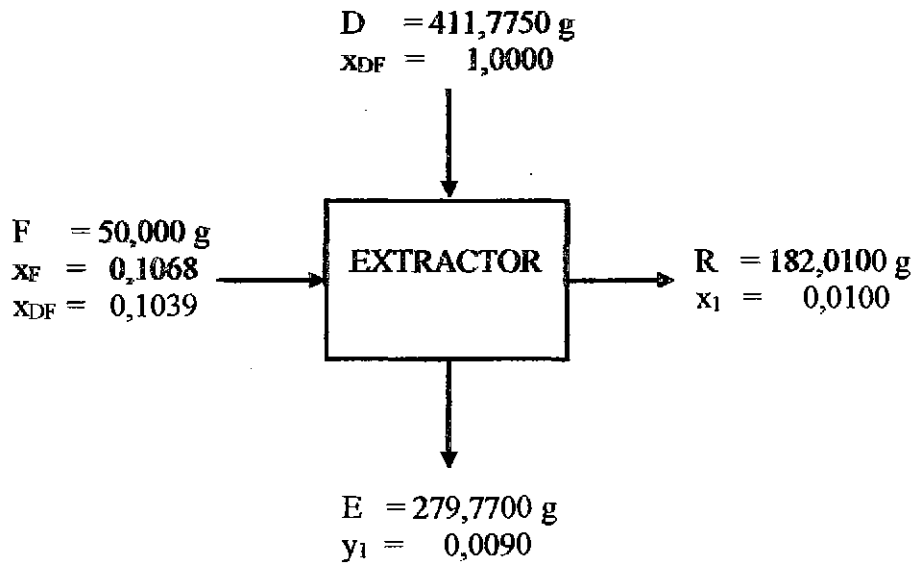
$$E_1 = 279,7700 \text{ g}$$

$$y_1 = 0,0090$$

➤ **Refino:**

$$R_1 = 182,0100 \text{ g}$$

$$x_1 = 0,0100$$



**FIGURA 4.25:** Balance de materia teórico.

Calculamos el porcentaje de rendimiento de la extracción de soluto de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

$$\% \text{ soluto extraído} = \left[ \frac{E_1 * y_1}{F * x_F} \right] * 100$$

$$\% \text{ soluto extraído} = \left[ \frac{279,7700 * 0,0090}{50,000 * 0,1068} \right] * 100$$

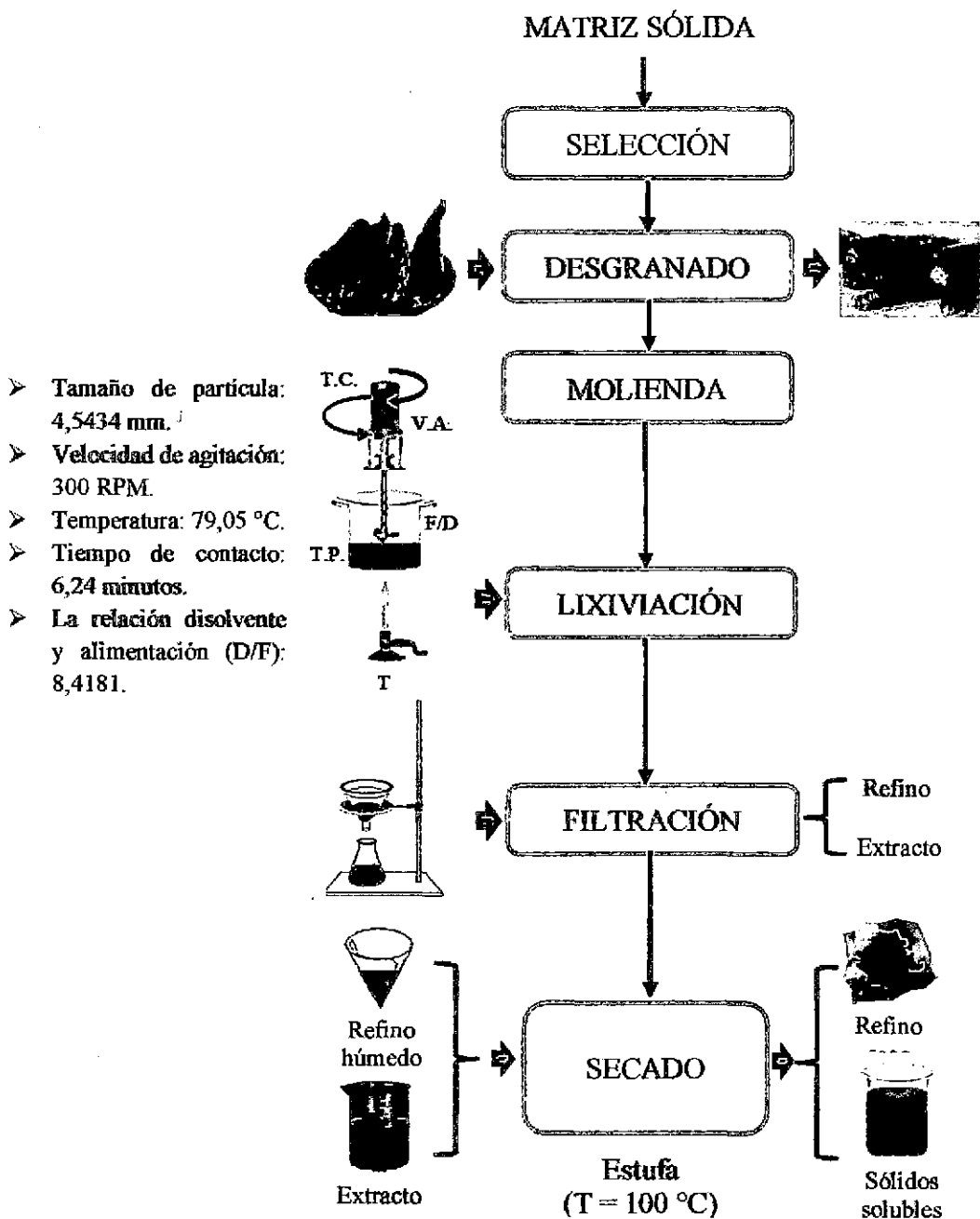
$$\% \text{ soluto extraído} = 47,1522$$

Se observa que el resultado experimental de rendimiento de extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán es

menor con respecto a los cálculos teóricos determinados a partir de la curva de equilibrio sólido – líquido.

#### 4.11. PROPUESTA TECNOLÓGICA CON LAS CONDICIONES ÓPTIMAS PARA LA EXTRACCIÓN DE LOS SÓLIDOS SOLUBLES DE LA CORONTA DE MAÍZ MORADO

El procedimiento general de la propuesta tecnológica con las condiciones óptimas se muestra en la figura 4.26.



**FIGURA 4.26:** Diagrama de bloques de la propuesta tecnológica con las condiciones óptimas.



A continuación se presenta el procedimiento para determinar el porcentaje de rendimiento del soluto extraído a partir de la lectura de absorbancia del extracto obtenido en cada ensayo de laboratorio.

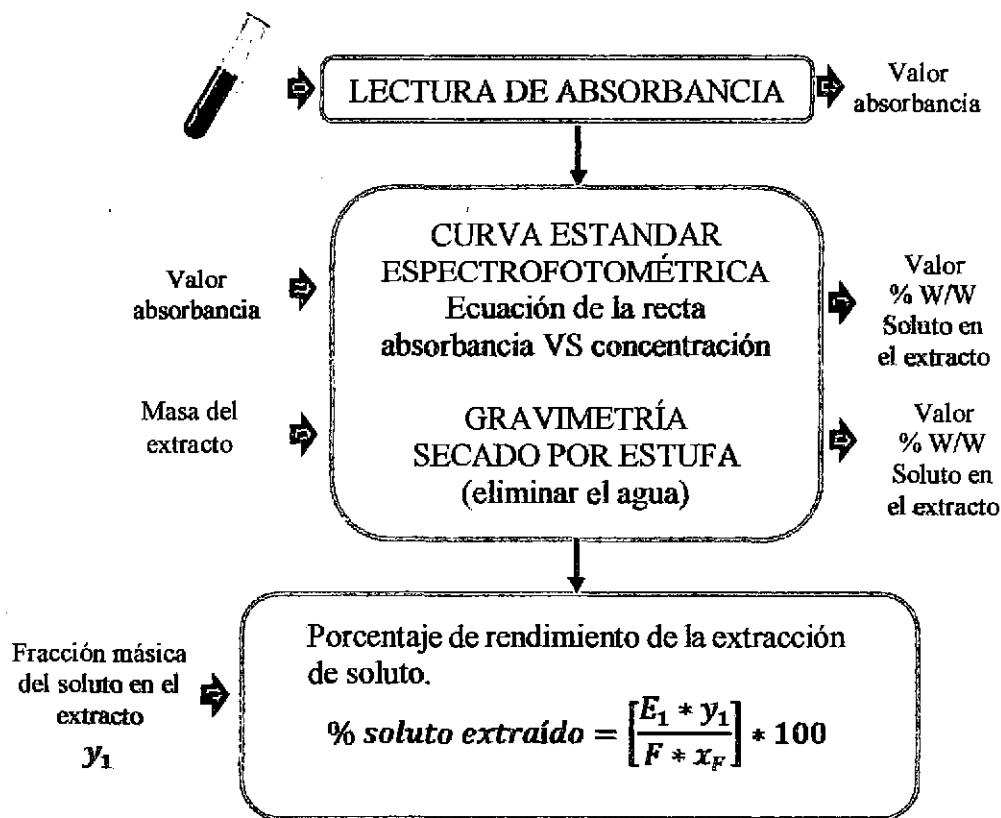


FIGURA 4.27: Procedimiento para determinar el porcentaje de rendimiento del soluto extraído.

