

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE EN MUESTRAS SÓLIDAS  
MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO COMO ALTERNATIVA PARA  
LA MEDICIÓN DE PÉRDIDAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE  
DE PALMA.

DIANA KATHERINE ESTUPIÑAN CONTRERAS  
ANDRES OBDULIO PRADA MONSALVE

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIA FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2018

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE EN MUESTRAS SÓLIDAS  
MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO COMO ALTERNATIVA PARA  
LA MEDICIÓN DE PÉRDIDAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE  
DE PALMA.

DIANA KATHERINE ESTUPIÑAN CONTRERAS  
ANDRES OBDULIO PRADA MONSALVE

Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Director

HERNANDO GUERRERO AMAYA  
Doctor en electroquímica ciencia y tecnología

Codirector:

GENNY CATHERINE GUERRERO AMAYA  
Ingeniera Química. Esp. en dirección de empresas

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIA FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2018

## DEDICATORIA

*A Dios, por brindarme la vida, salud y sabiduría necesaria para cumplir cada una de mis metas.*

*A mi padrino Roberto Contreras (q.e.p.d), por todos y cada uno de los consejos que me diste,  
por cada una de las experiencias que compartimos y por tu infinito amor.*

*A mis padres, Eduardo Estupiñan Torres, Nelly Contreras, por darme la vida y ser mi motor, por siempre escucharme, y por animarme a seguir incluso cuando ni yo sabía cómo hacerlo, gracias en especial a mi madre por ser mi gran ejemplo a seguir y que gracias a ella soy lo que soy.*

*A mis hermanos, Lizeth Paola, Miguel Angel y a su esposa por ser parte importante de esta meta. Y en especial a mi hermanito menor Yojhan Eduardo por su gran ayuda, compañía y por siempre apoyarme a cumplir esta meta.*

*A mis sobrinos Ian Isaac y Noah por alegrar mis días.*

*Y a mi familia por siempre creer en mí y apoyarme.*

*A mi segunda familia, Valentina Román, Pedro Ibañez, y Anggie Andrade, por ser uno de los pilares en mi vida, por hacer mucho más agradables mis días y por todas las experiencias nuevas que junto a ellos pude compartir.*

*A mi gran amiga Angelica Grandett, por aguantar mis ausencias y por siempre estar para apoyarme y ser mi confidente.*

*Y a todos mis amigos y compañeros, Yurgen Mejía, Luis Salcedo, Juan Malangón, Damián Ortega, Jennifer Montoya, Diego Molina, Diana Betancour, Katherine Martinez y Sergio Bonilla, por hacer más amenas las jornadas de estudio, la convivencia y por todos los buenos momentos que como grupo pudimos compartir.*

*A mi compañero Andres Prada por realizar este proyecto conmigo y por ser siempre esa persona incondicional.*

*Este logro es para ustedes en especial a mis padres.*

***Diana Katherine Estupiñan Contreras.***

## DEDICATORIA

*Este logro es dedicado a Dios porque el hizo todo posible. Me brindo la sabiduría y dedicación en mi carrera universitaria y en mi vida.*

*A mi padre Obdulio Prada y mi madre Angelica Monsalve por el apoyo, por su cariño, por su amor, por educarme como una buena persona, siempre creer en mí y estar conmigo en el transcurso de mi vida y en mis estudios, nunca se cansaron de luchar por verme feliz, ellos son el motor de mi vida.*

*A mis hermanas Diana y Yenny por el apoyo y ayuda para estudiar en la Universidad, por creer en mí y servirme de ejemplo para superarme en la vida para llegar a ser un profesional.*

*A mi sobrino Dylan por enseñarme lo bueno y gratificante que puede llegar a ser la vida llenándola de felicidad.*

*A mis abuelos Martha Jaramillo y Francisco Monsalve por estar siempre atentos, por siempre contagiarme de actitud positiva, por enseñarme a seguir adelante en la vida sin importar los obstáculos.*

*A Diana Estupiñan por su apoyo y amor, por ser parte especial en mi vida con su incondicionalidad en todo momento.*

*A mis demás familiares que aportaron un granito de arena para cumplir mis logros creyendo en mí y brindarme su apoyo.*

*A mis amigos Luis Salcedo, Diego Molina, Damian Ortega y Juan Malagon, Brayan Cuellar quienes brindaron su amistad y ayuda, viviendo buenas experiencias en mi vida universitaria.*

*A mis vecinos la familia Campos por brindarme su más sincero cariño y apoyo.*

*Este triunfo es para ustedes en especial a mi Padre y Madre.*

**Andres Obdulio Prada Monsalve.**

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Industrial de Santander, a la escuela de Ingeniería Química y a todos los profesores que participaron en nuestra formación por guiarnos durante este proceso de aprendizaje.

