

**OBTENCIÓN DE ÁCIDO LÁURICO A PARTIR DE ACEITE DE PALMISTE A
ESCALA LABORATORIO**

VÍCTOR A. GONZÁLES PLATA

COD. 2006923

PATRICIA SERRANO ORTEGA

COD. 2006952

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

FACULTAD DE FISICOQUÍMICAS

BUCARAMANGA

2006

**OBTENCIÓN DE ÁCIDO LÁURICO A PARTIR DE ACEITE DE PALMISTE A
ESCALA LABORATORIO**

VÍCTOR A. GONZÁLES PLATA

COD. 2006923

PATRICIA SERRANO ORTEGA

COD. 2006952

DIRECTOR: MARIO ÁLVAREZ CIFUENTES

INGENIERO QUÍMICO M. Sc., Ph. D.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

FACULTAD DE FISCOQUÍMICAS

BUCARAMANGA

2006

DEDICATORIA

A DIOS POR DARMES SABIDURÍA Y FUERZA.

A MIS PADRES POR DARMES LA VIDA Y APOYO INCONDICIONAL.

A MI TÍA QUE LA CONSIDERO COMO SEGUNDA MAMÁ.

Y A MI COMPAÑERA Y AMIGA PATRICIA POR TODA LA COMPRESIÓN Y TOLERANCIA QUE TUVO CONMIGO.

Víctor A. González Plata

A Dios quien me iluminó y me ayudó en todo el camino recorrido hasta llegar a la meta.

A mis padres Ayda Ortega y Mario Serrano por apoyarme, aconsejarme y ayudarme en cada uno de los momentos vividos en la universidad.

A MARIO Jr. Gordo todo se puede lograr en esta vida pero uno puede llegar a la meta más fácil si existieran personas como tú, muchas gracias.

A Siris por su comprensión y ayuda.

y a mi compañero y amigo Víctor A. González Plata por su ayuda incondicional, por soportarme y por estar siempre en los momentos en que más lo necesitaba, gracias.

Patricia Serrano Ortega

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Mario Álvarez Cifuentes y a su auxiliar el Ingeniero Químico Leonel Abreu por su colaboración y asesoría en la realización del presente trabajo.

A Luís Eduardo Carreño y Wilson Eduardo Carreño, técnicos laboratoristas de la escuela de Ingeniería Química, por brindarnos su colaboración durante la realización empírica de este trabajo de grado, y a Adolfo Carrillo técnico laboratorista de la escuela de Química por brindarnos su confianza y ayuda, no sólo en el desarrollo de esta tesis sino también durante la carrera.

A todos aquellos amigos que estuvieron en los momentos felices y tristes que pasamos en esta universidad ya que su apoyo y colaboración ayudaron a que lográramos nuestros objetivos y nos formáramos como unos profesionales íntegros y con gran sentido de responsabilidad y pertenencia por nuestro alma mater.

Por último agradecemos a todos aquellos compañeros de la universidad y en especial a los del grupo de investigación INTERFASE que nos soportaron y ayudaron en algún momento de esta carrera.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	12
1. CONCEPTOS TEORICOS	14
1.1 ASPECTOS GENERALES DEL ACEITE DE PALMISTE	14
1.2 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMISTE	15
1.3 ASPECTOS DE LA CRISTALIZACIÓN	16
1.3.1 Cristalización en Seco	16
1.4 HIDRÓLISIS BÁSICA (SAPONIFICACIÓN) DEL ACEITE DE PALMISTE	17
1.5 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA CON SOLVENTES	18
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	20
2.1 METODOLOGÍA	20
2.2 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA EN SECO	21
2.2.1 Cristalización Fraccionada en Seco del Aceite de Palmiste	21
2.2.2 Equipo	22
2.3 HIDRÓLISIS BÁSICA O SAPONIFICACIÓN	24
2.3.1 Liberación del Jabón	25
2.3.2 Acidificación del Jabón	26
2.3.3 Purificación de los Ácidos Grasos	27
2.3.4 Equipo	27
2.4 FRACCIONAMIENTO DE LOS ÁCIDOS GRASOS	28
2.4.1 Equipo	30
2.5 CARACTERIZACIÓN DEL ÁCIDO LAÚRICO	30
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	31

3.1	CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMISTE	31
3.2	CRISTALIZACION FRACCIONADA EN SECO.	31
3.2.1	Resultados	32
3.3	HIDRÓLISIS BASICA	34
3.3.1	Reacción del Jabón con Ácido Clorhídrico (HCl)	34
3.3.2	Resultados	35
3.4	CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA CON SOLVENTES	36
3.5	CARACTERIZACION DEL ACIDO LAURICO	37
4.	CONCLUSIONES	38
5.	RECOMENDACIONES	39
	BIBLIOGRAFÍA	40
	ANEXO A. TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO	42
	ANEXO B. ESPECTROGRAMAS DE INFRAROJO	53
	ANEXO C. CÁLCULOS	59

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Valores máximos y mínimos para la cristalización fraccionada en seco y la hidrólisis respectivamente.	24
Tabla 2. Matriz de Experimentación.	25
Tabla 3. Datos de la Caracterización del aceite de palmiste.	31
Tabla 4. Datos iniciales y resultados de la cristalización fraccionada en seco.	32
Tabla 5. Cantidad de jabón obtenido en la hidrólisis básica.	34
Tabla 6. Cantidad de ácidos grasos obtenidos por acidificación.	35
Tabla 7. Cristalización fraccionada de ácidos grasos	36
Tabla 8. Caracterización del ácido láurico	37

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Crióstato.	22
Figura 2. Centrífuga utilizada para la separación de la oleína y la estearina en el aceite de palmiste.	23
Figura 3. Aceite de palmiste cristalizado.	23
Figura 4. Liberación del jabón.	26
Figura 5. Ácidos grasos liberados.	27
Figura 6. Reactor enchaquetado de vidrio.	28
Figura 7. Montaje de la filtración a vacío.	29
Figura 8. Rotoevaporador.	30
Figura 9. Tabla de efectos de la cristalización fraccionada en seco.	33
Figura 10. Efectos individuales de la temperatura y el tiempo en la cristalización fraccionada en seco.	33

RESUMEN

Título: OBTENCIÓN DE ÁCIDO LÁURICO A PARTIR DE ACEITE DE PALMISTE
A ESCALA LABORATORIO *

Víctor A. González ^a, Patricia Serrano ^{a**}

Keywords: Ácido Láurico; Fraccionamiento de ácidos grasos; Saponificación de aceite de Palmiste.

La obtención de ácido láurico está basada en una serie de procesos que se aplicaron al aceite de palmiste (P.K.O); estos procesos conllevan a obtener un oleoquímico básico (ácido láurico), el cual le da un mayor valor agregado a esta materia prima (P.K.O), para ello se hace la hidrólisis básica de la estearina de palmiste y de esta forma se obtienen los ácidos grasos que se necesitan posteriormente en la etapa de separación de el ácido láurico. Previo al proceso de hidrólisis se hizo un proceso de cristalización fraccionada en seco donde se aprovechan las diferencias en los puntos de fusión tanto de los glicéridos saturados (estearina) como de los glicéridos insaturados (oleína) para una separación parcial de la estearina que luego se utiliza en el proceso de hidrólisis donde los glicéridos saturados se descomponen al adicionar NaOH para la obtención de los ácidos grasos, estos pasan a un proceso de cristalización fraccionada con solvente (etanol) donde se separa el ácido láurico de los demás ácidos de cadena larga presentes en los ácidos grasos.

Durante el proceso de cristalización fraccionada en seco la temperatura fue el factor determinante en la obtención de una relación oleína/estearina parecida a la reportada en la bibliografía, mientras que en la hidrólisis básica se pudo observar que a mayor tiempo de reacción junto con una concentración de NaOH menor se produjo un mejor rendimiento de los ácidos grasos; el ácido láurico separado de los ácidos grasos fue semejante al ácido láurico comercial del 70% de pureza reportado por la empresa COGNIS.

Se recomienda hacer una cristalización fraccionada en seco en el rango de temperaturas de 27 a 23°C para mejorar la relación oleína/estearina y hacer un buen lavado del jabón y de los ácidos grasos para obtener un producto más puro.

* Trabajo de grado

** Facultad de Físicoquímicas, Ingeniería Química, Director Mario Álvarez Cifuentes

ABSTRACT

Title: OBTENTION OF LAURIC ACID THROUGH PALM KERNEL OIL TO LABORATORY SCALE

Víctor A. González ^a, Patricia Serrano ^{a **}

Keywords: Lauric acid, fatty acids fractionating, To convert the palm kernel oil to soap.

The obtention of lauric acid is based in a serie of process which applied to palm kernel oil; those process carry out to obtain a basic oleochemical (lauric acid), it give a attaché value mayor to this raw material (P.K.O), by that it makes the basic hydrolysis of palm kernel oil stearine and by that mood it obtain the fatty acids they will need forwards in the step of lauric acid separation. Before the hydrolysis process it makes a dry fractionated crystallization process where it profits the difference between melting points of saturated glycerides (stearine) as too the unsaturated glycerides (olein) for a partial separation of stearine this is used then in hydrolysis process where saturated glycerides are decompose to the mix with NaOH for the obtention of fatty acids, these through a fractionated crystallization process with solvent where the lauric acid is separated of the others long chain acids which are presents in the fatty acids.

During the dry fractionated crystallization the temperature was the determinating factor in the obtention of a oleine/stearine relation it is alike to reported in the bibliography, while in the basic hydrolysis was watched that greater reaction time and a lest NaOH concentration was obtained a best profit of fatty acids; the lauric acid separated of fatty acids was similar to commercial lauric acid of purity 70% reported by the COGNIS Company.

It recommend to make a dry fractionated crystallization to the temperature between 27 to 23°C to improve the oleine/stearine relation and make it a good washed to the soap and the fatty acids for to obtain a more pure product.

* Trabajo de grado

** Facultad de Físicoquímicas, Ingeniería Química, Director Mario Álvarez Cifuentes

INTRODUCCIÓN

En el año 2004 Colombia produjo 630388 Toneladas de aceite de palma y 60429 Toneladas de aceite de palmiste [2]; del aceite de palma producido se exporta el 56,5% y el 31,1% del aceite de palmiste. La producción de fruto de palma aumentó el 20% pasando de 524001 Ton en el 2000 a 630388 Ton en el 2004, producción que está destinada en su mayor parte a la industria de alimentos y elaboración de algunos cosméticos, detergentes, etc.