## CONCLUSIONES

1. Los parámetros principales que influyen en la operación de lixiviación en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, por el sistema batch, son: tamaño de partícula, velocidad de agitación, temperatura, tiempo de contacto de las fases y la relación de alimentación-disolvente.
2. Los componentes fundamentales de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán en la operación de lixiviación son:
  - a. Fracción másica porcentual de soluto,  $x_F$ : 10,68% en peso.
  - b. Fracción másica porcentual de disolvente  $x_{DF}$ : 10,39% en peso.
  - c. Fracción másica porcentual de insolubles,  $x_i$ : 78,93% en peso.
3. Los parámetros óptimos de extracción para la obtención del extracto de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán en medio acuoso son:
  - a. Tamaño de partícula: diámetro medio global de 4,5434 mm.
  - b. Velocidad de agitación: 300 RPM.
  - c. La temperatura del disolvente es de: 79,05 °C.
  - d. Tiempo de contacto entre las fases sólido – líquido: 6,24 minutos.
  - e. La relación de disolvente y alimentación (D/F): 8,4181.
4. El rendimiento experimental de la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, con los parámetros óptimos determinados es de 44,5311 %.
5. El tiempo de contacto sin agitación, para la máxima extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán es de 10,07 minutos.
6. El rendimiento utilizando el software EXTRASL (teórico) para la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán, con los parámetros óptimos determinados es de 47,1522 %.



## RECOMENDACIONES

1. Realizar los ensayos a mayor escala con la finalidad de relacionarlos con los resultados a nivel de laboratorio, y plantear el escalamiento a nivel de planta piloto. Asimismo estos ensayos se deben realizar como mínimo con dos repeticiones con la finalidad de minimizar los errores sistemáticos y aleatorios.
2. Es necesario desarrollar la lixiviación en corriente cruzada y/o contracorriente para obtener mayores rendimientos con los parámetros óptimos que se obtendrán y que se pueda adaptar fácilmente a nuestra realidad, los mismos que deben estar a disposición de los productores.
3. El Gobierno Regional de Ayacucho debe trabajar en elaboración y ejecución de proyectos y/o planes de acción para el fortalecimiento de la cadena productiva del maíz morado articulando a los actores de tal forma que aprovechen las oportunidades y actúen con responsabilidad social en función del mejoramiento de sus condiciones de vida y de su entorno. Con ello se tendrá mejores rendimientos, mayor producción y por ende mayor rentabilidad ya que el maíz morado es un producto potencial y altamente demandado por el mercado nacional e internacional.
4. Realizar la difusión a la población del resultado obtenido del tiempo de contacto sin agitación entre el disolvente y la coronta de maíz morado para el uso de ellos en sus hogares, siendo éste de 10 minutos.
5. Evaluar otros solventes y factores que puedan influir en la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado.
6. Desarrollar la cuantificación de antocianinas de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán con el método del pH diferencial.



## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALMEIDA GUDIÑO, Jenny Fernanda.  
2012 Investigación desarrollada en la Universidad Politécnica Nacional de Ecuador: "Extracción y Caracterización del colorante natural del maíz negro (*Zea mays L.*) y determinación de su actividad antioxidante". Quito - Ecuador.
2. RUBIO HERNANDEZ, David; SALINAS MORENO, Yolanda y DIAZ VELAZQUEZ, David.  
2005 Tesis desarrollado en la Universidad Autónoma Chapingo: "Extracción y uso de pigmentos del maíz morado (*Zea mays L.*) como colorantes en yogur". Chapingo - México.
3. CUEVAS MONTILLA, Elyana, ANTEZANA A. y WINTERHALTER P.  
2008 Revista del encuentro final ALFA LAGROTECH (Red Química y Tecnológica de Productos Agroindustriales Latinoamericanos), 2008 (79-95): "Análisis y caracterización de antocianinas en diferentes variedades de maíz (*Zea mays*) boliviano". Bolivia.
4. RUIZ GARAY, German Martín y SAAVEDRA ROTTA, Juan José.  
2007 Tesis desarrollada en la Universidad Nacional Mayor de San Marcos: "Determinación de los Parámetros Óptimos de Funcionamiento para un Equipo de Extracción Solido-Líquido en la Extracción de aceite esencial de naranja usando un sistema cascara de naranja- alcohol etílico". Lima.
5. GORRITI GUTIÉRREZ, Arilmí.  
2010 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Farmacia y Bioquímica: Extracción de antocianinas de las corontas de *Zea mays L.* "maíz morado". Investigación del Proyecto No. 317-2007-CONCYTEC. Lima.



6. **MEDINA REGALADO, Gina.**  
2012 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión: “Extracción del colorante antocianina a partir del maíz morado y su aplicación en la Industria Alimentaria”. Lima.
7. **QUISPE A., HUERTA C., CASTRO N., ESPINOZA y FALCON P.**  
2007 Revista Científica UNASAM Vol. 06, (78 - 86): Extracción del colorante antocianina a partir del maíz morado y su aplicación en la Industria Alimentaria. Ancash.
8. **VÉLEZ URRELO, Patricia.**  
2005 Tesis desarrollada en la Universidad Nacional Agraria de la Selva: “Cuantificación de antocianinas en el maíz morado (*Zea mays L.*), tratados con ultrasonido”. Huánuco.
9. **VALER BÉJAR, Liliana Karin.**  
2013 Tesis desarrollada en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga: “Determinación de parámetros óptimos en la extracción de sólidos solubles de la corteza de uña de gato (*Uncaria tomentosa*) por lixiviación”. Huamanga, Ayacucho.
10. **ROJAS JARA, Enma Luisa.**  
2012 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga: “Determinación de los parámetros de operación del equipo modular de extracción sólido-líquido de la FIQM en la extracción del café (*Coffea*)”. Ayacucho.
11. **VÉLIZ FLORES, RAÚL RICARDO.**  
2001 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga: Diseño de Equipos de Procesos para una Planta de Extracción de Aceite de Soja. Ayacucho.

12. ROMERO CABEZAS, Vivian.  
2005 Tesis desarrollada en la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga: Puesta en Marcha y Optimización de Parámetros de Operación del Equipo de Extracción Sólido-Líquido. Ayacucho.
13. ARIAS JARA, Alfredo.  
2011 Fundamentos y aplicaciones de Transferencia de Masa. 1ra edición. Ayacucho – Perú.
14. TREYBAL E. Robert  
Operaciones de transferencia de masa. Profesor de Ingeniería Química. Universidad de Rhode Island. Segunda edición. Edit. MCGRAW-HILL.
15. GEANKOPLIS, Christie J.  
1998 Operaciones de transferencia de masa. Profesor de Ingeniería Química. Universidad de Rhode Island. Segunda edición. Edit. Continental, S.A. México.
16. WARREN L. Mc Cabe, SMITH, Julián C., HARRIOT, Peter.  
1991 Operaciones unitarias en ingeniería química. Cuarta edición. Edit. McGraw-Hill-interamericana. España.
17. SEVILLA, R. Y VALDEZ, A.  
1985 Estudio de factibilidad del cultivo de maíz morado. Fondo de Promoción y Exportación (FOPEX). Lima – Perú.
18. FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación).  
2000 Estadísticas FAOSTAT: Usos del maíz en la alimentación. .  
Consulta: 13 marzo de 2015.  
< <http://www.fao.org/docrep/003/x7650s/x7650s08.htm>>

19. **MANRIQUE TABOADA, Angeli.**  
2002 El Maíz Morado en el Perú. Segunda Edición. Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología. Lima – Perú.
20. **MANRIQUE CHÁVEZ, Antonio**  
2000 Maíz morado Peruano. Instituto Nacional de Investigación Agraria (Serie Folleto R.I. N° 04-00), Lima – Perú.
21. **YÁNEZ, C., ZAMBRANO, J. Y HEREDIA, J.**  
2003 Catálogo de recursos genéticos de maíces de altura ecuatorianos INIAP, Programa de Maíz. Quito – Ecuador.
22. **ENCICLOPEDIA AGROPECUARIA TERRANOVA.**  
2001 Producción Agrícola I. Terranova Editor, Vol 1. Bogotá – Colombia.
23. **MAPES, C., KATO, T., MERA, L., SERRATOS, J. y BYE, R.**  
2009 Origen y diversificación del maíz: Una revisión analítica, Comisión Nacional para el conocimiento y uso de la biodiversidad, Universidad Nacional Autónoma de México. México.
24. **PARSONS, David B.**  
1990 Maíz. Manuales para educación agropecuaria. Editorial Trillas. México.
25. **LEON ARGUEDAS, Jorge.**  
1999 Fundamentos botánicos de los cultivos tropicales. Instituto Interamericano de ciencias agrícolas de la O.E.A. 2da. Edición. Editorial IICA. San José – Costa Rica. Consulta: 16 marzo de 2015.  
<<http://orton.catie.ac.cr/repdoc/A9791E/A9791E.PDF>>
26. **FOPEX (Fondo de Promoción de Exportaciones). “El Maíz Morado”.**  
2005 Manual del Fondo de Promoción de Exportaciones. Lima-Perú. Consulta: 15 marzo de 2015.

<<http://www.biotrade.org/ResourcesNewsAssess/peru-assessment-naturalingredients.pdf>>

27. DELGADO ESPINOZA, J.  
1987 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional Agraria La Molina: "Estudio de factibilidad para la instalación de una planta industrial para producir antocianina en polvo a partir de la coronta de maíz morado (*Zea maíz L.*)". Lima - Perú.
28. FERNANDEZ N, Aydee.  
1995 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional del Altiplano: "Extracción y pre -purificación de antocianinas de maíz morado". Puno - Perú.
29. JACHO, L.  
2009 Investigación desarrollada en la Universidad Central del Ecuador - Facultad de Ciencias Agrícolas: "Caracterización molecular y análisis químico nutritivo de 27 accesiones de maíz chulpi (*Zea mays L.*) y 65 accesiones de maíz negro colectadas en la serranía del ecuador". Quito - Ecuador
30. LSAIA (Laboratorio de Servicio de Análisis e Investigación en Alimentos).  
2011 Informe anual de la Estación experimental Santa Catalina. Quito - Ecuador.
31. FERNANDEZ JESÚS, Filomena.  
1977 Investigación desarrollada en la Universidad Nacional Mayor de San Marcos: "Determinación de antocianinas en el maíz morado". Lima - Perú.
32. RAMIREZ, M y WILLIAMS, D.  
2005 Guía agro-culinario de Cotacachi, Ecuador y alrededores. IPGRI-Américas, FERIVA, Cali, Colombia.