Al profesor Hernando Guerreo Amaya y a la profesora Luz Marina Ballesteros Rueda por guiarnos y brindarnos la confianza de desarrollar este proyecto a su lado, brindándonos su apoyo y conocimiento en todo momento.

A la Ing. Genny Catherine Guerrero Amaya por apoyarnos brindándonos sus conocimientos en la industria, tiempo y facilitándonos las muestras necesarias para la realización de este proyecto

Al grupo de investigación CICAT por facilitarnos los laboratorios, e instrumentos para desarrollar la parte práctica del proyecto.

Al Químico Joaquín Orozco y al Ingeniero Químico Guillermo Acero por la ayuda y colaboración brindada en los laboratorios de Ambiental y espectroscopia para la realización de los análisis necesarios.

A los técnicos de laboratorio Eduardo y Wilson por la disponibilidad y ayuda brindada cuando se les fue requerida.

## TABLA DE CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCIÓN .....	19
1. OBJETIVOS.....	21
1.1 OBJETIVO GENERAL .....	21
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	21
2. MARCO TEÓRICO .....	22
2.1 PALMA DE ACEITE Y EL FRUTO.....	22
2.2 ACEITE DE PALMA.....	23
2.3 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA	25
2.4 PÉRDIDAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA ...	26
2.5 FUNCIONAMIENTO ESPECTROFOTÓMETRO.....	28
3. METODOLOGÍA .....	29
3.1 IDENTIFICACIÓN DE PÉRDIDAS MÁS IMPORTANTES EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE.....	29
3.3 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE.....	32
3.3.1 Muestra y pre-tratamiento.....	32
3.3.2 Secado de muestras (medición de humedad).....	33
3.3.3 Extracción SOXHLET .....	33
4. RESULTADOS Y ANALISIS .....	34
4.1 FIBRA DE LA ZONA DE Prensado .....	34
4.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR).....	35

4.3 PROCEDIMIENTOS Y CÁLCULOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE .....	36
4.3.1 Caracterización de las muestras por MIR .....	36
4.3.2 Calibración y validación .....	37
5. CONCLUSIONES .....	43
6. RECOMENDACIONES .....	44
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	45
BIBLIOGRAFIA .....	49
ANEXOS .....	51

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Composición en porcentajes de los ácidos grasos que conforman el aceite crudo de palma africana [19]. .....	23
Tabla 2. Concentraciones de los Triglicéridos en ppm presentes en el aceite de palma crudo [19]. .....	24
Tabla 3. Datos del %ac/SSNA de las muestras de fibras utilizados para realizar la curva de calibración. ....	39
Tabla 4. Datos del %ac/SSNA de las muestras de fibras utilizados para validar la curva de calibración. ....	39
Tabla 5. Variación de los valores de %ac/SSNA calculados con respecto a los residuos A. ....	41
Tabla 6. Variación de los valores de %ac/SSNA calculados con respecto a los residuos B. ....	41
Tabla 7. Validación de la ecuación %ac/SSNA VS Área A. ....	42
Tabla 8. Datos de del porcentaje de humedad, aceite peso de aceite extraído, %ac/muestra húmeda y %ac/SSNA. ....	63

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Estructura del fruto de aceite de palma [18]. .....	22
Figura 2. Estructura del triglicérido POO (1-palmitoil-2,3-dioleoil-sn-glicerol) [19]. .	24
Figura 3. Diagrama de bloques del proceso de extracción de aceite de palma. ....	25
Figura 4. Estructura de un espectrofotómetro de transformada de Fourier [22]. ....	28
Figura 5. Esquema de la zona de desfrutación [17]. .....	29
Figura 6. Prensa de tornillos sinfín, utilizada en la zona de prensado [17]. ....	30
Figura 7. Partes del montaje de extracción soxhlet. ....	34
Figura 8. Esquema del proceso del desfibración en la zona de desfibración en una planta de beneficio [17]. .....	35
Figura 9. Comparación de los picos característicos en los espectros FTIR en el rango de 4000-700cm <sup>-1</sup> de a) Aceite de palma obtenido de la extracción soxhlet, b) fibra de la muestra tomada a la salida del ciclón en la zona de desfibración antes de la extracción soxhlet y c) fibra de la muestra tomada a la salida del ciclón en la zona de desfibración después de la extracción soxhlet. ....	38
Figura 10. Variación del área A con respecto al %ac/SSNA. ....	40
Figura 11. Variación del área B con respecto al %ac/SSNA. ....	40
Figura 12. Variación de los residuales %ac/SSNA con respecto al Área B. ....	41
Figura 13. Variación de los residuales %ac/SSNA con respecto al Área B. ....	42
Figura 14. Vista superior de dos esterilizadores empleados en la zona de esterilización en el proceso de extracción de aceite en una planta de beneficio de palma [29]. .....	56
Figura 15. Equipos empleados en la zona de desfrutación en una planta de beneficio de palma, en la figura a) Equipos empleados para la desfrutación y en la figura b) Tambor desfrutador [29]. ....	56
Figura 16. Masa de frutos dentro del digestor [29]. .....	57