Según Fedepalma hay un crecimiento anual sostenido de esta industria, lo cual indica la importancia que han adquirido estas materias primas y la necesidad de poder aprovechar esta coyuntura en Colombia para la obtención de oleoquímicos básicos que le darán un mayor valor agregado a esta materia prima.

Se realiza una revisión bibliográfica para evaluar la aplicabilidad de métodos ya existentes y también conocer las nuevas tecnologías comercialmente disponibles para producir oleoquímicos a partir de las oleaginosas.

Por lo anterior, este trabajo de grado se encamina a evaluar a escala laboratorio un proceso mediante el cual se pueda obtener ácido láurico (oleoquímico básico) y para ello se realiza una metodología experimental en la cual a través de etapas sucesivas se obtiene una fracción rica en ácido láurico a partir de aceite de palmiste colombiano.

El presente trabajo se divide en cinco capítulos. En el primer capítulo se detallan cada una de las etapas que se van a realizar en el laboratorio para poder obtener el ácido láurico, las cuales son: Caracterización del aceite de palmiste,

fraccionamiento en seco del aceite de palmiste, hidrólisis básica, fraccionamiento de los ácidos grasos y caracterización del ácido láurico. Inicialmente la materia prima utilizada (aceite de palmiste, P.K.O) se somete a una caracterización para establecer algunas propiedades fisicoquímicas como: temperatura de fusión, densidad, índice de refracción, e índice de acidez; propiedades necesarias para determinar el estado en que se encuentra el aceite de palmiste crudo.

En el segundo capítulo se presentan en detalle los pasos seguidos en el laboratorio con una breve descripción de los equipos empleados en cada una de las etapas del proceso mencionados en el capítulo anterior así como los reactivos y materiales utilizados.

En el tercer capítulo se analizan los datos obtenidos en el laboratorio, y se discute el efecto que tienen en las variables las condiciones de experimentación para la obtención del ácido láurico.

En el cuarto y quinto capítulo se presentan las conclusiones y recomendaciones seleccionando aquellas que en durante el trabajo se consideran apropiadas para poder llegar al producto final.

Este trabajo de grado tiene como propósito central la obtención de un oleoquímico básico, el ácido láurico, a partir del aceite de palmiste crudo colombiano mediante los procesos anteriormente descritos, y para ese fin se hace una comparación con las fichas técnicas de productos que se encontraron en el mercado.

1. CONCEPTOS TEÓRICOS

1.1 ASPECTOS GENERALES DEL ACEITE DE PALMISTE

La palma *Elaeis* es un género de las plantas palmáceas de la cual se reconocen dos especies diferentes: La *E. Guineensis* (origen africano) y la *E. Oleífera* de origen americano. Desde el punto de vista comercial la *E. guineensis* es la de mayor rendimiento en producción de aceite. La palma es una planta heliófila que no tolera ambientes boscosos, por el contrario crece en suelos deforestados o perturbados y en plantaciones cercanas a la población humana [3].

Del fruto de la palma se extraen dos clases de aceites: del mesocarpio o pulpa se extrae el aceite de palma (P.O) y de la semilla o nuez el aceite de palmiste (P.K.O). La característica principal del aceite de palma en su parte insaponificable (que no forma jabón) es su alto contenido de carotenos (β -carotenos 60-70%, α -carotenos 30-40%, γ -carotenos en trazas). El aceite de palmiste posee características organolépticas particulares como es su color blanco crema e inodoro [2].

La semilla de palmiste representa entre el 5-10% en peso del racimo del fruta de la palma y su rendimiento está estimado alrededor del 10-13% con respecto al peso del aceite de pulpa, por consiguiente constituye un subproducto importante del proceso de extracción de aceite de palma. Las características del aceite de palmiste crudo (P.K.O) difieren considerablemente del aceite de palma y en su composición y propiedades se asemeja al aceite de coco. El P.K.O no posee aplicaciones tan amplias en productos alimenticios como el aceite de palma, pero los ácidos grasos de cadena intermedia (C_8 - C_{14}) que están presentes en el P.K.O

tienen aplicaciones industriales en la fabricación de detergentes y emulsificantes [2].

1.2 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMISTE

Se acepta que el aceite de palmiste puede caracterizarse determinando básicamente tres indicadores: el valor ácido, el de saponificación y el de yodo.

- **Valor Ácido:** El valor ácido denota el número de mg de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en 1 g de grasa o aceite. Algunas veces el valor ácido de las grasas comestibles es expresado como el número de mililitros de solución de NaOH necesario para neutralizar los ácidos libres en 100 g de grasa. El porcentaje de ácidos grasos libres puede ser estimado a partir del valor ácido suministrado por los ácidos minerales y otros ácidos no grasos que están ausentes [13].
- **Valor de saponificación:** La saponificación es la conversión de los esteres de glicérido en jabones; el término es frecuentemente usado para describir la hidrólisis de cualquier éster por un álcali. El valor de saponificación es definido como el peso en mg de KOH el cual es necesario para saponificar 1 g de la muestra. Este valor se aplica a todos los aceites y grasas [8].
- **Valor de yodo:** El valor de yodo de una grasa o sustancia grasa denota el peso en g del halógeno, calculado como yodo, absorbido por 100 g de una muestra bajo condiciones especificadas. Es una medida aproximada del número de enlaces acetilénicos y olefínicos en la sustancia. Para ácidos grasos insaturados simples, se mide precisamente la cantidad de insaturación, pero esto no es así para ácidos con insaturación conjugada, ciertos ácidos oxigenados, y otros ácidos los cuales no absorben la cantidad estequiométrica de halógeno. Varios métodos diferentes para el

valor de yodo han estado en uso común, pero el método Wijs es el más aceptado generalmente [13].

1.3 ASPECTOS DE LA CRISTALIZACIÓN

La cristalización es un proceso de aglomeración de moléculas, las cuales forman cristales cuando alcanzan un tamaño crítico dentro de la solución. Dentro del proceso de cristalización se presentan dos mecanismos [6]:

- **Nucleación:** Es el proceso de formación de los agregados moleculares que darán origen al cristal. Hay un radio mínimo (r^*) por encima del cual los núcleos tenderán espontáneamente a crecer, este proceso disminuye la energía del sistema. Núcleos de radio menor a r^* tienden espontáneamente a disolverse [6].
- **Crecimiento de los Cristales:** El crecimiento de los cristales depende de factores externos como la sobresaturación, el tipo de solvente, la temperatura y la presencia de impurezas; y de factores internos como la estructura, las ligaduras y los defectos. Los parámetros más importantes que se deben tener en cuenta en el crecimiento de los cristales son la sobresaturación y el tipo de solvente a emplear [6].

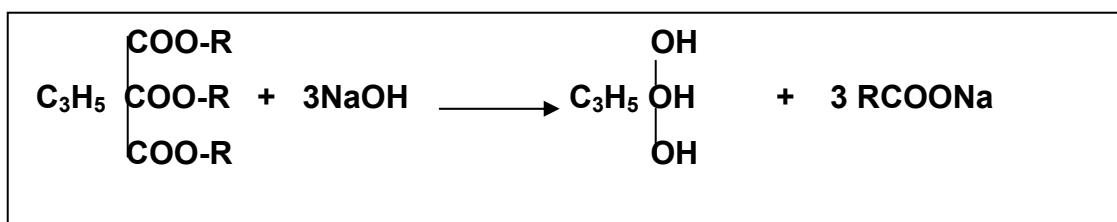
1.3.1 Cristalización en Seco: El proceso de cristalización en seco esta basado en la diferencia de puntos de fusión de los triglicéridos y glicéridos parciales y es un proceso de separación termomecánica donde los triglicérido de alta y baja fusión (oleína y estearina respectivamente

son separados por cristalización parcial, seguido de una filtración. El proceso de cristalización de grasas puede ser dividido en tres etapas básicas: el enfriamiento por debajo del punto de fusión, formación de núcleos de cristales y crecimiento de los cristales. La forma del cristal y tamaño de distribución son determinados por el tipo de enfriamiento y la agitación [4].

1.4 HIDRÓLISIS BÁSICA (SAPONIFICACIÓN) DEL ACEITE DE PALMISTE.

Es la descomposición de los aceites y grasas, efectuada de manera que los ácidos grasos queden neutralizados total o parcialmente (obtenidos en forma de sal o jabón); es el proceso químico de desdoblamiento mas extendido y se practica desde la antigüedad [9].

Los glicéridos son ésteres y como tales, son poco estables; por esto, cualquier base fuerte los descompone para formar las correspondientes sales orgánicas, que son más estables. El esquema químico de está reacción, cuando la base desdoblante es un hidróxido alcalino, viene dada por:



En el que R representa un radical alquílico de ácido graso. El proceso de saponificación, que expresa la anterior ecuación, no ocurre en una reacción, pasa por varias etapas intermedias. Esta ecuación significa, el resultado final de una serie de descomposiciones y combinaciones parciales y sucesivas; se atribuye a los hidróxidos metálicos (sosa, potasa, etc.) una acción catalítica, en el proceso de

desdoblamiento de los aceites y las grasas, ya que activa el rompimiento de los enlaces que unen a los ácidos grasos con el glicerol y por ultimo los ácidos grasos liberados reaccionan con dicha base para formar los jabones. Para que las bases puedan efectuar efectivamente el papel de activador, es necesario que estén presentes en cantidades relativamente grandes y a una temperatura determinada [7].

En este método, la acción del hidróxido es doble; por una parte, actúa como agente reaccionante, saponificando parte del cuerpo graso, mientras que por otra parte (el exceso) actúa como acelerador de dicha saponificación. La activación del desdoblamiento de los cuerpos grasos debido a los hidróxidos, debe atribuirse a dos causas: En primer lugar al incremento de iones OH en el sistema, producidos por la disociación del hidróxido alcalino; y luego a la acción emulsionante ejercida por los jabones formados sobre la grasa, dando como consecuencia, el aumento del contacto entre el cuerpo graso y los iones del agua. Por este motivo, al principio y mientras la cantidad de jabón formado es todavía pequeña, la saponificación es lenta pero la velocidad de esta va aumentando a medida que el sistema se enriquece en jabón [7].