- 33. FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación).**  
2006 (Colección FAO: Alimentación y nutrición, N°25) El maíz en la nutrición humana. Consulta: 15 marzo de 2015.  
<<http://www.fao.org/docrep/t0395s/t0395s00.htm>>
- 34. YUFERA, E.**  
1995 Química orgánica básica y aplicada: De la molécula a la industria II. Editorial Reverte. Barcelona – España.
- 35. INIA (Instituto Nacional de Investigación Agraria).**  
2007 Nueva variedad de maíz morado para la sierra peruana (Programa Nacional de Investigación en Maíz de la Estación Experimental Agraria Canaán). Plegable N° 17 Noviembre, 2007. R.I. Febrero, 2009. Ayacucho.
- 36. ALCARRAZ ALFARO, Tarcila.**  
2011 Análisis Químico Instrumental. Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga. Ayacucho.

## ANEXOS



**ANEXO 01**

Constancia de procedencia de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.



REPUBLICA DEL PERU  
MINISTERIO DE AGRICULTURA



INSTITUTO NACIONAL DE INNOVACIÓN AGRARIA  
ESTACION EXPERIMENTAL AGRARIA CANAAN

La Oficina de Administración de la Estación Experimental Agraria Canaán  
del Instituto Nacional de Innovación Agraria - INIA

**CONSTANCIA:**

Que, la Srta. **LEIDY DIANA MEDINA QUIQUIN**, realizó la compra de 10 kilos de Tusa de maíz morado INIA 615 – Negro Canaán; con la boleta de venta 0004 N° 0000760.

Se expide el presente documento a solicitud de la interesada para los fines pertinentes.

Ayacucho, 06 de Abril de 2015

ESTACION EXPERIMENTAL AGRARIA  
EEA-CANAAN-AYACUCHO

CPC. PAULINA E. GIL CCE JAYO  
Area de Administración



## ANEXO 02

## DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE HUMEDAD

La humedad indica la cantidad de agua presente en la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. El método que se utilizó para ello fue la determinación de la humedad por estufa, siendo éste por triplicado. El procedimiento y los cálculos realizados se describen a continuación:

Parte 1:

	1	2	3
Masa de la luna de reloj:	37,7779 g	33,3342 g	39,6410 g
Masa de la muestra:	3,0281 g	3,0372 g	3,1016 g

Después de someter la muestra a la estufa, se obtuvo la muestra seca.

Parte 2:

	1	2	3
Masa de la luna de reloj			
+			
Masa de la muestra seca	40,4931 g	36,0536 g	42,4198 g

Aquí determinaremos la masa de la muestra seca que consideraremos como  $M_2$ ; esto se realiza mediante una simple operación de resta:

Masa de la muestra seca	1	⇒	$40,4931 \text{ g} - 37,7779 \text{ g} = 2,7152 \text{ g}$
Masa de la muestra seca	2	⇒	$36,0536 \text{ g} - 33,3342 \text{ g} = 2,7194 \text{ g}$
Masa de la muestra seca	3	⇒	$42,4198 \text{ g} - 39,6410 \text{ g} = 2,7788 \text{ g}$

Se realizó el cálculo del porcentaje de humedad o en este caso el porcentaje de disolvente en la matriz sólida utilizando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} * 100$$

Donde:

$M_1$  : masa inicial de la muestra en gramos

$M_2$  : masa de la muestra seca en gramos



De esta manera se tiene la siguiente tabla que muestra los cálculos del porcentaje de humedad de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

<b>Nº</b>	<b>PORCENTAJE DE HUMEDAD (%)</b>
1	10,30
2	10,46
3	10,41
Promedio	10,39

## ANEXO 03

### PROCEDIMIENTO PARA ELABORAR LA CURVA ESTÁNDAR

La espectrofotometría es uno de los métodos de análisis más usados, y se basa en la relación que existe entre la absorción de luz por parte de un compuesto y su concentración.

Uno de los métodos más utilizados para determinar la concentración de una muestra problema, es el método de la curva patrón, estándar o de calibración. Esta curva de calibración es una gráfica que relaciona la concentración de al menos cinco soluciones de estándar de concentraciones conocidas, con la absorbancia o transmitancia de cada uno de ellos a la longitud de onda máxima.

La curva patrón o de calibración es un método de química analítica empleado para medir la concentración de una sustancia en una muestra por comparación con una serie de elementos de concentración conocida. Se basa en la existencia de una relación en principio lineal entre un carácter medible (por ejemplo la absorbancia en los enfoques de espectrofotometría) y la variable a determinar (la concentración). Para ello, se efectúan diluciones de unas muestras de contenido conocido y se produce su lectura y el consiguiente establecimiento de una función matemática que relacione ambas; después, se lee el mismo carácter en la muestra problema y, mediante la sustitución de la variable independiente de esa función, se obtiene la concentración de esta. La respuesta de la muestra puede cuantificarse empleando la curva de calibración, se puede interpolar el dato de la muestra problema hasta encontrar la concentración del analito.

El procedimiento para los ensayos de laboratorio es el siguiente:

1. Se enciende el espectrofotómetro y se selecciona la longitud de onda de 680 nm (espectro visible).
2. Se espera al menos 10 minutos para que se estabilice el equipo.
3. Las soluciones se preparan a partir de la solución madre de extracto de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. Preparar como mínimo

### 5 diluciones de concentraciones conocidas.

4. La transmitancia (T) o absorbancia (A) se mide en tubos especiales (celdas espectrometrías), adecuados a cada espectrofotómetro.
5. Con el contenido del tubo blanco (tubo 0, agua destilada) se ajusta la transmitancia al 100% (T = 100) o la absorbancia a cero (A = 0), siguiendo las instrucciones del fabricante.
6. Para realizar las medidas se llena el tubo especial del espectrofotómetro hasta 1 cm del borde. El contenido de los tubos no se tira por la fregadera sino que se devuelven al tubo original para representar la curva patrón y así después se tirará en el bidón de residuos preparado a tal efecto.
7. Realizar las medidas comenzando por el tubo de menor concentración y terminando con el de mayor concentración. Los valores de la transmitancia o de absorbancia se van apuntando en una tabla.
8. Calcular las concentraciones de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán en cada tubo y añadir ese dato a la tabla respectiva.
9. Representar en un gráfico los datos de transmitancia o absorbancia frente a la concentración de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

Para este trabajo de investigación es necesario definir lo siguiente:

La **transmitancia** se refiere a la cantidad de luz que atraviesa un cuerpo, en una determinada longitud de onda. Cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslúcido, una parte de esa luz es absorbida por el mismo, y otra fracción de ese haz de luz atravesará el cuerpo, según su transmitancia. El valor de la transmitancia óptica de un objeto se puede determinar según la siguiente expresión:

$$T = \frac{I}{I_0}$$

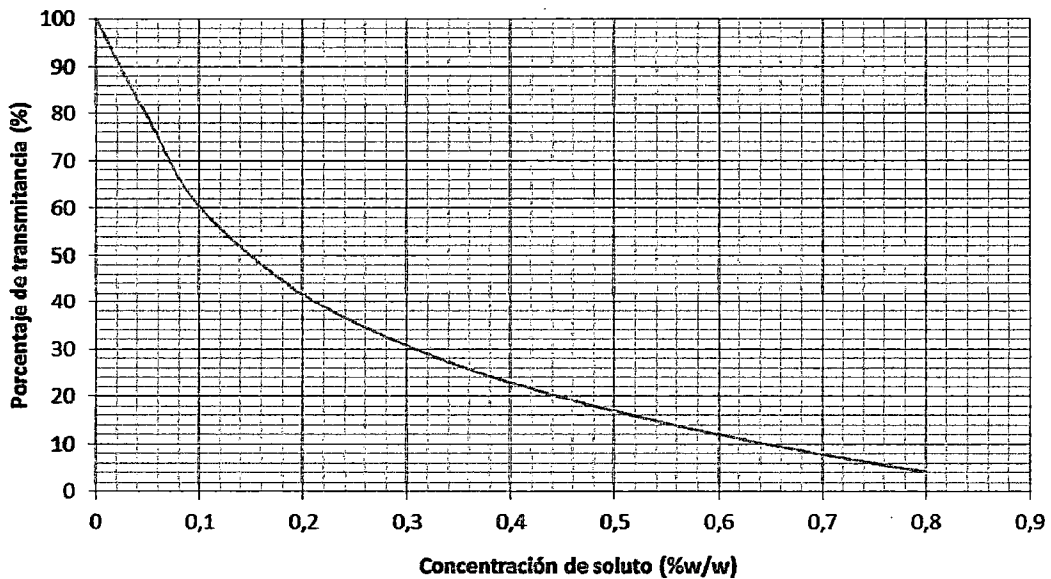
Donde:

- I : cantidad de luz transmitida por la muestra.  
I<sub>0</sub> : cantidad total de luz incidente.