Figura 17. Fundamentos básicos que se dan en la clarificación estática en una planta de beneficio de palma [29]. .....	58
Figura 18. Tamiz circular empleado en la clarificación estática en una planta de beneficio de palma [29]. .....	59
Figura 19. Pozos florentinos ubicados en la zona de trampas de grasa en una planta de benéfico de palma [30]. .....	61
Figura 20. Tamiz usado para separar las nueces, fibra y polvillo. ....	62
Figura 21. Horno empleado en la realización del proyecto. ....	62
Figura 22. Equipo FTIR.....	64
Figura 23. Espectros de los picos característicos del aceite en las fibras obtenidas en la zona de prensado y recolectadas a la salida del ciclón en la zona de desfibración en diferentes horas del día por tres días. a) Día 1, b) Día 2 y c) Día 3. ....	66
Figura 24. Regresión ajustada %ac/SSNA vs área A de 10 muestras de la zona de prensa. ....	66
Figura 25. Regresión ajustada %ac/SSNA vs área B de 10 muestras de la zona de prensa. ....	67

## LISTA DE CUADROS

**Pág.**

Cuadro 1. Comparación de las diferentes alternativas para determinar la concentración de aceite.....	31
--	----

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A. FICHA TÉCNICA DEL HEXANO .....	51
ANEXO B. PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA DETALLADO	55
ANEXO C. SEPARACION DE LA NUECES DE LA FIBRA DE LA ZONA DE PRENSA TOMADA EN LA SALIDA DEL CICLÓN .....	62
ANEXO D. SECADO DE LAS MUESTRAS EN EL HORNO .....	62
ANEXO E. DATOS HALLADOS Y CALCULADOS POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE EXTRACCIÓN SOXHLET .....	63
ANEXO F. EQUIPO FTIR .....	64
ANEXO G. ESPECTROS FTIR DE LAS MUESTRAS DE LA ZONA DE PRENSADO TOMADAS A LA SALIDA DEL CICLÓN .....	65
ANEXO H. REGRESION AJUSTADA.....	66

## RESUMEN

**TÍTULO:** DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE EN MUESTRAS SÓLIDAS MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO COMO ALTERNATIVA PARA LA MEDICIÓN DE PÉRDIDAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA\*.

**AUTORES:** DIANA KATHERINE ESTUPIÑAN CONTRERAS\*\*, ANDRES OBDULIO PRADA MONSALVE\*\*.

**PALABRAS CLAVES:** Aceite de palma, Soxhlet, Espectroscopia de infrarrojo.

En la determinación del contenido de aceite de los residuos del proceso actualmente la extracción soxhlet presenta limitaciones en cuanto al tiempo total requerido para la generación de resultados (6 horas) y presenta alto riesgo por el grado de toxicidad e inflamabilidad de los reactivos requeridos. El objetivo de este proyecto es determinar el contenido de aceite en muestras sólidas mediante espectroscopia de infrarrojo medio como alternativa para la medición de pérdidas en el proceso, con la finalidad de disminuir el tiempo y los riesgos que tiene la técnica convencional. Las muestras son fibras que se obtienen a la salida del ciclón en la zona de desfrutamiento, se eliminó manualmente las nueces presentes, para ser secadas en un horno a una temperatura de 105°C por un tiempo de 3 horas, se emplearon 10 gramos de las muestras para realizar el montaje soxhlet y así extraer el aceite utilizando 150 ml de hexano como solvente con un tiempo de 6 horas de proceso. Asimismo se emplearon 5 gramos de la muestra y se homogeneizaron para tomar una pequeña fracción y determinar el espectro infrarrojo haciendo uso del espectrofotómetro IRTracer-100, con el fin de relacionar el área bajo la curva de los picos característicos del aceite con la cantidad de aceite en porcentaje másico (%aceite/SSNA), desarrollándose una tendencia lineal con un coeficiente de determinación de 0.91 y una validación aceptable con un error máximo de 10% en comparación de los valores experimentales.