1.5 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA CON SOLVENTES

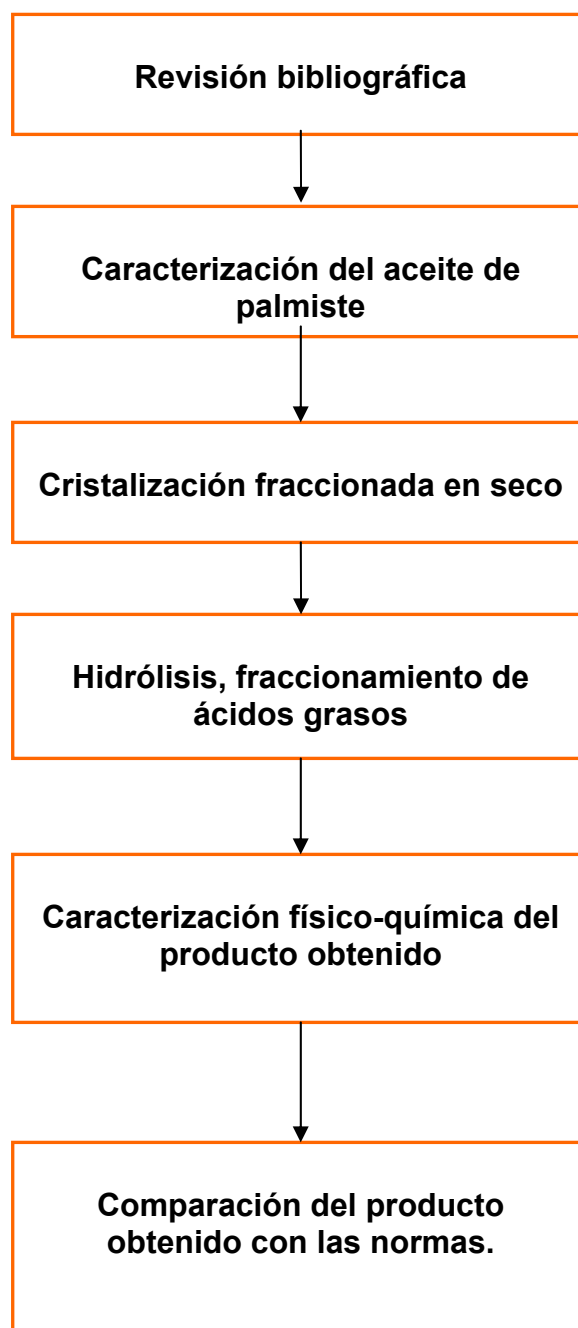
Este proceso esta basado en aprovechar la diferencia de solubilidad en el solvente, ya que los ácidos saturados son más solubles que los insaturados, en solventes orgánicos tales como: metanol, acetona o n-Hexano. En este proceso, uno de los ácidos de la mezcla se cristaliza y contrarresta en gran parte los efectos de mutua solubilidad [15].

La eficiencia de este proceso radica en la diferencia de solubilidad debida al grado de insaturación en ácidos grasos de igual longitud de cadena, y/o diferencia de solubilidad en ácidos grasos saturados de diferente longitud de cadena **[6]**.

Además de la economía y buena calidad de los productos, el proceso se distingue por su flexibilidad, esto es, permite separar sólidos y líquidos en proporciones imposibles de manejar en los procesos de prensado. El disolvente se selecciona atendiendo a su costo, estabilidad, volatilidad, bajo poder disolvente para los ácidos saturados y por su cualidad de facilitar el depósito de cristales **[15]**.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 METODOLOGÍA



2.2 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA EN SECO

Se analiza el comportamiento que reproducen ciertas variables de entrada en la cristalización fraccionada en seco y en la saponificación.

2.2.1 Cristalización Fraccionada en Seco del Aceite de Palmiste: El aceite de palmiste se precalienta a 60°C y luego se deja enfriar hasta el otro día a temperatura ambiente, después se enfría lentamente con los respectivos intervalos de las rampas de enfriamientos (ΔT) y fracciones de tiempo mostrados en la tabla 1, hasta 18 °C.

Variables de entrada: Tiempo, temperatura

Variable manipulada: ΔT o rampa de enfriamiento, Δt o rampa de tiempo.

Variable de respuesta: Masa de cristales de oleína obtenidos (g).

Los tiempos totales para cada tratamiento son:

Tratamiento 1:	6 h.
Tratamiento 2:	7,5 h.
Tratamiento 3:	8 h.
Tratamiento 4:	10 h.

En esta etapa se utiliza un crióstato (figura 1), donde se separa la fase sólida (estearina) de la líquida (oleína) del aceite de palmiste mediante un enfriamiento controlado a partir de 27 °C hasta 18 °C, según las rampas de enfriamiento

planteadas. Luego se separa la estearina con una centrifuga. Este proceso no se puede llevar a cabo por filtración al vacío ya que según datos reportados en la literatura las pérdidas de materia prima son muy altas y parte de la estearina se funde nuevamente.

2.2.2 Equipo: Para llevar a cabo la cristalización fraccionada en seco se utiliza un crióstato (figura 1) VEB MLW PRUFGERATE-WERK, MEDINGEN/SITZ FREITAL, equipado con un controlador VEB MLW PRUFGERATE-WERK, MEDINGEN/SITZ FREITAL tipo DK 112 que trabaja a 220 voltios.

También en este proceso se utiliza una centrifuga de pie modelo S-25 serie 25005 (fig. 2).



Figura 1. Crióstato

Figura 2. Centrifuga utilizada para la separación de la oleína y la estearina en el aceite de palmiste.



Figura 3. Aceite de palmiste cristalizado

2.3 HIDRÓLISIS BÁSICA O SAPONIFICACIÓN

Después de obtener la estearina en la cristalización, se calienta hasta llegar a 90 °C en un reactor (figura 6), el cual se conecta a un baño termostataado, donde el aceite mineral proveniente del baño circula dentro de la chaqueta y calienta el reactor, lográndose un control de temperatura. Luego se calienta la soda cáustica (NaOH) a la misma temperatura, y se mezclan en el reactor a las concentraciones establecidas en la tabla 1, donde se va a mantener controlada la reacción a 90 °C y con agitación constante hasta que la estearina emulsifique totalmente.

Tabla 1. Valores máximos y mínimos para la cristalización fraccionada en seco y la hidrólisis respectivamente.

CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA EN SECO		
Factor	Máximo	Mínimo
ΔTiempo (h)	2,5	2,0
ΔT (° C)	3	2,25
HIDRÓLISIS BÁSICA		
Concentración de NaOH (N)	6	2
Tiempo (min)	60	45

Variables de entrada: Concentración de NaOH, tiempo.

Variable manipulada: Concentración de NaOH, tiempo.

Variable de salida: Masa de ácidos grasos (g).

Tabla 2. Matriz de Experimentación

CRISTALIZACIÓN		
Tratamiento	ΔTiempo (h.)	ΔT (° C)
1	-	+
2	+	+
3	-	-
4	+	-
HIDRÓLISIS		
Tratamiento	Tiempo (min.)	Concentración de NaOH
1	-	-
2	-	+
3	+	-
4	+	+

2.3.1 Liberación del Jabón: El jabón obtenido se libera de los residuos de la reacción anterior: la glicerina, el NaOH que no reaccionó y la materia insaponificable, se coloca en un embudo de decantación, se agrega NaCl y se agita hasta que se formen dos fases bien definidas; la capa inferior corresponde a la solución de materiales ya mencionados y la capa superior al jabón liberado. Finalmente la capa de jabón se separa y de nuevo se repite el mismo procedimiento ya que el jabón aún puede tener impurezas (figura 4).



Figura 4. Liberación del jabón

2.3.2 Acidificación del Jabón: El jabón obtenido se acidifica con ácido clorhídrico 2,5 N en un reactor (figura 6), a una temperatura de 50°C , liberando de esta forma los ácidos grasos contenidos en el jabón (ver figura 5), la solución obtenida de esta reacción se transvasa a un embudo decantador donde se puede ver claramente la formación de dos fases: la capa superior corresponde a los ácidos grasos y la inferior a los residuos de la reacción (NaCl y agua). Por ultimo los ácidos grasos son lavados con agua caliente para remover los residuos de sal.



Figura 5. Ácidos grasos liberados

2.3.3 Purificación de los Ácidos Grasos: Después de obtener los ácidos grasos, estos, aún tienen un remanente de materia insaponificable y agua, por lo tanto es necesario agregar un solvente que disuelva los ácidos grasos y separe estos residuos; los solventes más apropiados son: etanol, metanol, cloroformo, hexano e isopropanol, de los cuales se trabaja con etanol ya que en la literatura se encontró que en este se solubiliza la mayoría de los ácidos grasos presentes en el aceite de palmiste, principalmente el ácido láurico. El etanol y los ácidos grasos son colocados en un embudo de separación y bajo agitación se forman finalmente tres capas bien definidas; la capa inferior, la más densa, corresponde a los ácidos grasos, la capa intermedia a la materia insaponificable y la superior al agua. Finalmente se separa el etanol de los ácidos grasos en un rotoevaporador a 72 mbares y 60°C.

2.3.4 Equipo: Para llevar a cabo el montaje de la reacción de saponificación se utilizó un baño de calentamiento con su respectivo controlador como se puede observar en la Figura 6 y un reactor enchaquetado con agitador de una capacidad

de 700 ml, el cual permite mantener la temperatura necesaria para llevar a cabo la reacción de saponificación.



Figura 6. Reactor enchaquetado de vidrio

2.4 FRACCIONAMIENTO DE LOS ÁCIDOS GRASOS

Para llevar a cabo el fraccionamiento de los ácidos grasos se utiliza el método de cristalización fraccionada con solvente (etanol), este método consiste en:

1. Calentamiento de los ácidos grasos a una temperatura de 40°C.
2. Carga de los ácidos grasos y el solvente (etanol) en una relación 1:3 (P/V).
3. Agitación de la mezcla de ácido graso y solvente (etanol).
4. Con la temperatura del baño ajustada a 30°C, se introduce el vaso de

precipitado con la solución anterior.

5. Variación del set-point del baño en forma gradual, dejando que estabilice en cada temperatura durante 10 min, hasta lograr la temperatura deseada de cristalización a 0°C.
6. Se mantiene la temperatura de 0°C durante una hora, con la aparición de cristales en la mezcla, para permitir una cristalización adecuada.
7. Separación de cristales por medio de una filtración a vacío (debe asegurarse que la temperatura en la operación de filtración sea similar a la temperatura de cristalización de 0°C, esto se logra aislando el filtro con un recipiente que contiene hielo y sal).
8. Lavado de los cristales repetidamente con un solvente (etanol) puro que se encuentra a 0°C.
9. El filtrado obtenido que contiene el ácido láurico se pasa por el rotoevaporador a 72 mbares y 60°C para retirar el solvente (Etanol).