Muchas veces encontraremos la transmitancia expresada en porcentaje, según la

fórmula:

$$T\% = \frac{I}{I_0} \times 100\%$$



La **absorbancia** es cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslúcido, una parte de esta luz es absorbida por el cuerpo, y el haz de luz restante atraviesa dicho cuerpo. A mayor cantidad de luz absorbida, mayor será la absorbancia del cuerpo, y menor cantidad de luz será transmitida por dicho cuerpo. Como se ve, la absorbancia y la transmitancia son dos aspectos del mismo fenómeno. La absorbancia, a una determinada longitud de onda, se define como:

$$A_2 = -\log T$$

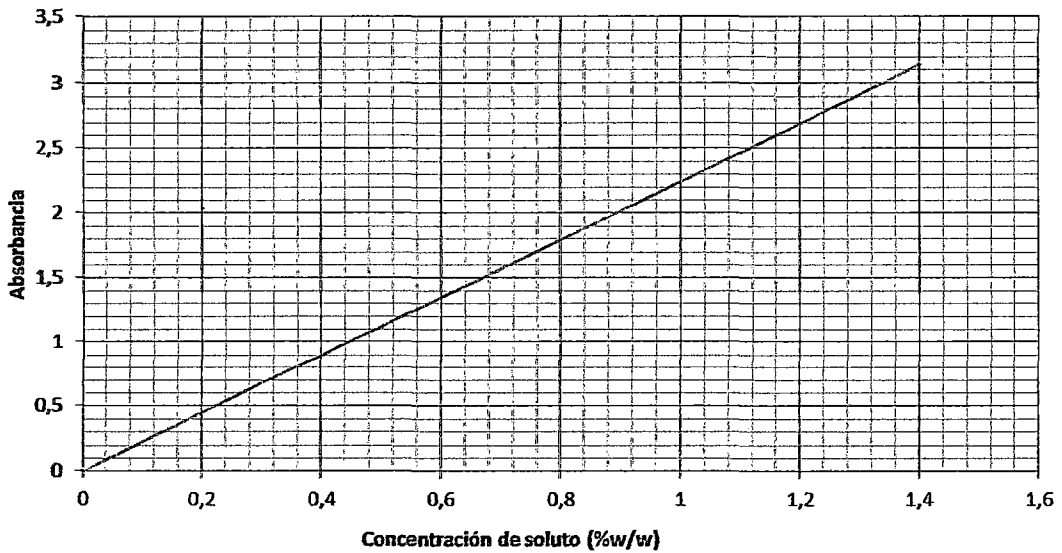
Para determinar la curva estándar para los ensayos de laboratorio a realizar se utilizó el espectrofotómetro con una longitud de onda de 680 nm.

La **región visible y ultravioleta** del espectro electromagnético se extiende de unos 190 a 1100 nm y es la región espectral más utilizada en análisis químico cuantitativo. Los instrumentos utilizados son comunes, la luz visible está constituida por aquellas ondas, cuya longitud en el vacío está comprendida entre 380 a 1100 nm

Cabe mencionar que de acuerdo a la ley de Lambert-Beer, la relación de la transmitancia con la concentración es logarítmica y la absorbancia está relacionada



linealmente con la concentración de la especie absorbente tal como se muestra a continuación.



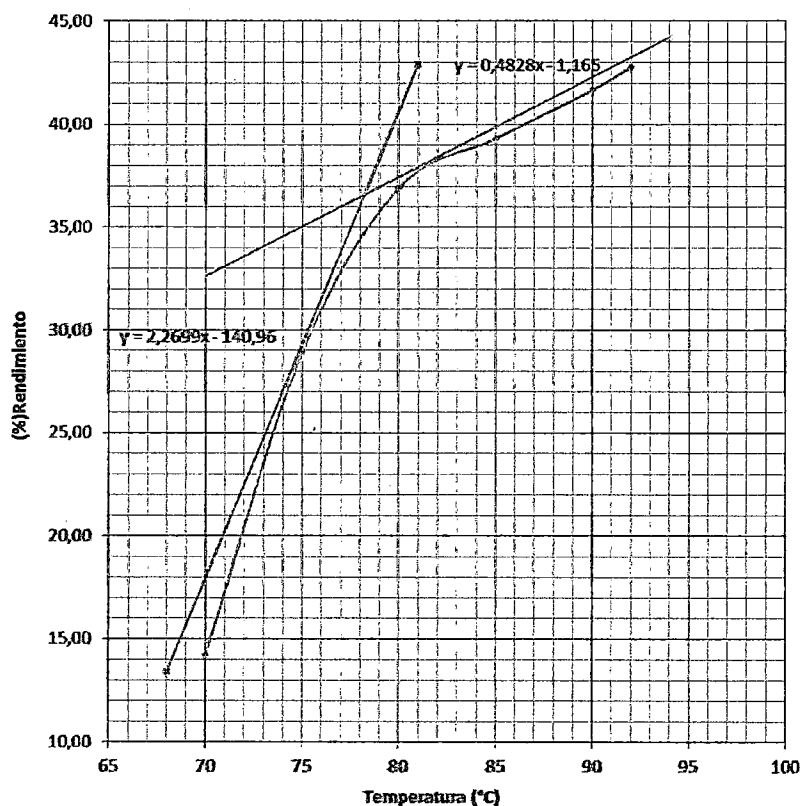
Para este trabajo de investigación se hizo lecturas de absorbancia del extracto de la operación de lixiviación de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán. Por lo tanto se describió una línea recta al graficar la absorbancia contra la concentración.

## ANEXO 04

**DETERMINACIÓN DE LA MÁXIMA EXTRACCIÓN POR EL MÉTODO DE GRADIENTES Y BÚSQUEDA DE LA SECCIÓN DORADA**

El método de gradientes y búsqueda de la sección dorada pertenece a los métodos de búsqueda lineal basados en intervalos, para la optimización de procesos. Por lo tanto según las características y la aplicación de este método se determinó que es el más adecuado para este trabajo de investigación. La idea de este método de búsqueda directa es identificar el intervalo de incertidumbre que comprenda al punto de solución óptima. El procedimiento localiza el óptimo estrechando en forma progresiva el intervalo de incertidumbre hasta cualquier grado de exactitud que se desee. El procedimiento es el siguiente:

1. Una vez realizada la curva respectiva, se determina las ecuaciones de los intervalos de las líneas en el punto de modificación de pendiente.
2. Determinar y graficar la ecuación de la recta tangente a la curva en las respectivas secciones.





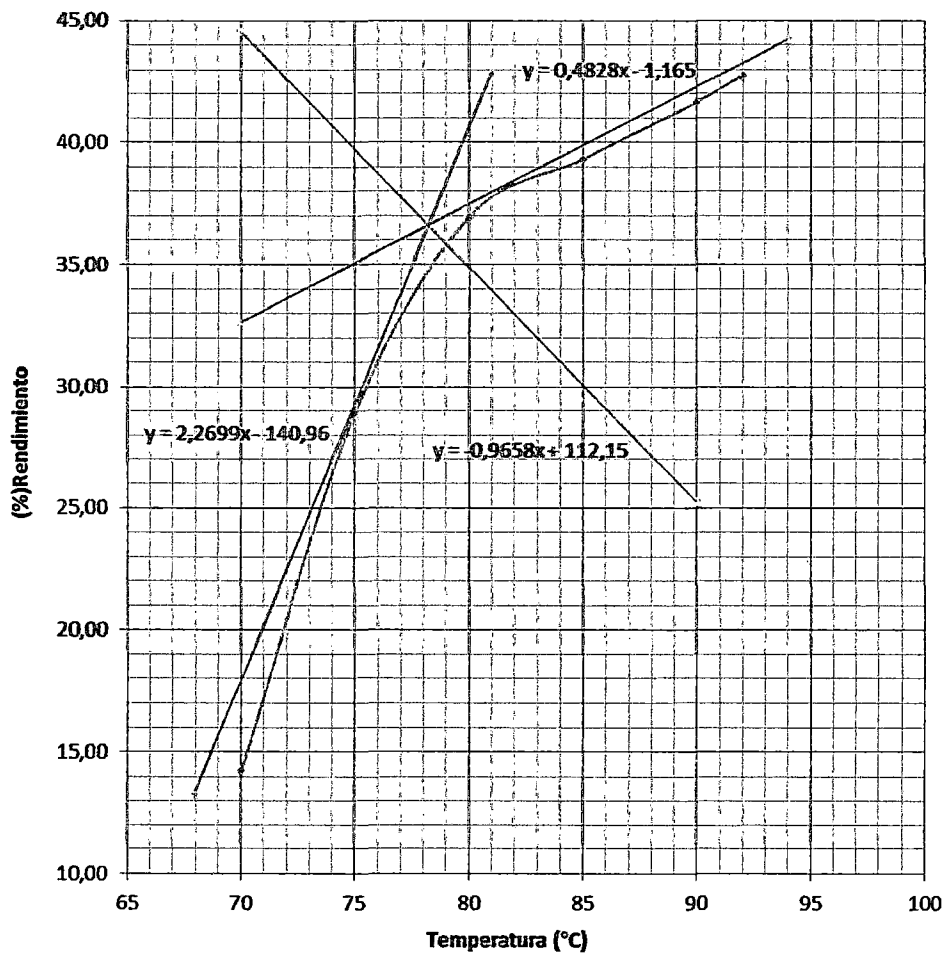
**Ecuación de la recta :  $y = m$  (pendiente) \*  $x - b$ (intercepto)**

**Recta 1 :  $y = 0,4828 * x - 1,165$**

**Recta 2 :  $y = 2,2699 * x - 140,96$**

Se grafica las rectas tangentes hasta que se intercepten tal como se muestra en la figura anterior.

3. Se determina la sección dorada, para ello se determina la ecuación de la recta bisectriz. Se procede a graficar en la figura respectiva.



Para obtener esta figura se emplean las siguientes ecuaciones:

Sean las rectas:

$$L_1: A_1x + B_1y + C_1 = 0$$

$$L_2: A_2x + B_2y + C_2 = 0$$

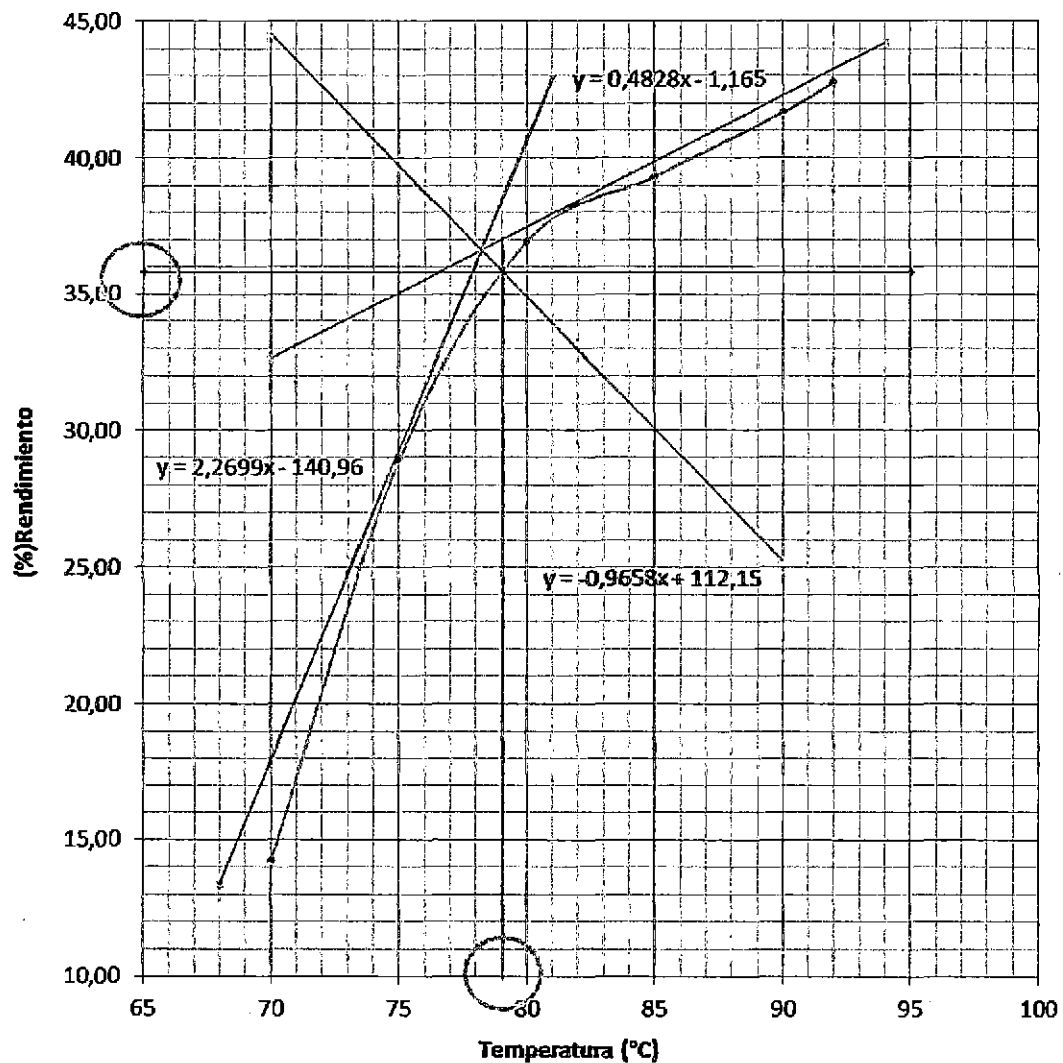
Las bisectrices de los ángulos suplementarios formados por  $L_1$  y  $L_2$  al intersectarse



esta dado por:

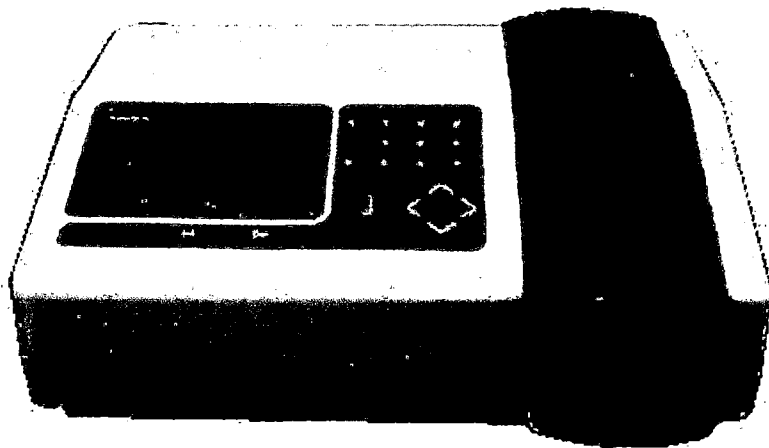
$$\frac{|A_1x + B_1y + C_1|}{\sqrt{A_1^2 + B_1^2}} = \frac{|A_2x + B_2y + C_2|}{\sqrt{A_2^2 + B_2^2}}$$

4. De la intersección entre la recta de bisección y la curva, proyectar una recta perpendicular al eje "X" y una recta horizontal intercepte con el eje "Y".
5. Efectuar las lecturas respectivas en los respectivos ejes, que para este caso nos proporciona el tiempo y el rendimiento respectivamente, que corresponde al valor máximo.



**ANEXO 05****MANUAL DEL USUARIO EQUIPO DE ESPECTROFOTOMETRÍA  
EMPLEADO (VISIBLE 6400, JENWAY)**

El modelo 6400 incorpora una amplia gama de características diseñadas para satisfacer las necesidades de los usuarios buscando maximizar la eficiencia en las tareas de espectroscopía visible.

**ESPECTROFOTÓMETRO VISIBLE 6400, JENWAY®**

Este equipo incorpora un sistema óptico que reduce callejero luz y mejora la fiabilidad general al minimizar el número de elementos ópticos empleados. Un dispositivo de exploración cuyo rango, velocidad y resolución posible se ajustó al usuario y la exploración resultante, que aparece en tiempo real en la pantalla de gráficos, puede ser auto a escala para dar visibilidad mejorada. Los picos y los valles están etiquetados con longitud de onda y valores de absorbancia y puede ser fácilmente cargado a la impresora interna opcional o, a través de la interfaz serie, a una PC.

**Características**

- **Monocromador holográfico para asegurar una alta repetitividad, con motor de pasos para garantizar una posición repetitiva del monocromador.**
- **Anchura de banda : 5 nm.**
- **Rango de longitud de onda : 320 a 1100 nm (modelo Visible 6400)**

- Resolución : 0,1 nm.
- Stray light (luz difusa) : menor de 0,05% T a 340 nm.
- Precisión fotométrica : + 1nm.
- Rangos de medida : -0,3 a 3 A / 0 a 199,9% T / -300 a 9999 C.
- Ruido fotométrico : 1%.
- Estabilidad fotométrica : 0,001 A/hora.
- Lámparas: tungsteno : 20 W, 12 V
- Fabricados bajo estrictas condiciones de control de calidad ISO 9001,
- Compartimiento interior de gran dimensión que admite cubetas de 10 a 100 mm de paso de luz o tubos de ensayo desde 10 a 25 mm Ø.
- Display gráfico de 240 x 125 pixeles, con indicación de todos los datos del ensayo.
- Teclado de fácil manejo para introducción de datos y tecla para imprimir.
- Posibilidad de impresora integrada de 40 columnas (OPCIONAL).
- Incorporan módulos de programa para:
  - Lectura de valores fotométricos (A, % T y C).
  - Barridos espectrales en todo el rango, con velocidad de escaneo de 1200 a 166 nm/min, en tres intervalos.
  - Multilongitud de onda, relación de absorbancias (ejemplo: 260/280 nm).
  - Cinéticas, con cálculo de actividad enzimática, pendiente, concentración, linealidad, con posibilidad de reescalar los ejes para el cálculo apropiado de las cinéticas.
- Salidas RS232 y analógica incorporadas.
- Opcionalmente pueden incorporarse soportes para multicubetas, aspiración de muestras y termostatación.
- Peso : 15 Kg.

### **Especificaciones del Instrumento**

- Transmitancia
  - Rango : 0 a 199,9% T
  - Resolución : 0,1% T
  - Precisión : ± 0,1% @ 10% T
  - La luz difusa : <0,05% @ 340 nm



➤ **Absorbancia**

Rango	:	-0,300 A 3.000 A
Resolución	:	0,001A
Exactitud fotométrica	:	$\pm 0,005\text{Abs @ }1,0\text{Abs}$
Deriva	:	$<\pm 0,001\text{Abs / hora después del 15 minutos de calentamiento}$

➤ **Concentración**

Rango	:	-300-9999 (Resolución dependiente)
Resolución	:	0,001 / 0,01 / 0,1 / 1
Unidades	:	ppm, mg / l

➤ **Longitud de onda**

Rango	:	320 a 1100 nm (6400)
Resolución	:	0,1 nm
Precisión	:	$\pm 1,0$ nm
Ancho de banda	:	5 nm

### Controles

- Tecla imprimir; proporciona una impresión que depende del modo en que se especifica el usuario.
- Tecla Cal; realiza una calibración fotométrica a la longitud de onda actual.
- Clave goto; se usa para establecer la longitud de onda. Utilizado para seleccionar la opción del menú que aparece y para introducir valores. También se usa para mover como las direccionales entre las opciones del menú.

**ANEXO 06****PROCEDIMIENTO DEL ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO**

En cuanto a la preparación de la muestra que se someterá al análisis granulométrico se tuvo que realizar el cuarteado teniendo en cuenta el siguiente procedimiento.

1. Se extiende la totalidad del material (coronta de maíz morado con reducción de partícula).
2. Se mezcla bien extendiéndolo en un montón de poca altura.
3. El montón se divide en cuatro partes, se toman las diagonales respectivas.
4. Se procede de la misma manera hasta tener la masa necesaria para el análisis granulométrico que en este caso fue de 100 g (muestra representativa).



Material a  
analizar



Mezclar



División en 4 partes  
(cuarteado)

La granulometría, es la distribución por tamaños de las partículas de una muestra sólida. Para conocer la distribución de tamaños de las partículas que componen una muestra se separan estos mediante cedazos o tamices.

De los distintos métodos existentes para realizar el análisis granulométrico, quizá el más utilizado sea la tamización con tamices acoplados en cascada. Para realizarlo se coloca un juego de tamices en cascada, es decir, ordenados de arriba abajo por orden decreciente de luz o abertura de malla. El producto a analizar se añade sobre el primer tamiz, es decir aquel de abertura de malla mayor y se somete el conjunto a un movimiento vibratorio.

El ensayo se realizó utilizando un tamizador vibratorio Ro-tap, siendo el procedimiento el siguiente:



1. Efectuar la limpieza de los tamices.
2. Ordenar los tamices Tyler en orden ascendente, de tal forma que el tamiz de abertura de malla más gruesa quede en la parte superior.
3. Pesar cada una de las mallas vacías.
4. Depositar 100 g de coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán en el tamiz superior.
5. Colocar en el equipo del Ro-tap y asegurarlo con los ganchos.
6. Zarandear el sistema durante un tiempo de 30 minutos para que cada tamiz deje de pasar todos los finos que le corresponden según su abertura.
7. Pesar posteriormente los tamices conjuntamente con la cantidad de sólidos retenidos.
8. Determinar la cantidad de coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán acumulada en cada tamiz.