---

\* Proyecto de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Director: Hernando Guerrero Amaya, Co-Director: Ing. Genny Catherine Guerrero Amaya.

## ABSTRACT

**TITLE:** DETERMINATION OF THE CONTENT OF OIL IN SOLID SAMPLES THROUGH INFRARED SPECTROSCOPY AS AN ALTERNATIVE FOR THE MEASUREMENT OF LOSSES IN THE PALMA OIL EXTRACTION PROCESS \*.

**AUTHORS:** DIANA KATHERINE ESTUPIÑAN CONTRERAS\*\*, ANDRES OBDULIO PRADA MONSALVE\*\*.

**KEYWORDS:** Palm oil, Soxhlet, Infrared spectroscopy.

In the determination of the oil content of the process residues, the soxhlet extraction presents limitations in terms of the total time required for the generation of results (6 hours) and presents a high risk due to the degree of toxicity and flammability of the required reagents. The objective of this project is to determine the oil content in solid samples by means of medium infrared spectroscopy as an alternative for the measurement of losses in the process, with the purpose of reducing the time and risks of the conventional technique. The samples are fibers that are obtained at the exit of the cyclone in the zone of fruiting, the nuts were manually removed, to be dried in an oven at a temperature of 105 ° C for a time of 3 hours, 10 grams of the samples were used to carry out the soxhlet assembly and thus extract the oil using 150 ml of hexane as a solvent with a time of 6 hours of processing. Likewise, 5 grams of the sample were used and homogenized to take a small fraction and determine the infrared spectrum using the IRTracer-100 spectrophotometer, in order to relate the area under the curve of the characteristic peaks of the oil with the amount of oil in mass percentage (% oil / SSNA), developing a linear trend with a coefficient of determination of 0.91 and an acceptable validation with a maximum error of 10% compared to the experimental values.

---

\* Project of grade

\*\* Faculty of Engineering Physical Chemical. School of Chemical Engineering. Director: Hernando Guerrero Amaya, Co-Director: Ing. Genny Catherine Guerrero Amaya.

## GLOSARIO

**Aceite crudo de palma:** aceite sin procesar que sale del proceso de extracción, presenta color café rojizo.

**Tusa o raquis:** soporte natural del fruto de palma que está conformado por pedúnculo y espigas.

**Espigas:** Conjunto de soportes fibrosos en los cuales van sujetos los frutos.

**Pedúnculo:** Tallo central del racimo.

**Lodos pesados:** arena, partículas de fibra y cuesco.

**Lodos livianos:** almidones, gomas hidrolizadas y pectinas.

**Fibra:** material que contiene el aceite de palma que se encuentra en el mesocarpio del fruto de palma africana.

**SSNA:** Sólidos secos no aceitosos.

**RV:** Racimos de fruto vacío.

**RFF:** Racimos de fruto fresco.

**TG:** Triglicéridos.

## INTRODUCCIÓN

La expansión del cultivo de palma africana en Colombia ha mantenido un crecimiento sostenido con un área sembrada en palma de aceite de 5,000 hectáreas en 1962 y creciendo a 500,000 hectáreas en 2017. La producción de aceite de palma paso de 15,000 toneladas a inicios de los 60 a más de 1'600,000 de toneladas en 2017 [1].

Actualmente, Colombia es el cuarto productor mundial de aceite de palma y el primero en América, representando el 6% del PIB agropecuario del país [2] y con un alto potencial de crecimiento debido a la versatilidad en los usos y aplicaciones de sus productos y subproductos. A su vez, fue creciendo la necesidad de optimizar la eficiencia del proceso de extracción, siendo las pérdidas de aceite, uno de los principales focos. Entre 1995 y 1996, Cenipalma realizó un diagnóstico tecnológico de plantas de beneficio en Colombia, encontrando alta diversidad en los procedimientos realizados para la estimación de pérdidas [3], surgiendo el manual de laboratorio para plantas de beneficio de palma [4] y el procedimiento para balance de pérdidas basado en contenido de aceite, flujos másicos y volumétricos del proceso de extracción [5]. Para el año 2001, se generó una nueva versión de este manual [6], presentando mejoras en la toma, tamaños y tratamiento de muestras para la determinación de pérdidas, sin evidenciar cambios significativos en la técnica de análisis Soxhlet; que es una técnica que mide el contenido graso en muestras sólidas y líquidas, mediante el uso de solventes orgánicos, siendo esta técnica uno de los principales indicadores de eficiencia del proceso de extracción que puede variar entre 1.5% - 4% de aceite sobre fruta procesada [7]. Las principales limitaciones de dicha metodología son: el tiempo total requerido para la generación de resultados (hasta 6 horas), alta incertidumbre sobre la representatividad de las muestras, asociada a la acumulación de material, manipulación excesiva en el acondicionamiento de algunas muestras; y el alto