A continuación se muestra el montaje de la filtración a vacío:



Figura 7. Montaje de la filtración al vacío.

2.4.1 Equipo: Para separar el solvente de los ácidos grasos se utilizó un rotoevaporador BÜCHI R-200/R-205, equipado con un controlador de vacío BÜCHI V-800/805 (Figura 8).



Figura 8. Rotoevaporador

2.5 CARACTERIZACIÓN DEL ÁCIDO LAÚRICO

El producto obtenido se caracteriza de la misma forma que el aceite de palmiste, y también determinando las propiedades fisicoquímicas tales como la densidad, índice de refracción, temperatura de fusión, e Índice de acidez. Se comparan estos datos con las fichas técnicas del ácido laúrico. Por último se hace un análisis de los espectros infrarrojos de las muestras obtenidas (Ver anexo B).

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS.

3.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMISTE

Tabla 3. Datos de la Caracterización del Aceite de Palmiste

ESPECIFICACIÓN	MÉTODO	VALOR OBTENIDO
VALOR ÁCIDO	NTC -218	0,0482
DENSIDAD (g/cm ³)	NTC-336	0,8979 a 44°C
PUNTO DE FUSIÓN	NTC-213	29,3°C
INDICE DE REFRACCIÓN A 70°C		1,4554 a 26°C

3.2 CRISTALIZACION FRACCIONADA EN SECO.

Según el procedimiento de la cristalización fraccionada en seco se obtuvieron los siguientes resultados, relacionados en la tabla 3:

Tabla 4. Datos iniciales y resultados de la cristalización fraccionada en seco

Prueba	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Oleína (g)	Estearina (g)	% Oleína	% Estearina	Perdida (g)	% Perdida
1	351,18	348,9	16,9	332	4,81	94,54	2,28	0,65
2	351,18	348,8	8,61	340,2	2,45	96,87	2,37	0,67
3	351,12	343,2	6,95	336,3	1,98	95,76	7,93	2,26
4	351,18	345,5	7,5	338,0	2,14	96,26	5,62	1,6
TOTAL	1404,6	1386,4	39,96	1346,5	—	—	18,2	—

En estos tratamientos la principal fuente de pérdidas ocurrió en el trasvase del aceite fraccionado en seco a las probetas de la centrifuga y también en el transvase de estos a los respectivos envases de almacenamiento de la estearina y oleína obtenida.

3.2.1 Resultados: En la tabla 3 se puede observar que a mayor rampa de temperatura (3°C) y menor rampa de tiempo, en el primer tratamiento, la obtención de oleína y estearina se aproxima a la relación que hay de estas en el aceite de palmiste por lo tanto se puede concluir que una alta velocidad de cristalización con rampas de enfriamiento más altas favorece a una buena separación de la estearina y la oleína en el aceite de palmiste. Al analizar los datos estadísticos arrojados por el programa Statgraphics Centurión se puede apreciar la conclusión anterior; donde el efecto más importante lo hace la temperatura y el tiempo afecta muy poco el resultado:

Figura 9. Efectos de la cristalización fraccionada en seco

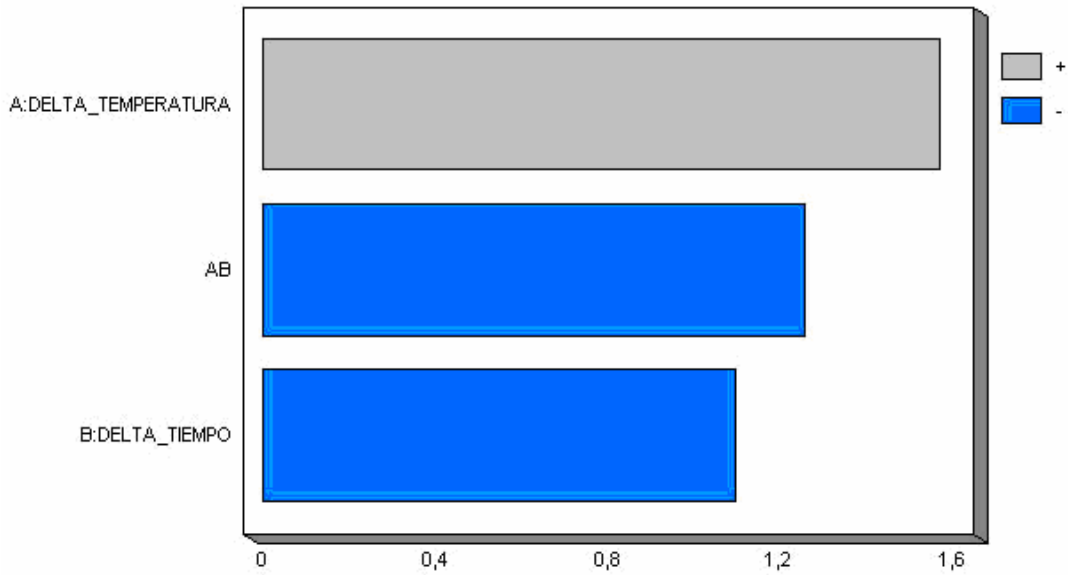
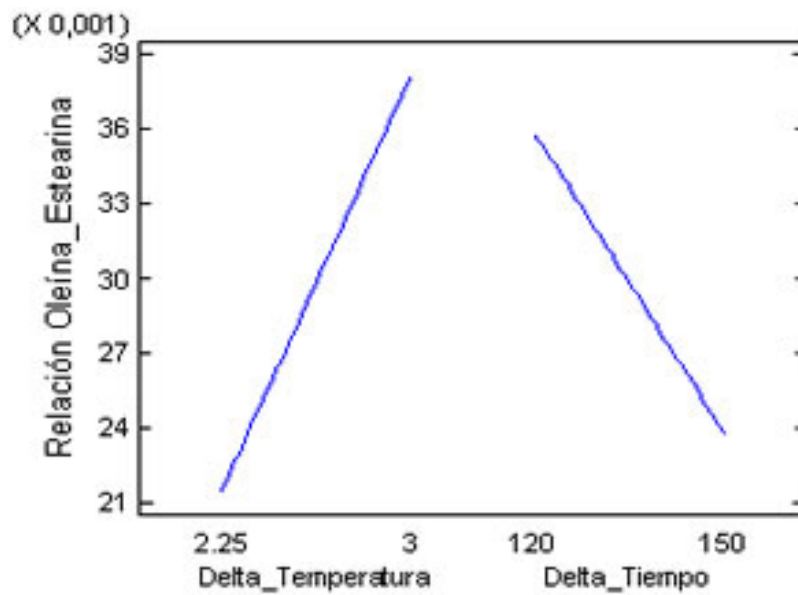


Figura 10. Efectos individuales de la temperatura y el tiempo en la cristalización fraccionada en seco.



3.3 HIDRÓLISIS BASICA

La cantidad de soda cáustica requerida para esta reacción se dedujo de la relación estequiométrica, en los cálculos se utilizó el peso molecular promedio del aceite de palmiste y basados en los porcentajes de los respectivos componentes reportados en la tabla que aparece en el anexo C.

Como se puede ver en la los anexos, la relación de estearina-oleína en el aceite de palmiste se encuentra en la siguiente proporción: (80,8: 19,2) % en peso.

Después de haber lavado con sal analítica (concentración 20% en peso) el jabón y los insaponificables, se obtienen las siguientes cantidades de este sin impurezas:

Tabla 5. Cantidad de jabón obtenido en la hidrólisis básica.

TRATAMIENTO	CANTIDAD DE JABÓN OBTENIDO (g).	% DE HUMEDAD
1	286,53	62,45
2	533,09	58,10
3	260,22	39,53
4	177,7	63,23

Debido a que el peso del jabón obtenido fue mayor que el teórico (156,3168 g, según anexos), se realizó una determinación de la humedad para cada muestra del diseño experimental, obteniéndose altos valores, lo cual explica el peso obtenido. Por lo tanto durante la saponificación el jabón retiene humedad, lo cual es debido a la solución salina y a la solución de NaOH.

3.3.1 Reacción del Jabón con Ácido Clorhídrico (HCl): Para esta reacción se agregan 271,29 ml de HCl 2,5 N (ver anexos) con un 10% de exceso, manteniendo un pH entre 3 y 4 de los ácidos grasos liberados en esta reacción,

luego se pasa a un embudo decantador donde se lava con agua caliente (70°C) para eliminar las impurezas que pudiera traer el jabón, en la tabla 5 se muestra la cantidad de ácidos grasos obtenidos de acuerdo con su respectivo tratamiento. Luego se lavan de nuevo los ácidos grasos con una solución de etanol al 95% (solución en la que son solubles los ácidos grasos), y se deja reposar por treinta minutos en un embudo decantador; si hay impurezas se forman tres capas.

Tabla 6. Cantidad de ácidos grasos obtenidos por acidificación.

TRATAMIENTO	CANTIDAD DE ACIDOS GRASOS (g).	(masa obtenida/masa teórica)*100
1	107,46	76,00
2	123,5	87,35
3	133,3	94,27
4	112,18	79,34

La cantidad teórica estequiométrica de ácidos grasos a obtener es de 141,39 g.

3.3.2 Resultados: Se puede observar que al adicionar el etanol a los ácidos grasos obtenidos no hubo formación de capas, sólo había una sola fase de color dorado; por lo tanto se puede concluir que los ácidos grasos obtenidos no tenían humedad ni impurezas.

El tratamiento que obtuvo una mayor eficiencia para la obtención de ácidos grasos fue el tratamiento 3, dato registrado en la tabla No. 6, por lo tanto se puede concluir que se obtienen más ácidos grasos al utilizar en la hidrólisis básica una concentración menor (2 Normal) y una mayor duración de la reacción (60 minutos).

3.4 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA CON SOLVENTES.

Tabla 7. Cristalización fraccionada de ácidos grasos

TRATAMIENTO	CANTIDAD DE ACIDO LAURICO OBTENIDO (g)	CANTIDAD DE TORTA OBTENIDA (g)
1	60,72	6,3
2	122,72	0,78
3	131,51	1,791
4	74,85	37,33

En los tratamientos 2 y 3 no hubo una buena cristalización, debido a la difícil controlabilidad de las condiciones del equipo (crióstato), caso contrario ocurrió en las pruebas 1 y 2 que si cristalizaron bien; esto es debido a errores aleatorios tales como: condiciones atmosféricas, intensidad de corriente y control de temperatura del equipo.