Se realizó los cálculos respectivos utilizando las ecuaciones tales como:

$$Dp_i = \frac{Dp_i + Dp_{i-1}}{2}$$

$$fr_i = \frac{m_i}{m_T}$$

$$fra_i = fra_i + fra_{i-1} + \dots + fra_1$$

$$Dp(*) = fr_i * Dp_i$$

$$Dp = \sum_{i=1}^n fr_i * Dp_i$$

De esta manera se tiene tabla siguiente que muestra los cálculos del análisis granulométrico de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.

Nº	Abertura de malla (mm)	Dp <sub>i</sub> (mm)	Masa retenida (g)	$fr_i$	$fr_a$	Dp (*) (mm)	% $fr_a$
1	0,045	0,023	0,77	0,0077	0,0077	0,0002	0,77
2	0,071	0,058	0,89	0,0089	0,0166	0,0005	1,66
3	0,160	0,115	3,68	0,0368	0,0534	0,0043	5,34
4	0,500	0,330	1,04	0,0104	0,0638	0,0034	6,38
5	0,630	0,565	4,25	0,0425	0,1063	0,0240	10,63
6	1,250	0,940	3,58	0,0358	0,1421	0,0337	14,21
7	2,000	1,625	3,48	0,0348	0,1769	0,0566	17,69
8	3,150	2,575	3,93	0,0393	0,2162	0,1012	21,62
9	5,000	4,075	6,91	0,0691	0,2853	0,2816	28,53
10	6,300	5,650	71,47	0,7147	1	4,7826	100,00
Σ			100,00	1		5,2880	

*Elaboración propia.*

Donde:

- Dp<sub>i</sub> : diámetro promedio ( $i = 1, 2, 3, \dots, 10$ ).
- mm : milímetros (unidad de medida de longitud).
- $fr_i$  : fracción retenida ( $i = 1, 2, 3, \dots, 10$ ).
- $fr_a$  : fracción retenida acumulada.
- % $fr_a$  : porcentaje de la fracción retenida acumulada.
- Dp (\*) : diámetro promedio de la partícula en cada tamiz.
- Dp : diámetro promedio global del tamaño de la partícula.

**ANEXO 07****PROCEDIMIENTO PARA ELABORAR LA CURVA DE EQUILIBRIO  
SÓLIDO - LÍQUIDO**

Para este trabajo de investigación se utilizó el diagrama de lixiviación representado en un triángulo rectángulo.

La parte experimental, consiste en determinar la curva de equilibrio para el sistema ternario en la operación de lixiviación de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán y el disolvente agua, cuyo procedimiento es el siguiente:

1. Se toman 200 g de partículas de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán y cantidades crecientes de disolvente: 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 2000 y 4000 g de agua.
2. Se dejan en contacto durante un tiempo de 30 min con agitación.
3. Pasado este tiempo, se filtra a gravedad el contenido del recipiente (olla) durante 15 min, obteniéndose por una parte el extracto y por otra el residuo.
4. En el extracto se determinan la composición de los sólidos solubles por el método de espectrofotometría y gravimétrico.
5. En el refinado se tiene el inerte y solución retenida que tiene la misma concentración que el extracto. Por evaporación en la estufa a 100 ° C de una muestra exactamente pesada, podremos determinar el disolvente contenido en la muestra y por diferencia la cantidad de inerte.
6. Con los datos obtenidos procedemos a realizar los cálculos respectivos y la gráfica de la curva de equilibrio. El análisis de este procedimiento se encuentra en el análisis de solución retenida no constante.

**Análisis de solución retenida:** Tendremos dos casos a analizar, bajo las cuales se elaboraron los diagramas de lixiviación; siendo estos los siguientes:

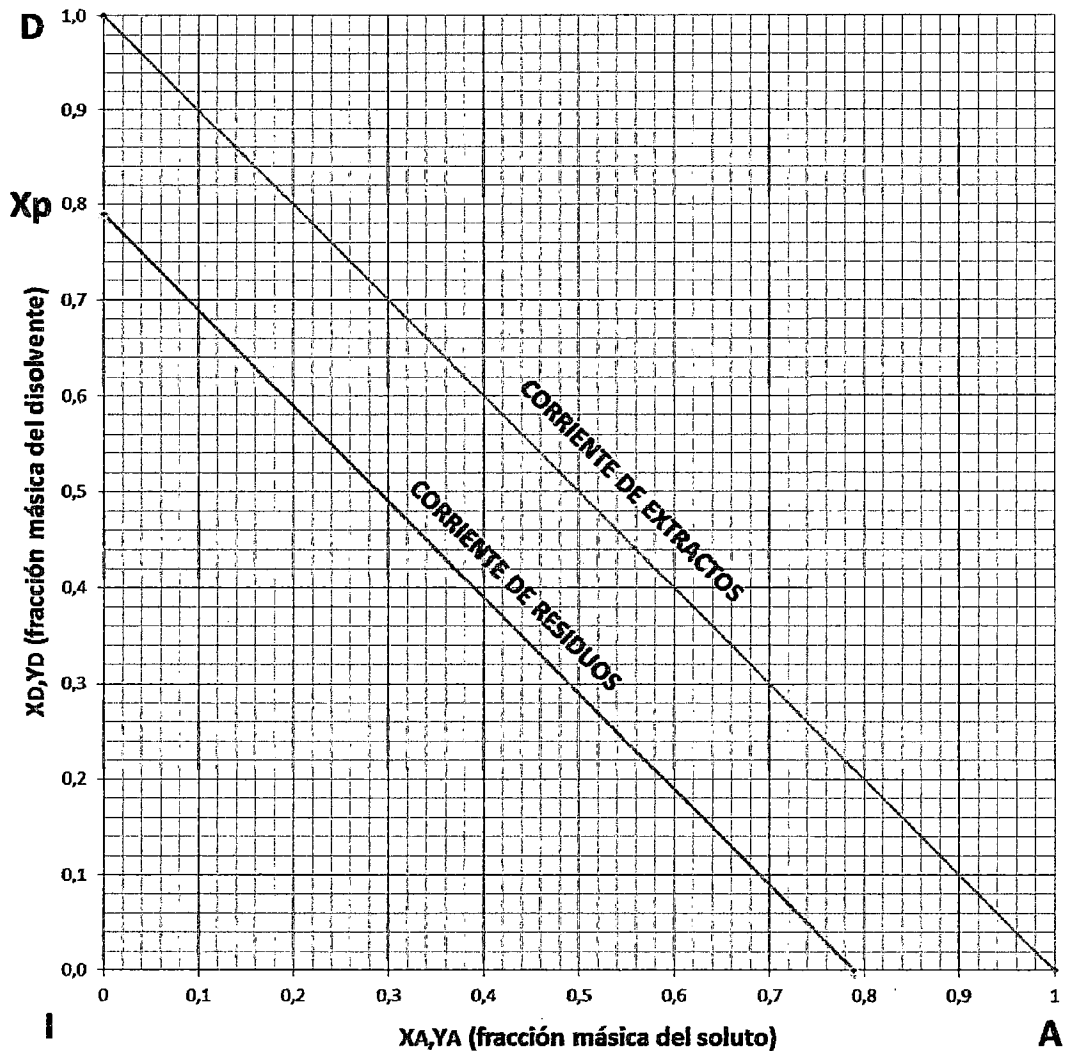
**a) Solución retenida constante**

Es una forma de representación bastante general y de evaluación rápida de los sólidos residuales para la construcción de diagramas de lixiviación. Consiste en representar el



diagrama de lixiviación bajo una relación de SOLUCIÓN RETENIDA por unidad de INSOLUBLES del tipo constante:  $k = \text{constante}$ .

En la figura siguiente se muestra que la línea de enlace o unión entre un extracto líquido cualquiera y su correspondiente sólido residual siempre será una línea recta cuya proyección siempre pasa por el punto de origen.



Cada vértice representa un compuesto puro, que puede ser:

- A : sólidos solubles
- D : disolvente líquido utilizado en la lixiviación
- I : insolubles

Para trazar la línea de corriente de residuos en el triángulo, se determina el punto de

intersección con los catetos del triángulo rectángulo, denominado como el punto de intersección:  $x_p$ , cuyo cálculo en función de la solución retenida es:

$$K = \frac{SR}{I} = \frac{m_A + m_D}{m_I} = \text{Constante}$$

$$K = \frac{(2,9729 + 139,5761)}{39,4660} = 3,6119$$

$$x_p = \frac{k}{1 + k}$$

$$x_p = \frac{3,6119}{1 + 3,6119} = 0,7895$$

Donde:

SR	:	solución retenida
I	:	insolubles
$m_A$	:	masa de solubles
$m_D$	:	masa de disolvente

#### b) Solución retenida no constante

Para este caso el sistema de lixiviación la  $SR/I$  se comporta de forma variable, vale decir que no tiene un valor constante. Tiene como una consideración especial de que, la concentración o composición de la solución retenida en el sólido residual es igual o idéntica a la concentración de su respectivo extracto líquido en el estado de equilibrio, denominado como contacto ideal o perfecto de fases; por lo tanto, todas las líneas de enlace o separación pasan también por el origen o ángulo recto del triángulo.