riesgo por el grado de toxicidad e inflamabilidad del reactivo usado en el proceso como lo es el hexano, ver fichas de seguridad en el Anexo A.

Dichas limitaciones sugieren la exploración sobre metodologías alternas que permitan determinar el contenido graso en muestras provenientes del proceso de extracción y que generen resultados en un menor tiempo, permitiendo un control de proceso eficaz, que faciliten el análisis de muestras puntuales, reduciendo los factores de variación asociados a la toma, manejo de muestras y la eliminación de los riesgos sobre la seguridad y salud ocasionados por el uso de disolventes orgánicos. De acuerdo con la revisión bibliográfica se encontró metodologías alternas para la determinación de contenido graso, se evidencia que se puede cuantificar la cantidad de aceite de palma como impureza en otros aceites vegetales con Espectroscopia de infrarrojo medio (MIR) por transformada de Fourier (FTIR) [8,9] arrojando modelos de calibración multivariante desarrollados por los métodos: cuadrado parcial (PLS) y la regresión del componente principal (PCR). Por otro lado, se ha determinado una correlación entre el contenido de agua y aceite en mesocarpio de fruto de palma [10], como referencia para su aplicación en diversas muestras sólidas con contenido graso, como las generadas en el proceso de extracción. Además, se evidencio que se ha trabajado con infrarrojo en el rango cercano (NIR) para el proceso de monitorización ultra detallada [11] arrojando buenos resultados en comparación a las técnicas convencionales (Soxhlet) en la medición de diferentes variables relacionadas con el aceite de palma. También se determinó el contenido de aceite en los frutos de palma por la espectroscopia NIR [12]. En este trabajo se pretende implementar el uso de MIR como técnica alterna, la cual se basa en la absorción de la luz en un rango de longitudes de onda de  $(4000-400\text{ cm}^{-1})$  [13], que corresponde a modos fundamentales de vibraciones moleculares. Las principales ventajas de la espectroscopia infrarroja son: es una técnica no destructiva con el analito o muestra, es más rápida que los métodos convencionales y no requiere una preparación previa a la muestra para analizar en el espectrofotómetro.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1 OBJETIVO GENERAL**

Determinar el contenido de aceite en muestras sólidas mediante espectroscopia de infrarrojo medio, como alternativa para la medición de pérdidas en el proceso de extracción de aceite de palma.

### **1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Identificar las corrientes de pérdida del proceso de extracción de aceite de palma más relevantes, para determinar la cantidad de aceite de palma presente.
- Estudiar diferentes alternativas para la determinación de las pérdidas de aceite de palma en el proceso de extracción.
- Estimar el contenido de aceite para muestras sólidas, seleccionadas del proceso de extracción en la industria comparando los resultados obtenidos con los de la técnica convencional.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1 PALMA DE ACEITE Y EL FRUTO

La palma de aceite (*Elais guineensis*) es una planta perenne oleaginosa originaria del golfo de Guinea, en África Occidental, en la actualidad el cultivo de palma se ha extendido por todas las regiones tropicales del mundo [14]. El tallo puede alcanzar más de 30 metros de altura y produce racimos de frutos que pueden pesar entre 10 y 40 kilogramos.

El fruto de la palma tiene forma ovoide, miden entre 3 y 6 centímetros de largo, y pesan de 5 a 12 gramos. Su piel (exocarpio) es lisa y brillante, y tienen una pulpa o tejido fibroso compuesto por celdas que contienen el aceite de palma (mesocarpio), una nuez compuesta de un cuesco lignificado de grosor variable (endocarpio) y una almendra donde se encuentra el aceite de palmiste (endospermo) [15]. Los racimos llevan sólidamente adheridos a sus espigas los frutos, en promedio el rango varía de 1,200-1,500 frutos por racimo, pueden llegar a pesar de 2 hasta 90 Kg en plantaciones adultas, este incremento de peso es gradual a medida que la planta va en desarrollo [16]. La composición promedio de un racimo de fruta fresca (RFF) es de 25% aceite, 5.5% almendra, 6% cáscara, 9% fibra, 25% racimo vacío (RV) y el resto es humedad [17].