3.5 CARACTERIZACION DEL ACIDO LAURICO

Tabla 8. Caracterización del ácido laúrico

ESPECIFICACIÓN	MÉTODO	INTERVALO OBTENIDO	VALOR TÍPICO
VALOR ÁCIDO	NTC -218	214,16 – 279,47	271
DENSIDAD (g/cm³)	NTC-336	0,7348 a 50°C	
PUNTO DE FUSIÓN	NTC-213	21,25°C	44
INDICE DE REFRACCIÓN A 70°C		1,4270 - 1,4277	1,4230

Se observa que el punto de fusión difiere del valor aceptado en la norma, debido a que la muestra esta bastante impura, contiene ácidos grasos insaturados y ácidos grasos de cadena corta, lo cual hace que el punto de fusión del producto sea bajo.

Los espectros de infrarrojo (IR) obtenidos (Ver anexo B) de los productos corresponden a una mezcla de ácido laúrico, cáprico y caprílico lo cual confirma lo anteriormente dicho.

4. CONCLUSIONES

Debe tenerse en cuenta que en la revisión bibliográfica realizada no se encontró ningún dato sobre las rampas de temperatura y de tiempo para llevar a cabo la cristalización fraccionada en seco para el aceite de palmiste, como consecuencia se propuso un método para analizar estas variables que se adecuan al tiempo y a la temperatura de enfriamiento reportadas en literatura. ($T=18\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=10\text{ h}$), para observar la influencia de estas variables con la variable respuesta (relación oleína / aceite de palmiste).

Se observa que el método de cristalización fraccionada en seco no reporta buenos rendimientos. La estearina fraccionada retiene 16,8% de oleína, lo cual significa un porcentaje de 83,2% de recuperación de estearina.

En el método de cristalización fraccionada en seco a mayor rampa de temperatura (3°C) y menor rampa de tiempo (2 h) en el primer tratamiento, se obtuvieron relaciones oleína/estearina semejantes a 80,8:19,2; valor reportado en la literatura.

El método de hidrólisis básica permite buenos rendimientos, por lo tanto puede ser de gran utilidad durante la obtención de ácido laúrico ya que no es muy costoso, no es corrosivo y en poco tiempo se obtienen conversiones altas y condiciones de reacción no tan severas con respecto a la hidrólisis ácida.

De acuerdo con los espectros infrarrojos (ver Anexo B) de los productos se obtuvo una mezcla de ácido cáprico, ácido caprílico y ácido laúrico lo cual influye en la disminución del punto de fusión que normalmente tiene el ácido láurico y en consecuencia cambia su apariencia física ya que este es sólido, pero el producto obtenido en este trabajo es líquido y de color amarillo con olor picante.

5. RECOMENDACIONES

Al realizar el fraccionamiento en seco, se recomienda hacer rampas de temperaturas en el siguiente intervalo 27-23°C, ya que por debajo de 23°C es difícil la obtención de la oleína porque esta queda ocluida en la estearina y por ende no se obtendrá una buena separación.

Se debe hacer un buen lavado, tanto del jabón obtenido inmediatamente después de la hidrólisis básica, como también de los ácidos grasos obtenidos después del anterior procedimiento, ya que esto permite obtener un producto libre de impurezas.

Para la reacción de saponificación hay que adicionar un exceso del 40% de NaOH y de esta forma asegurar una completa reacción de los ácidos grasos libres como también de los triglicéridos. De igual forma se debe adicionar un exceso del 10% de HCl al jabón obtenido en la hidrólisis para lograr una conversión más elevada.

El mejor proceso para la obtención de ácido laúrico es el que se lleva a cabo por destilación molecular, que permite obtener ácido laúrico de pureza del 99,5% **(11)**.

El proceso de obtención de ácido laúrico también se puede optimizar mediante la utilización del método de hidrólisis enzimática, donde la hidrólisis es normalmente catalizada por enzimas lipolíticas o lipasas, las cuales pueden catalizar la hidrólisis a temperaturas cercanas al ambiente.

BIBLIOGRAFÍA

1. CASTELLANOS, Fabián E. GONZÁLEZ, Rosa A. Síntesis de Esteres Alquílicos Mediante Alcoholisis del Aceite de Palmiste Utilizando como Catalizador Lipasa de Mucor Miehel. Proyecto de grado para optar al título de Químico. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química. Bucaramanga, 2004.
2. www.fedepalma.org/document/2006/balance_1_trim_2006.pdf
3. QUINTERO, Víctor M. VELA, Giovanni A. Obtención y Separación de Ácido Láurico por Cristalización Fraccionada. Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Colombia. Santa fe de Bogotá. Facultad de Ingeniería, 2002.
4. PISKA, Ivo. ZARUBOVA, Marketa. PROPERTIES AND CRYSTALLIZATION OF FAT BLENDS. Journal of Food Engineering, (2005).
5. Sutker, Leonard L. Method of separating fatty acid fractions. No. 496870. Archivado 14 de agosto, 1974. United States Patent 3,953,484. 27 de abril, 1976.
6. NUÑEZ, Belcy E. SAAVEDRA, Nury P. Obtención de Ácidos Grasos a Partir de Aceite de Café. Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga. Facultad de Fisicoquímicas, 1990.
7. YÉPEZ, Byron D. BOLAÑOS, Gustavo E. Correlación y Estimación del Equilibrio Líquido (Vapor de Mezclas de Ácidos Orgánicos de Interés en Oleoquímica Utilizando PC - SAFT). Grupo de Investigación en Termodinámica Aplicada y Fluidos Supercríticos. Manizales, 2005.

8. GERVASIO, Gregorio C. Fatty Acids and Derivatives from Coconut Oil. Bailey's Industrial Oil and Fat Products. 6ª ed. Vol. 6. Fereidoon Shahidi, 2005.
9. INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE PROCESOS QUÍMICOS. Aprovechamiento de Residuos de Grasas de Matadero y Curtiembre. Ingeniería Química. UMSA. La Paz, 2004.
10. SKOOG, Douglas A. HOLLER, F. James. NIEMAN, Timothy A. Principio de análisis instrumental. 5ª ed. Mc Graw Hill. España, 2001. Pág. 440 – 444.
11. http://www.lurgj.de/website/fileadmin/pdfs/brochures/Br_FattyAcid.pdf#search=%22lurgj%2Bfatty%20acid%22
12. <http://webbook.nist.gov/chemistry/>. Base de Datos de Referencia Estándar del NIST Número 69 – Publicada en Junio, 2005.
13. DEE, Foster S. ; ETTRE, Leslie S. Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis. Vol. 12. 1ª Ed. John Wiley & Sons. U.S.A, 1971, pág. 475 - 481.
14. ZÉBERG-MIKKELSEN, Claus K.; STENBY, Erling H. Predicting the Melting Points and the Enthalpies of Fusion of Saturated Triglycerides By A Group Contribution Method. En: Fluid Phase Equilibria. Vol. 162. U.S.A. 1999, pág. 7 – 17.
15. MARANGONI, Alejandro. Physical Properties of Lipids. New York. USA. Marcel Dekker Incorporated, 2002.
<http://site.ebrary.com/lib/bibliouis/Doc?id=10051468&ppg=54>

ANEXO A. TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO

ÍNDICE DE ACIDEZ O VALOR ÁCIDO (Norma ICONTEC NTC 318)

Las unidades se definen en miligramo de KOH por gramo de muestra.

Materiales:

- 2 Erlenmeyer de 250 ml
- 1 bureta
- 1 pinza para bureta
- 1 soporte universal
- 1 plancha de calentamiento
- 1 probeta de 100 ml
- 1 balanza analítica

Reactivos:

- Etanol del 95% neutralizado
- Hidróxido de sodio 0,10 N
- Fenolftaleína al 1% en etanol del 95%

Procedimiento:

- Pesar en un Erlenmeyer máximo 1 g de la muestra
- Adicionar de 10 a 15 ml de alcohol neutralizado caliente al Erlenmeyer que contiene la muestra y añadir dos gotas de fenolftaleína. Titular con la solución de Hidróxido de Sodio.

- Calcular el valor ácido por medio de la siguiente expresión:

$$V.A. = (56,11 \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{ETOH}}) / G_{\text{MUESTRA}}$$

Donde:

N= Normalidad de la solución de Hidróxido de Sodio

V= Volumen de Hidróxido de Sodio gastado en la titulación de la muestra (ml).

G= Peso de la muestra (g)

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL (Norma NTC 287)

MÉTODO A

Materiales:

- 1 balanza analítica
- 1 cápsula de porcelana o vidrio, con diámetro entre 80 mm y 90 mm y una profundidad aproximada de 30 mm, con fondo plano.
- 1 termómetro graduado entre 80°C y por lo menos 110°C, con un bulbo de mercurio reforzado y con una cámara de expansión en el extremo superior.
- Baño de arena o plato de calentamiento eléctrico
- Desecador con un desecante eficiente.

Procedimiento:

Preparación de la muestra de ensayo: Muestra sólida. La muestra se calienta 10°C por encima de su punto de fusión. Si la muestra es clara se continúa con el

procedimiento siguiente. Si la muestra esta turbia o contiene algún sedimento se filtra en caliente. El filtrado debe ser claro.

La muestra líquida se filtra si presenta alguna impureza o turbidez.

Porción de ensayo

Se pesan, con aproximación a 0,001 g, 20 g de la muestra de ensayo en la cápsula, la cual ha sido previamente secada y pesada junto con el termómetro.

Determinación

Se calienta la cápsula que contiene la porción de ensayo en el baño de arena o en el plato de calentamiento eléctrico, se incrementa la temperatura a una tasa aproximada de 10°C/min hasta alcanzar 90°C. Se agita constantemente la muestra.

Se disminuye la tasa de calentamiento, observando la tasa a la cual aparecen burbujas desde el fondo de la cápsula y se deja que la temperatura se incremente hasta alcanzar 103°C +/- 2°C. No se calienta por encima de 105°C. Se continua la agitación hasta que el burbujeo desaparezca.

Para asegurar la remoción de toda la humedad, se repite el calentamiento a 103 +/- 2°C varias veces y entre cada periodo de calentamiento se enfría la muestra a 95°C. Luego se deja enfriar la cápsula y el termómetro en el desecador hasta temperatura ambiente y se pesa con la aproximación a 0,001 g. Se repite esta operación hasta que la diferencia entre los resultados de dos pesajes sucesivos no exceda de 2 mg.