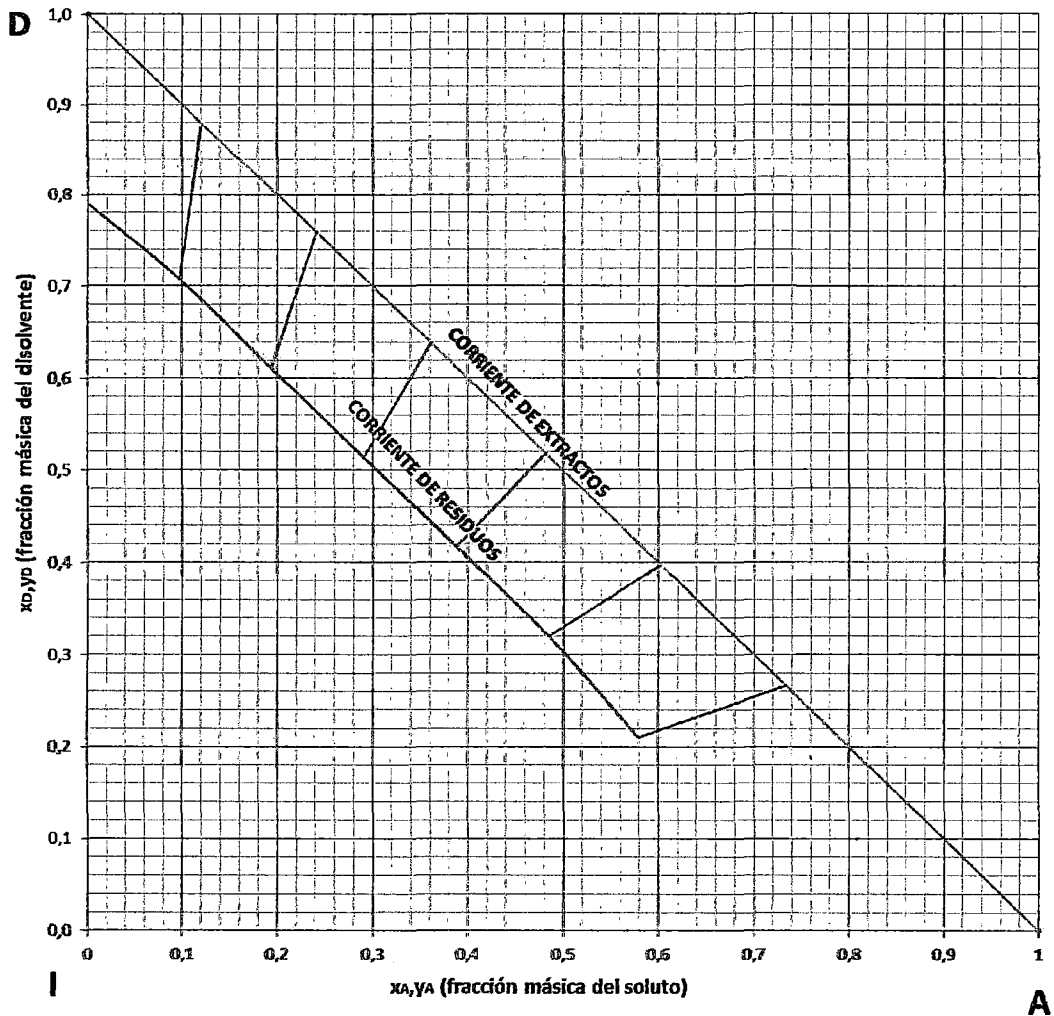
Cuando  $k$  es variable, la corriente de residuos ya no es una línea recta, adquiere una curvatura, y su representación deberá ser elaborada a partir de los resultados experimentales y con las siguientes ecuaciones.

$$x_i = \frac{y_i * k_i}{1 + k_i}$$

$$x_{Di} = \frac{(1 - y_i)k_i}{1 + k_i}$$

En la figura siguiente se muestra la curva de equilibrio sólido – líquido con solución

retenida no constante, para un contacto ideal o perfecto. Esto se refiere a que la concentración o composición de la solución retenida en el sólido residual es igual o idéntica a la concentración de su respectivo extracto líquido en el estado de equilibrio; por lo tanto, todas las líneas de enlace o separación pasan también por el origen o ángulo recto del triángulo.



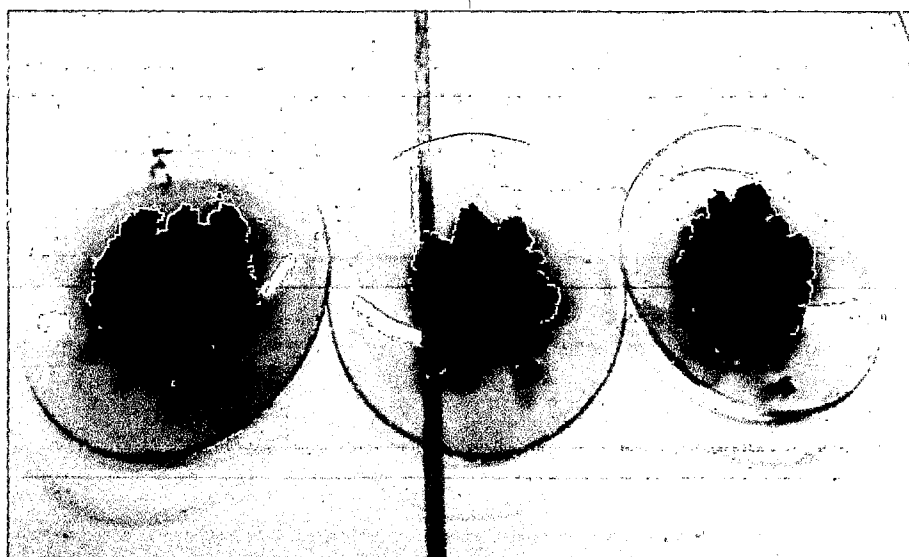
Muchos casos de lixiviación se pueden aproximar bastante bien al caso de solución retenida constante, que también puede obtenerse como un valor medio de diversos valores experimentales evaluados en el residuo sólido bajo las condiciones de lixiviación, siempre que estos valores tengan una baja dispersión entre sí, tal como es el caso en la operación de lixiviación de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán y el disolvente agua.

## ANEXO 08

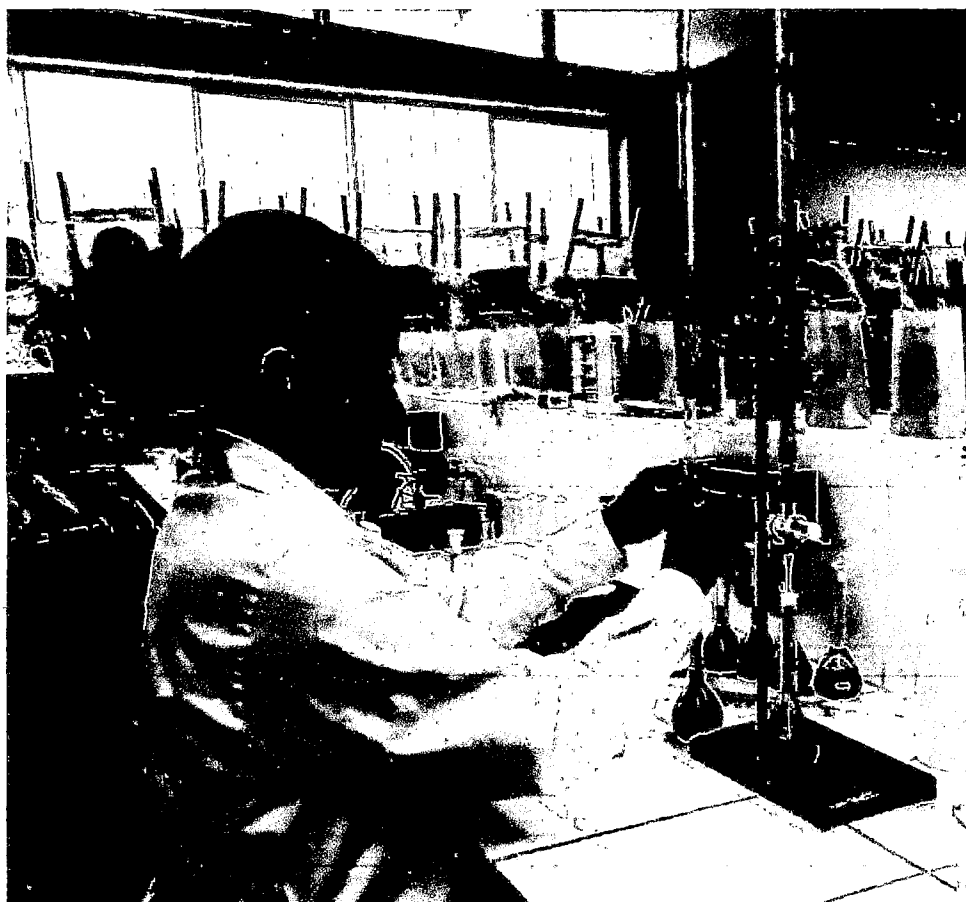
### GALERÍA DE FOTOS



**FIGURA A.1:** Coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.



**FIGURA A.2:** Muestras para determinar el porcentaje de humedad de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.



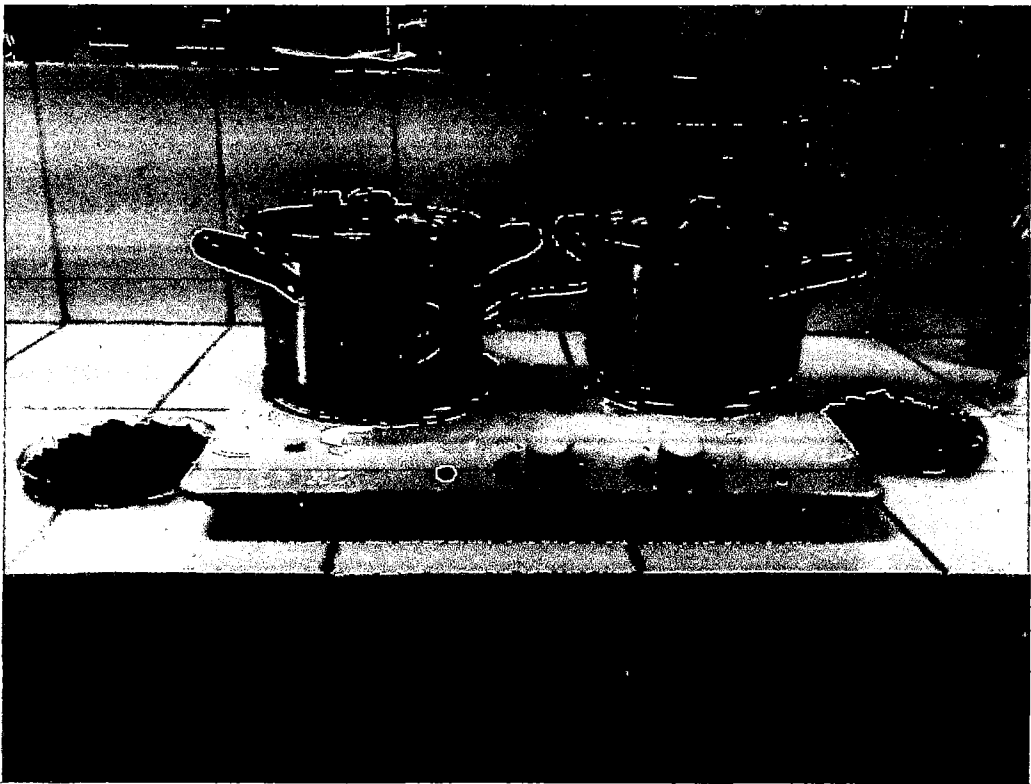
**FIGURA A.3:** Enrasado de las diferentes soluciones para determinar la curva estándar del espectrofotómetro.