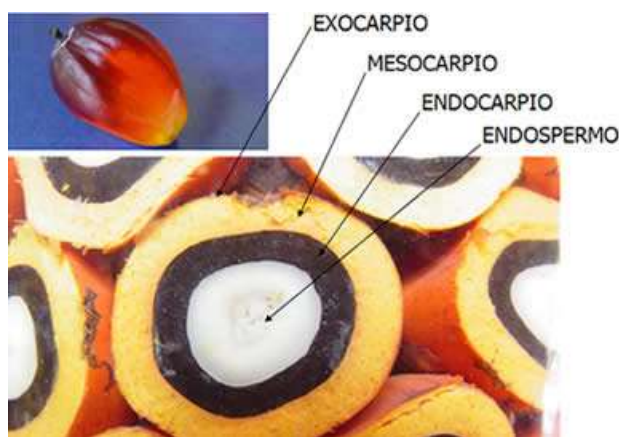


Figura 1. Estructura del fruto de aceite de palma [18].

## 2.2 ACEITE DE PALMA

El aceite de palma se extrae por el prensado de la pulpa o el mesocarpio de la fruta de la palma africana (*Elais guineensis*), se caracteriza por tener un punto de fusión alto, siendo un híbrido de grasa y aceite vegetal. El aceite de palma es empleado en la elaboración de mezclas de aceites y margarinas, grasas de repostería y confitería. Está constituido por una mezcla de ésteres de glicerol (triglicéridos) y es fuente natural de carotenos y vitamina E [19]. Su composición es de ácidos grasos saturados e insaturados los cuales constituyen los triglicéridos antes mencionados. En la Tabla 1, se muestra el porcentaje de ácidos que tiene el aceite crudo de palma africana, el ácido que se encuentra en mayor proporción es el palmítico.

Tabla 1. Composición en porcentajes de los ácidos grasos que conforman el aceite crudo de palma africana [19].

Tipo	Nombre	Nivel (%)
C 12:0	Ácido láurico	< 0,5
C 14:0	Ácido mirístico	0,5 - 2,0
C 16:0	Ácido palmítico	39,3 - 47,5
C 16:1	Ácido palmitoléico	< 0,6
C 18:0	Ácido esteárico	3,5 - 6,0
C 18:1	Ácido oleico	36,0 - 44,0
C 18:2	Ácido linoleico	9,0- 12,0
C 18:3	Ácido linolénico	< 0,5
C 20:0	Ácido araquídico	< 1,0

La composición de los triglicéridos del aceite es: 1-palmitoil-2,3-dioleoil-sn-glicerol y 1,3-dipalmitoil-2-oleoil-sn-glicerol. Dichos triglicéridos se caracterizan porque el ácido oleico se encuentra en mayor proporción en la posición sn-2 del TG, lo que proporciona una mejor biodisponibilidad de ácidos grasos monoinsaturados [19]. En la tabla 2 se muestra los triglicéridos y sus concentraciones en ppm del aceite crudo de palma.



Figura 2. Estructura del triglicérido POO (1-palmitoil-2,3-dioleoil-sn-glicerol) [19].

Tabla 2. Concentraciones de los Triglicéridos en ppm presentes en el aceite de palma crudo [19].

<b>Saturados</b>	<b>Mínimo</b>	<b>Max</b>	<b>Promedio</b>
<b>MPP (ppm)</b>	-	0.71	0.35
<b>PPP (ppm)</b>	0.64	3.89	1.33
<b>PPS (ppm)</b>	0.11	0.80	0.31
<b>Enlace doble 1</b>			
<b>POP (ppm)</b>	22.10	24.20	23.13
<b>POS (ppm)</b>	3.5	4.92	4.14
<b>SOS (ppm)</b>	-	0.41	0.19
<b>Enlaces dobles 2</b>			
<b>MLP (ppm)</b>	0.77	2.11	1.22
<b>PLP (ppm)</b>	14.41	16.72	15.78
<b>POO (ppm)</b>	17.43	19.77	18.80
<b>SOO (ppm)</b>	1.73	2.37	2.10
<b>Enlaces dobles 3</b>			
<b>PLO (ppm)</b>	16.07	17.75	17.16
<b>OOO (ppm)</b>	2.64	3.79	3.02
<b>Enlaces dobles 4</b>			
<b>PLL (ppm)</b>	7.24	8.71	7.86
<b>OLL (ppm)</b>	1.06	1.76	1.41
<b>OOL (ppm)</b>	2.88	3.57	3.22