Expresión de los resultados

Método para el cálculo de los resultados

El contenido de materia volátil y la humedad se expresa como porcentaje en masa y es igual a:

$$(m_1 - m_2) / (m_1 - m_0) * 100$$

Donde:

m_0 = Masa en gramos de la cápsula y el termómetro o del recipiente de vidrio.

m_1 = Masa en gramos de la cápsula, el termómetro y la porción de ensayo o del recipiente de vidrio y la porción de ensayo antes del calentamiento.

M_2 = Masa en gramos de la cápsula, el termómetro y el residuo o del recipiente de vidrio y el residuo, después del calentamiento.

Se toma como resultado el promedio aritmético de las dos determinaciones, teniendo en cuenta que los requerimientos de repetibilidad se cumplen.

Se reporta el resultado tomando dos cifras decimales.

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN (Norma NTC 213)

Materiales:

- Tubos capilares, con pared uniforme y abiertos a los extremos, con diámetro interno de 1,0 mm a 1,2 mm, diámetro externo de 1,3 mm a 1,6

mm, espesor de pared de 0,15 mm a 0,20 mm y una longitud de 50 mm a 60 mm.

- Termómetro con divisiones de 0,1°C y 0,2°C calibrado en el rango de puntos de fusión esperados.
- Baño de enfriamiento u otro medio capaz de mantener la temperatura a -4°C
- Sistema de calentamiento que garantice una rata de temperatura de 0,5°C/min a 4°C/min.

Preparación de la muestra de ensayo:

La muestra recalienta 10°C por encima de su punto de fusión. Si la muestra es clara se continúa con el procedimiento descrito en el siguiente procedimiento. Si la muestra esta turbia o contiene algún sedimento, se filtra en caliente. El filtrado debe ser claro.

Procedimiento:

Preparación de los tubos capilares para el método A

Una porción de muestra se funde tan rápido como sea posible a una temperatura entre 5°C a 10°C por encima del punto de fusión esperado y a la cual la muestra este totalmente fundida.

Se sumergen dos tubos capilares en la muestra fundida hasta obtener una columna de 10 mm +/- 2 mm en cada tubo. Inmediatamente después se sacan y secan los tubos con una material absorbente.

Los capilares llenos se llevan al baño de enfriamiento u otro medio a una temperatura de 4°C. Se mantienen allí por 5 min. Luego se prosigue como se indica en el siguiente paso.

Determinación:

Se atan dos tubos capilares, preparados para el método A o para el método B, al bulbo del termómetro. Se debe evitar la transferencia de calor a los tubos.

Se llena, a la mitad de su capacidad, un recipiente con agua o aceite mineral a 15°C +/- 1°C. Se suspende el termómetro con los tubos a una altura tal que la parte inferior de los tubos capilares están a 30 mm debajo de la superficie del agua o aceite.

Se inicia el calentamiento de manera regulada incrementando 1° C/min +/- 0,5 °C/min.

Se registra para cada tubo capilar la temperatura a la cual la muestra comienza a ascender.

El promedio de las dos lecturas corresponde al resultado de una determinación.

Se registra para cada tubo capilar la temperatura a la cual la muestra comienza a ascender.

Se llevan a cabo dos determinaciones en la misma muestra de ensayo.

Expresión de los resultados:

Se toma como resultado el promedio aritmético de las dos determinaciones. Se expresan los resultados con la proximidad a 0,1.

DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD (Norma NTC 336)

APARATOS

- **1 Baño de agua:** Con capacidad de mantener con una desviación máxima de 0,1°C la temperatura escogida para la determinación, con un termómetro calibrado, graduado con divisiones de 0,1°C y que cubra el rango de temperatura relevante.
- **Picnómetro (Jaulmes):** De 50 ml de capacidad, con brazo lateral, ajustado por medio de una unión cónica esmerilada con un termómetro calibrado graduado con divisiones de 0,1°C. El brazo lateral contendrá un capilar interno. El picnómetro debe ser preferiblemente hecho de vidrio de borosilicato, pero de no ser posible, uno de vidrio de cal soda podría ser usado.

Preparación de la muestra de ensayo: No se filtra ni se seca la muestra. Tenga cuidado de no incluir burbujas de aire en la grasa.

Muestra sólida a temperatura ambiente: Se funde la muestra de ensayo a una temperatura aproximadamente por encima de 10°C del punto de fusión. Se agita hasta que todos los cristales estén disueltos.

Muestra líquida: La muestra debe ser lo más homogénea posible y si es una muestra turbia, o con sedimentos, se mezcla vigorosamente, se separan de las

paredes del recipiente original que lo contiene y se incorporan a la muestra en el nuevo recipiente.

Procedimiento:

1. Calibración del picnómetro: Se calibra el picnómetro por lo menos una vez al año y como mínimo por duplicado, por el procedimiento descrito. Calibre un picnómetro hecho de vidrio de cal-soda por lo menos cada tres meses y como mínimo por duplicado.

Nota: El procedimiento de calibración descrito se usa para determinar el volumen del picnómetro cuando se llena con agua a una temperatura θ_c .

1.1 Se calibra el picnómetro a las siguientes temperaturas:

- a) A 40°C si el coeficiente medio de expansión cúbica y del picnómetro de vidrio es conocido
- b) A 20°C y 60°C si y es desconocida.

1.2 Se limpia y seca completamente el picnómetro. Se pesa con aproximación de 0,1 mg el picnómetro vacío con el termómetro y la tapa o con el tapón esmerilado (m_1).

Se lleva agua recientemente destilada, o agua de pureza equivalente, libre de aire, a una temperatura aproximadamente 5°C por debajo de la temperatura del baño de agua. Se remueve la tapa con el termómetro (Jaulmes) y se llena el picnómetro con el agua destilada. Se coloca la tapa con el termómetro o el tapón esmerilado.

Tenga cuidado de no incluir burbujas de aire durante estas operaciones. Se sumerge el picnómetro lleno en el baño de agua a la mitad de su cuenca cónica hasta que el contenido haya alcanzado una temperatura estable (lo cual toma cerca de 1 h). Permita que el agua fluya por el brazo lateral o por el capilar del tapón esmerilado. Se registra la temperatura, θ_c , del contenido del picnómetro con aproximación al 0,1°C. Se remueve cuidadosamente el agua destilada que ha fluido por el capilar.

Se coloca la tapa en el brazo lateral. Se remueve el picnómetro del baño de agua. Se limpia con un material libre de motas hasta secar completamente. Se lleva a la temperatura ambiente.

Se pesa el picnómetro lleno con la tapa y el termómetro o con el tapón esmerilado, con aproximación de 0,1 mg (m_2).

Si el valor de γ para el picnómetro de vidrio no es conocido, se ajusta el baño de agua a la segunda temperatura de calibración deseada y se repite el procedimiento de calibración.

Determinación:

Para una temperatura de determinación por debajo de la temperatura ambiente, se usa un picnómetro Jaulmes.

Se limpia y se seca completamente el picnómetro. Se pesa con aproximación de 0,1 mg, el picnómetro vacío con la tapa y el termómetro o con el tapón esmerilado.

Se ajusta el baño de agua a una temperatura a la cual no varíe más de 1°C de la temperatura requerida para la determinación (Por ejemplo la temperatura en el momento de muestreo de la grasa).

Usando el picnómetro de Jaulmes

Se pesa con aproximación a 0,1 mg el picnómetro vacío con la tapa y el termómetro.

Se remueve la tapa del brazo lateral y se reemplaza por una pieza corta de tubo plástico flexible en forma de capilar (de 3 cm a 5 cm) para formar una unión impermeable. Se llena el picnómetro con la muestra de ensayo y se coloca el termómetro, teniendo cuidado de no incluir burbujas de aire.

Se remueve el picnómetro del baño de agua, limpiándolo cuidadosamente con un material libre de motas hasta secar completamente. Se lleva a temperatura ambiente, entonces se pesa con aproximación a 0,1 mg el picnómetro lleno con la tapa y el termómetro (m_3).

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Cálculo del Volumen del Picnómetro

Se calcula el volumen del picnómetro a la temperatura de calibración, θ_c , por la ecuación:

$$V_c = (m_2 - m_1)/\rho_w$$

Donde:

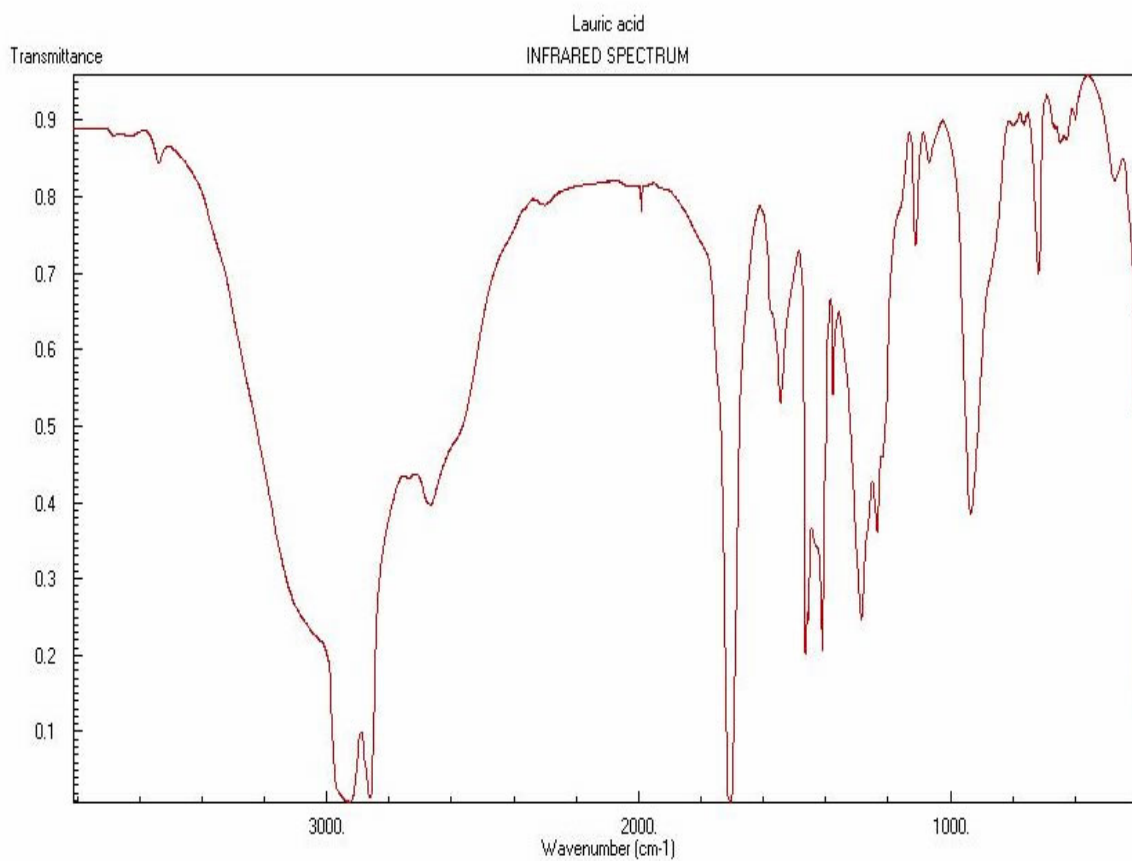
V_c = Es el volumen del picnómetro a la temperatura de calibración θ_c , en centímetros cúbicos;

- m_2 = Es la masa del picnómetro lleno con agua, incluido la tapa y el termómetro ó el tapón esmerilado, pesado en gramos.
- m_1 = Es la masa del picnómetro vacío con la tapa y el termómetro ó el tapón esmerilado, pesado en gramos.
- ρ_w = Es la densidad (masa por volumen convencional) del agua a la temperatura de calibración θ_c en gramos por centímetro cúbico (Se puede deducir ρ_w de la tabla 1 de esta norma si es necesario, por interpolación).