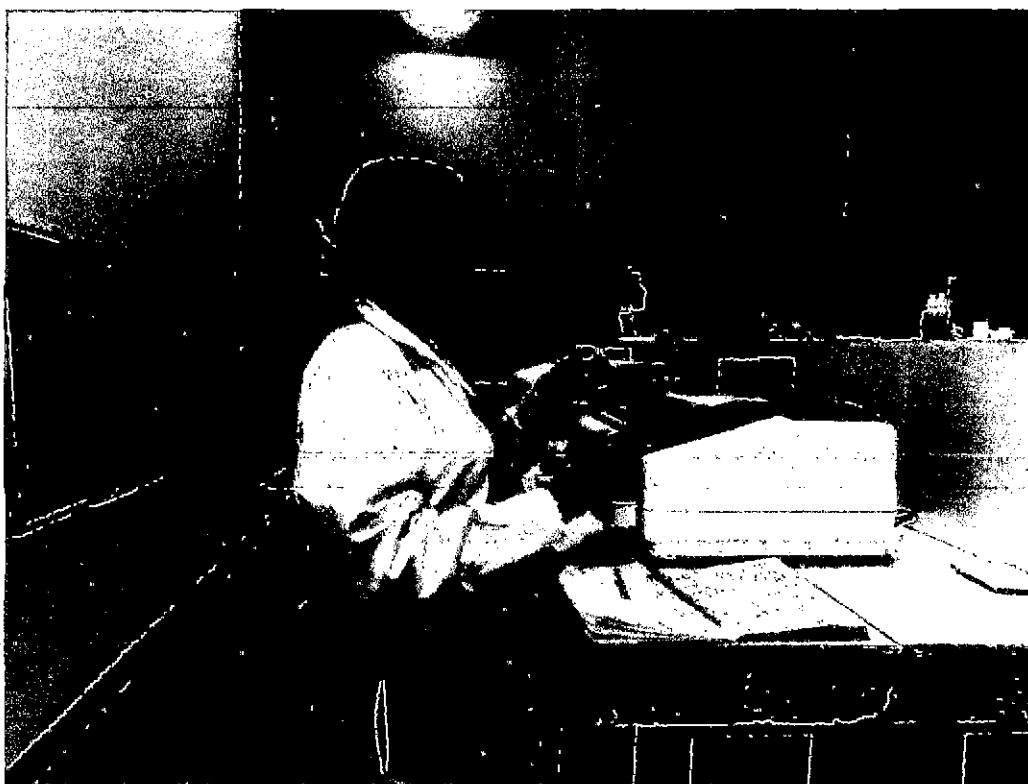
**FIGURA A.4:** Obteniendo volumen necesario para la lectura de absorbancia en el espectrofotómetro.



**FIGURA A.5:** Determinación de la concentración del extracto por el método gravimétrico.



**FIGURA A.6:** Ensayos para determinar el efecto del tamaño de partícula en la extracción.



**FIGURA A.7:** Lecturas de absorbancia en el equipo de espectrometría.



**FIGURA A.8:** Análisis granulométrico para determinar el tamaño de partícula promedio global.



**FIGURA A.9:** Separación de refinós y extractos.

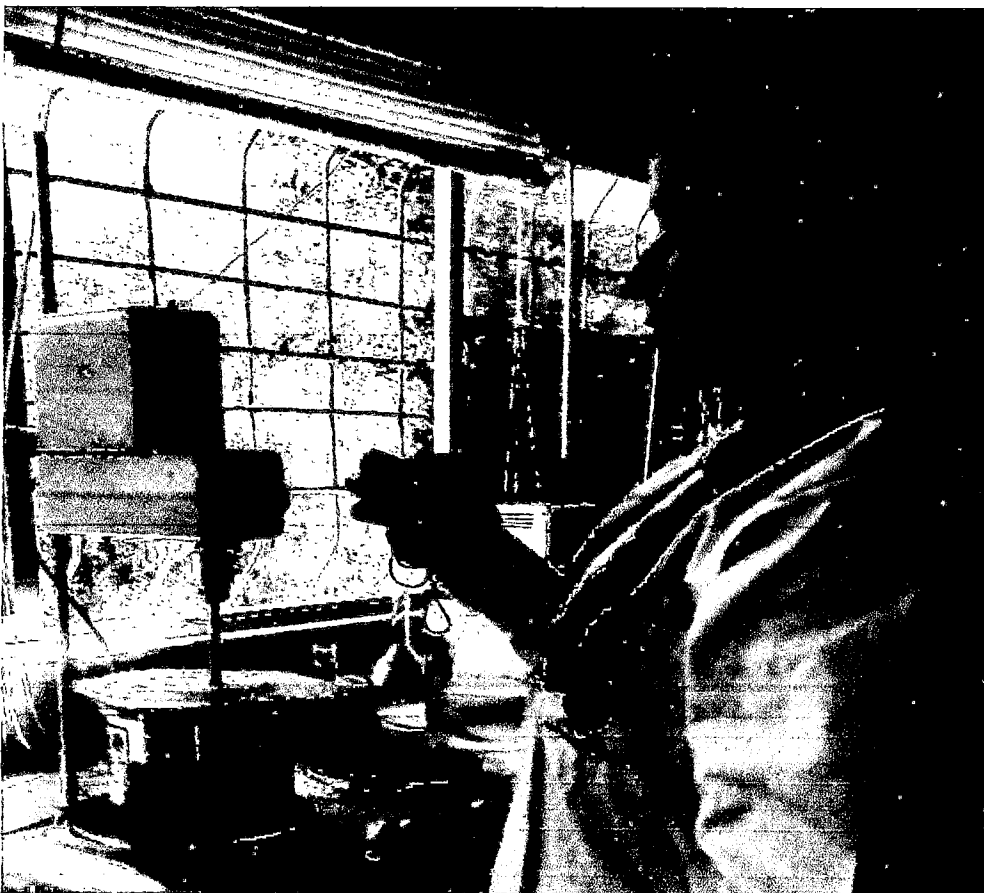


**FIGURA A.10:** Filtrado para obtener los extractos correspondientes.





**FIGURA A.11: Efecto de la agitación en la extracción.**



**FIGURA A.12: Efecto del tiempo de contacto en la extracción.**



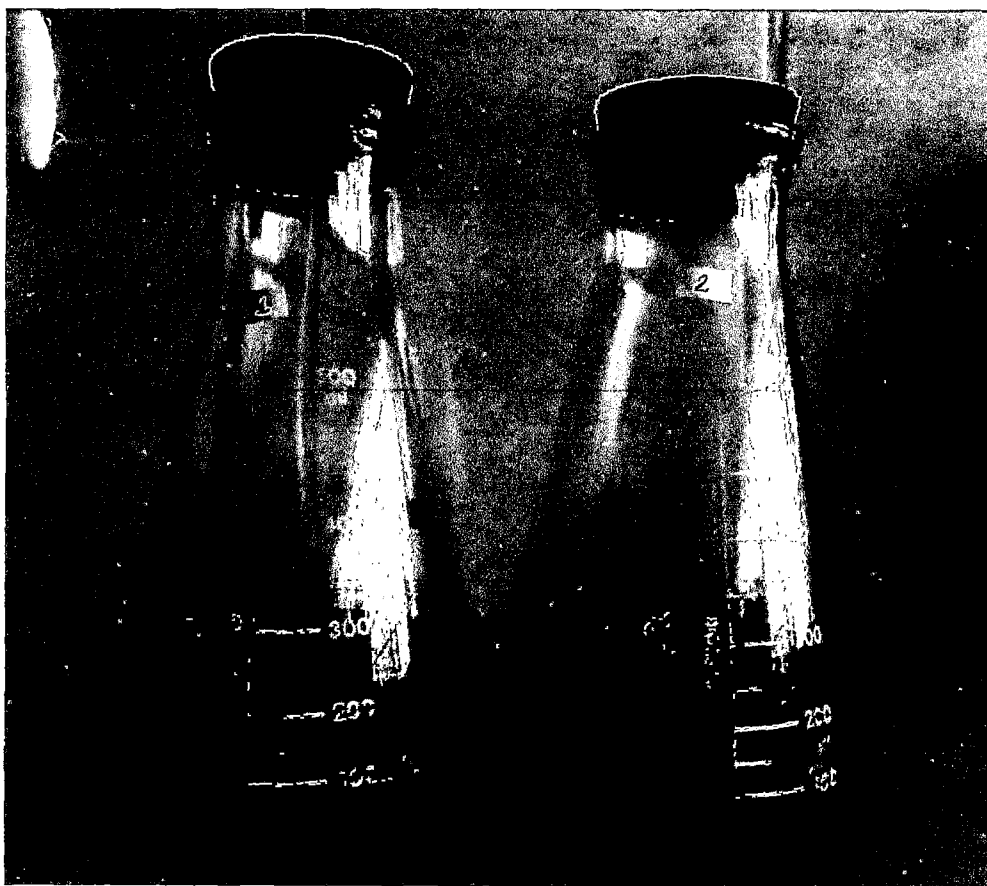
**FIGURA A.13:** Efecto de la relación de alimentación con disolvente en la extracción.



**FIGURA A.14:** Efecto de la temperatura en la extracción.



**FIGURA A.15:** Ensayo de laboratorio con los parámetros óptimos determinados para la extracción.



**FIGURA A.16:** Sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615 – Negro Canaán.