M: Mirístico (C14:0); P: palmítico (C16:0); S: Esteárico (C18:0); O: Oleico (C18:1); L: Linoleico (C18:2)

## 2.3 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA

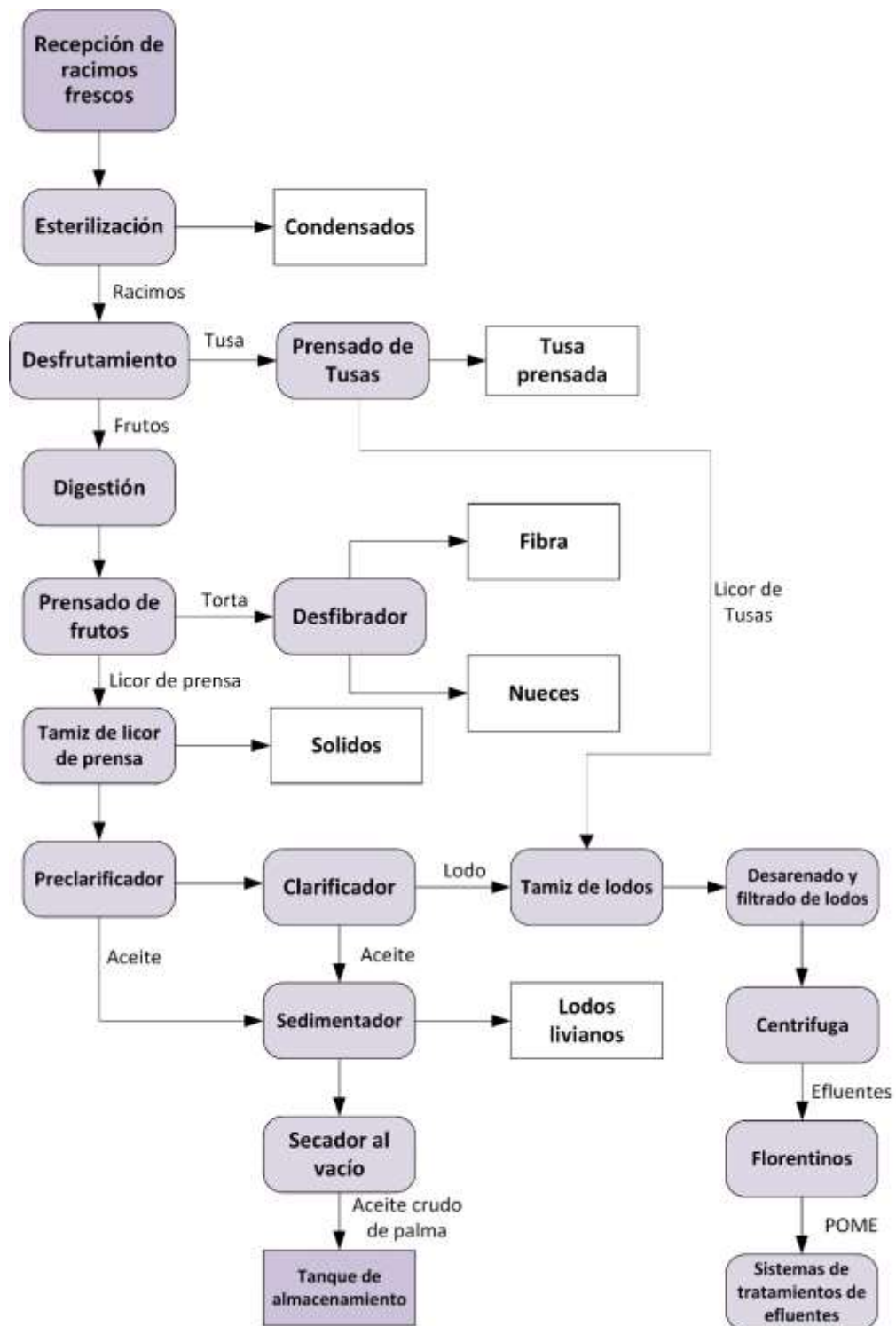


Figura 3. Diagrama de bloques del proceso de extracción de aceite de palma.

A continuación, se explicará brevemente el proceso de extracción de aceite, el proceso se encuentra bien detallado en el Anexo B.