ANEXO B. ESPECTROS INFRAROJOS

Equipo: Para la determinación de los espectros IR se utiliza un espectrómetro infrarrojo con las siguientes características:

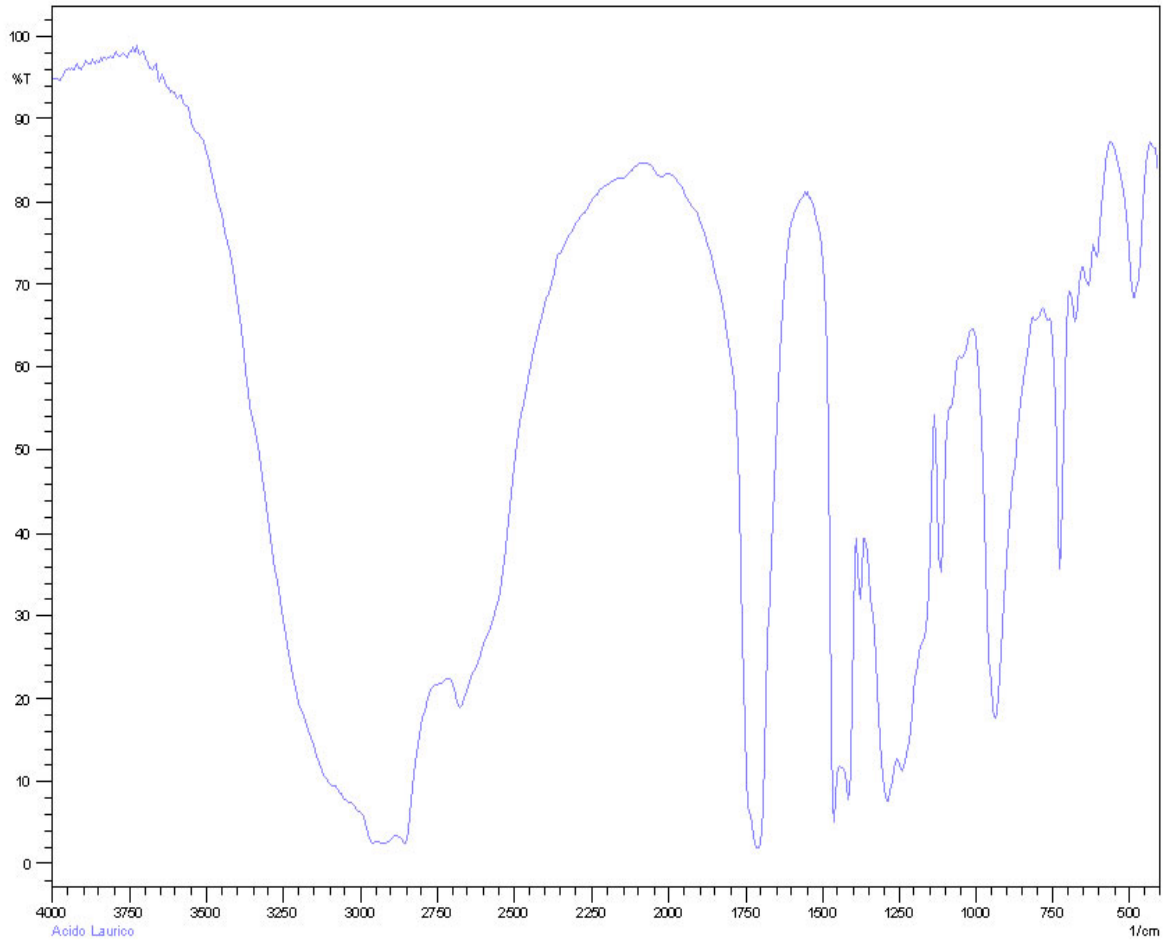
HARDWARE DEL INTERFEROMETRO	Interferómetro Michelson (30° de ángulo de incidencia), sistema de alineamiento dinámico.
SISTEMA OPTICO RAYO DIVIDIDO	Rayo óptico particular Plato de KBr enchaquetado-Alemania.
FUENTE DEL RAYO DETECTOR	Cerámico Detector piroelectrico de alta sensibilidad (DLATGS).
RANGO DEL NÚMERO DE ONDA RESOLUCIÓN	7800 cm ⁻¹ - 350 cm ⁻¹ 0,85 cm ⁻¹ , 1 cm ⁻¹ , 2 cm ⁻¹ , 4 cm ⁻¹ , 8 cm ⁻¹ , 16 cm ⁻¹ .
CÁLCULO DEL INTERVALO DEL NÚMERO DE ONDA	0,25 cm ⁻¹ ; 0,5 cm ⁻¹ ; 1 cm ⁻¹ ; 2 cm ⁻¹ , 4 cm ⁻¹ .
EXACTITUD DE NÚMERO DE ONDA VELOCIDAD DE REFLEJO	+/- 0,25 cm ⁻¹ Selección de 3 pasos desde 2,8 mm/s; 5 mm/s o 9 mm/s . Una escaneado a 4 cm ⁻¹ toma desde 2-3 segundos.
DIMENSIONES/UNIDAD DE ESPECTROFOTÓMETRO WEIOH-L	620 (ancho)*580(largo)*240(alto) mm, 40 Kg.
MUESTREO DE DATOS	Laser de He - Ne
GANANCIA DEL CONTROL	Automático o manual del X1 – X128 en 2 ^h pasos.



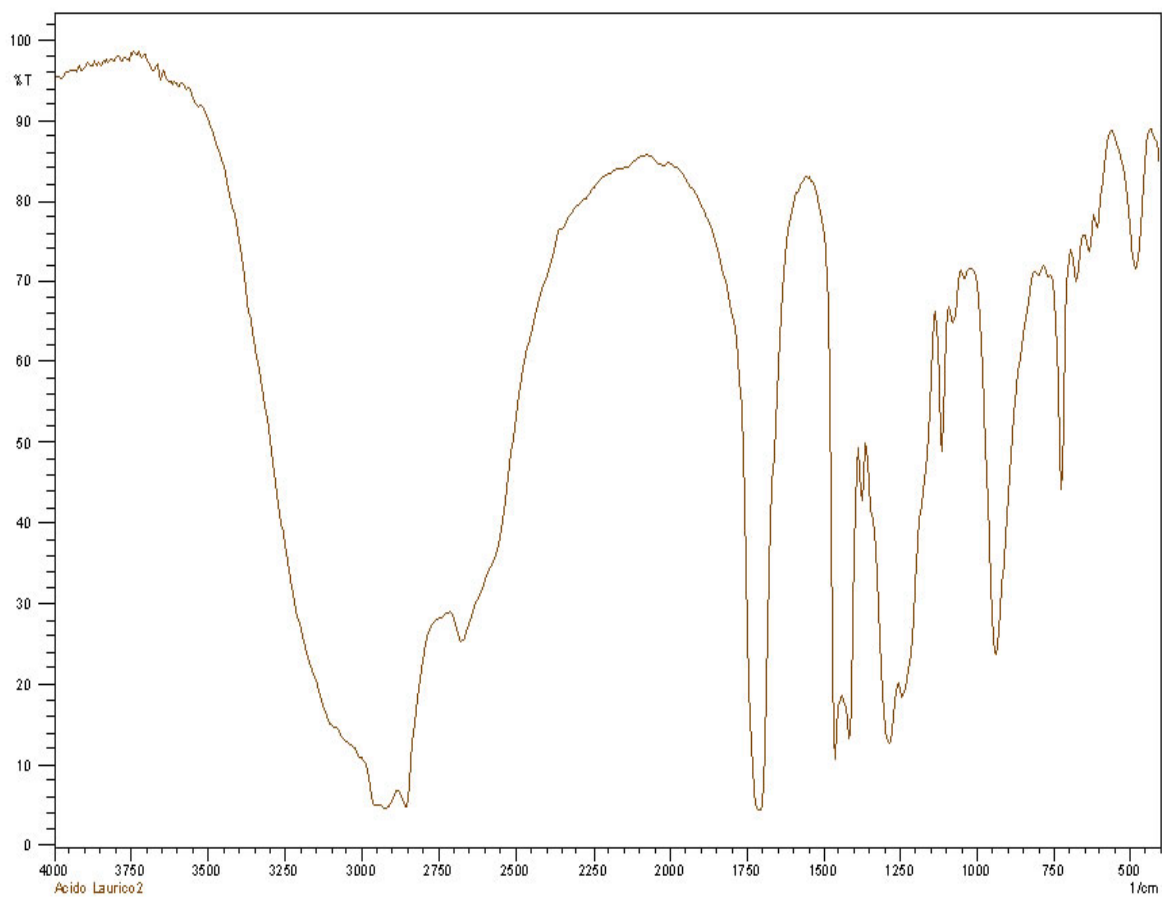
Ref: (12).

En las siguientes gráficas se presentan los espectros IR del producto obtenido en este trabajo de grado:

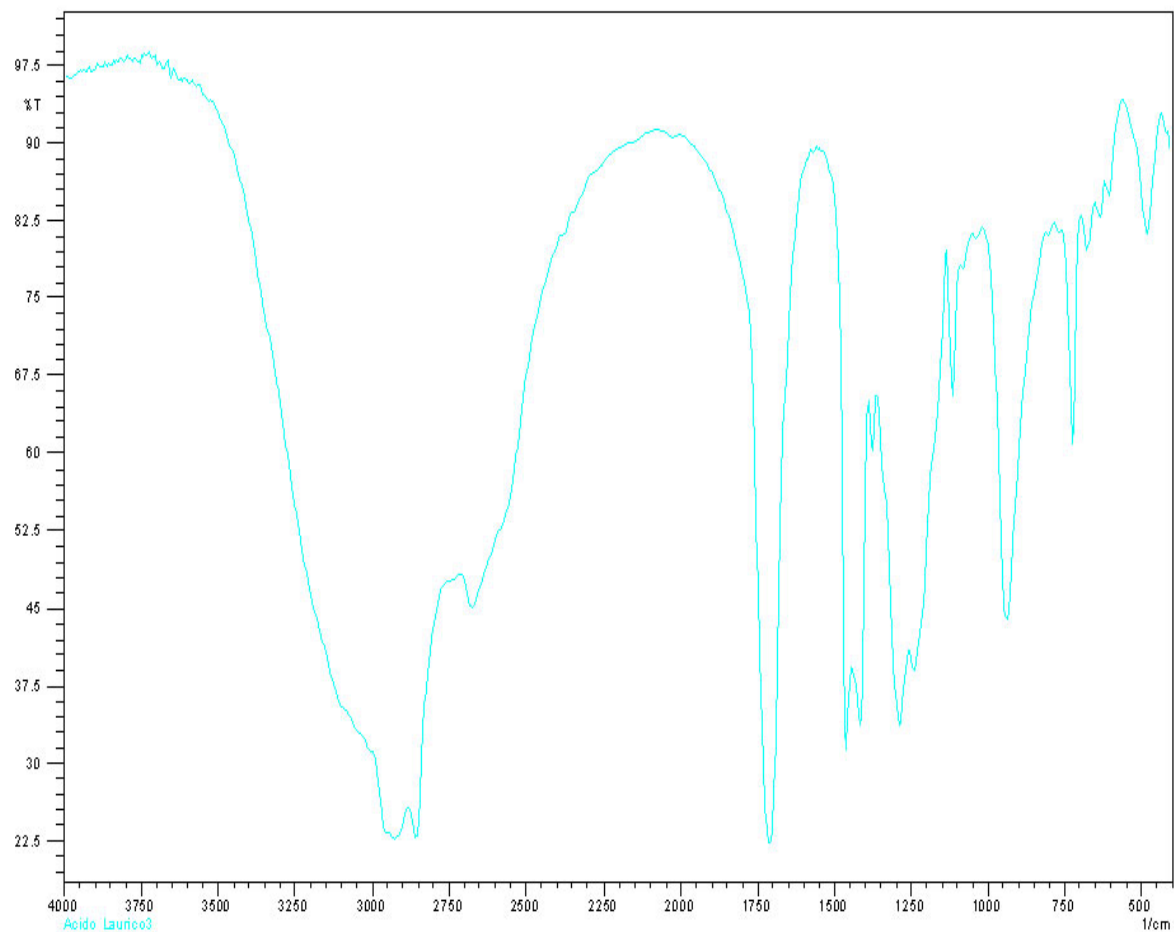
TRATAMIENTO 1:



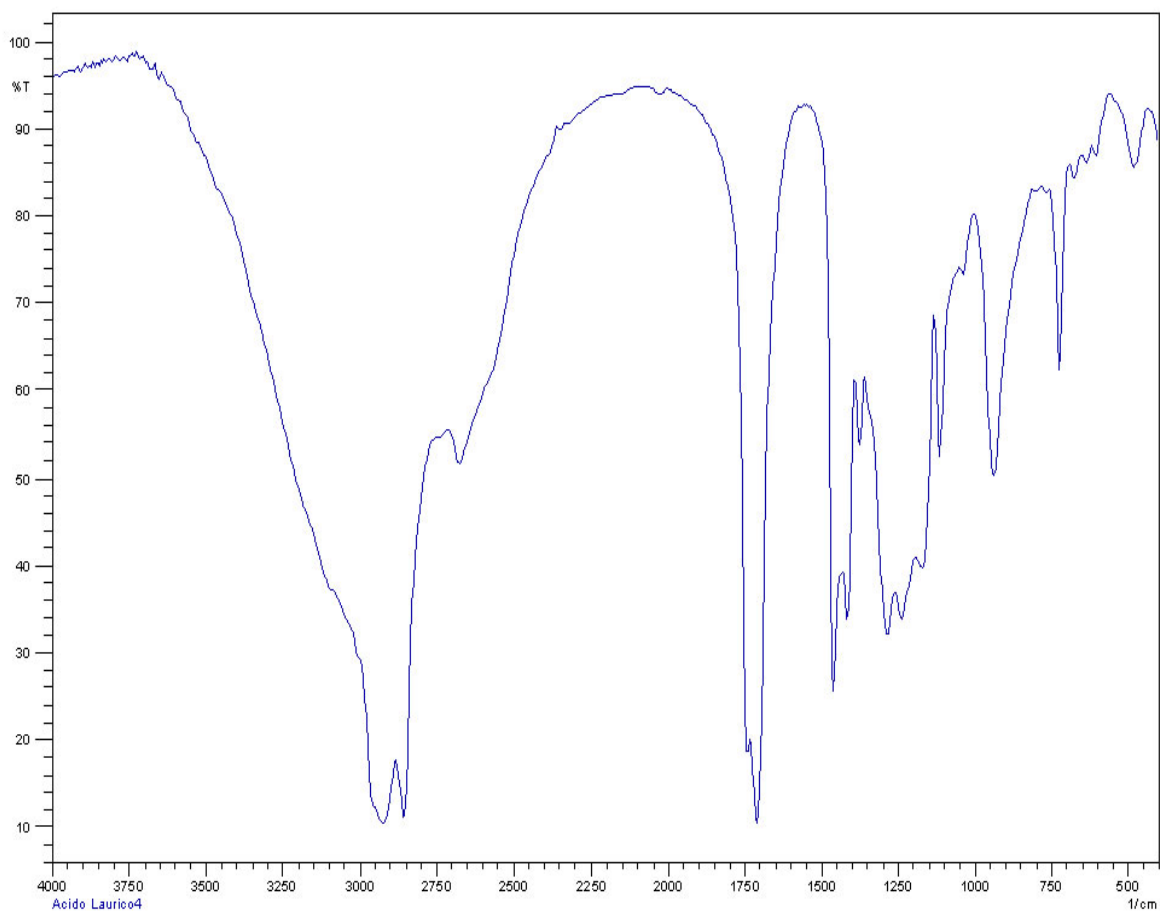
TRATAMIENTO 2:



TRATAMIENTO 3:



TRATAMIENTO 4:



ANEXO C. CÁLCULOS Y ECUACIONES

ECUACIONES UTILIZADAS PARA LA CRISTALIZACIÓN EN SECO

$$\text{➤ } \% \text{ oleína separada} = \frac{\text{cantidad de oleína}}{\text{cantidad de aceite de palmiste}} * 100$$

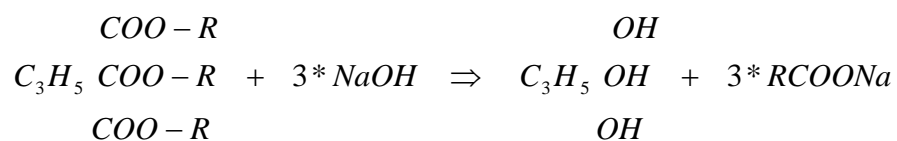
$$\text{➤ } \% \text{ estearina separada} = \frac{\text{cantidad de estearina}}{\text{cantidad de aceite de palmiste}} * 100$$

$$\text{➤ } \% \text{ Oleína} = \frac{\text{cantidad de oleína contenida en la estearina cristalizada}}{\text{cantidad de estearina cristalizada}} * 100$$

$$\text{➤ } \% \text{ estearina} = \frac{\text{cantidad de estearina contenida en la estearina cristalizada}}{\text{cantidad de estearina cristalizada}} * 100$$

ESTEQUIOMETRÍA DE LA SAPONIFICACIÓN

➤ **Ecuación Estequiométrica:**



➤ **Relaciones Estequiométricas**

1. Peso Molecular Promedio.

$$PM_{promedio} = \sum y_i * PM_i$$

2. Cálculos Estequiométricos: para una cantidad de 150 g de estearina se obtuvo:

$$\text{Cantidad en g de NaOH por experimento} = \frac{150 * 120}{663.1566} = 27.1429$$

$$\text{Cantidad en g. de NaOH con exceso por experimento} = 27.1429 * 0.40 + 27.1429$$

$$\text{Cantidad en g. de NaOH con exceso por experimento} = 38.000 \text{ g.}$$

$$\text{Volumen 2N de NaOH} = \frac{38}{2} = 19 \text{ ml}$$

$$\text{Volumen 6N de NaOH} = \frac{38}{40 * 6} = 158.33 \text{ ml}$$

$$\text{Cantidad de jabón teórico} = \frac{3 * PM_{jabon} * 150}{PM_{estearina}} = 156.3168$$

➤ **Tabla de caracterización de la estearina y P.K.O**

COMPUESTOS DEL ACEITE DE PALMISTE (P.K.O)	% DEL COMPUESTO EN EL P.K.O	% DEL COMPUESTO EN LA ESTEARINA	PESO MOLECULAR (g/mol).	CANTIDAD DEL COMPUESTO EN LA ESTEARINA (g/mol).
Ácido Caprílico (C ₈)	2,7	3,3415	143,1976	4,7849
Ácido Cáprico (C ₁₀)	7,0	8,6633	171,252	14,8360
Ácido Láurico (C ₁₂)	46,9	58,0446	199,3064	115,6866
Ácido Mirístico (C ₁₄)	14,1	17,4505	227,3608	39,6756
Ácido Palmítico (C ₁₆)	8,8	10,8910	255,4152	27,8172
Ácido Esteárico (C ₁₈)	1,3	1,6089	283,4696	4,5607
Ácido Oleíco (C ₁₈), ácido Insaturado.	18,5			
Ácido Linoléico (C ₁₈), ácido insaturado.	0,7			
Total	100	99,9998	1280,0016	207,361