Cuando han sido recolectados los RFF, son transportados a la planta procesadora donde son depositados en las tolvas de almacenamiento para posteriormente ingresar a la zona de esterilización, luego de ser esterilizados los racimos ingresan a la zona de desfrutamiento para separar el fruto de la tusa o el raquis, las tusas separadas son acondicionadas en un proceso de prensado para ser usadas como abono en los cultivos de palma, el licor de tusa que sale del prensado es llevado a un tamiz de lodos y los frutos separados en el desfrutador son enviados a la zona de digestión. En esta zona, se macera la pulpa preparándola para el proceso de extracción de extracción, la pulpa macerada ingresa a la zona de prensado de frutos, en esta etapa se busca extraer la fracción líquida de la masa de frutos que salen del digestor. La torta que sale del prensado está compuesta por fibras y nueces, esta es transportada a la zona de desfibración para separar las fibras de las nueces, la fracción líquida obtenida en la zona de prensado se conoce como licor de prensa, este pasa por un tamiz para ingresar a la zona de clarificación en donde se separa y purifica el aceite de los lodos y agua, estos últimos ingresan a un tratamiento de lodos en la zona de florentinos o trampas de grasas en donde se recuperan las últimas trazas de aceite que pudieran contener los lodos o el agua que se usan en todo el proceso, al final del proceso la corriente que sale de los florentinos es llevada a un sistema de tratamiento de efluentes de la planta.

## **2.4 PÉRDIDAS EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA**

Durante todo el proceso de extracción de aceite de palma se generan pérdidas de éste en las diferentes zonas de la planta, por lo que es importante llevar un control preciso y oportuno de este indicador de eficiencia. A continuación, se presentan las pérdidas más comunes en la industria de palma:

- En la tusa o raquis se encuentra cierto contenido de aceite que se absorbe tanto en sus espigas y pedúnculos durante el proceso de esterilización y desfrutación, para analizar el contenido graso de las mismas se deben tomar muestras una vez salen del tambor rotatorio en la zona de desfrutamiento.
- Algunos frutos se quedan adheridos a la tusa después de pasar por el proceso de desfrutamiento, las muestras se toman en la salida de la zona de desfrutamiento para luego separar los frutos de la tusa y posteriormente determinar el contenido graso.
- La torta sólida que sale del proceso de prensado contiene: fibra que puede contener la pulpa del mesocarpio, aceite de palma, polvillos (residuos de celdas que contenían aceite) y nueces rotas debido a la presión que se ejerce, todos estos impregnados de aceite. Para analizar la torta y determinar el contenido de aceite se toman las muestras una vez estas salen del proceso de desfibración.
- Los POME (Palm Oil Mill Effluent) se encuentran compuestos por: los condensados que se generan en la zona de esterilización, los lodos provenientes de las centrífugas en la zona de clarificación y los efluentes totales del proceso. Todas estas muestras líquidas contienen cierta cantidad de aceite de palma, generalmente se mezclan para entrar a los florentinos y después al tratamiento de efluentes.

En el manual de procedimientos de laboratorio en plantas de beneficio desarrollado por la Corporación Centro de Investigación en Palma de aceite (Cenipalma) [6] explican detalladamente como deben ser tomadas y preparadas las muestras, para ser posteriormente analizadas y así determinar el contenido de aceite y otras variables referentes a las pérdidas en el proceso de extracción.

## 2.5 FUNCIONAMIENTO ESPECTROFOTÓMETRO

El principio básico del funcionamiento del espectrofotómetro se basa en la química a nivel molecular, la molécula absorbe energía de la radiación localizada en determinada longitud de onda causando cambios en la intensidad de los modos vibracionales característicos de los diferentes enlaces, para absorber radiación infrarroja una molécula debe experimentar un cambio neto en el movimiento dipolar como consecuencia de su movimiento vibracional o de rotación [20]. Un espectro se obtiene al poner en contacto un haz de luz infrarroja con la muestra realizando un barrido desde las longitudes de onda de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , generando una representación gráfica que relaciona las características de absorción con la longitud de onda o frecuencia de la radiación electromagnética utilizada en el análisis [21].

El espectrofotómetro se compone de cinco elementos básicos: 1) Una fuente estable de energía radiante; 2) Un selector de longitud de onda; 3) Compartimiento para la muestra; 4) Un detector de radiaciones o transductor; y 5) un dispositivo de lectura que muestre la señal convertida del detector [24]. Los instrumentos de transformadas de Fourier cuentan con un interferómetro de Michelson que esté compuesto por un espejo fijo, otro espejo móvil y un divisor de haz.

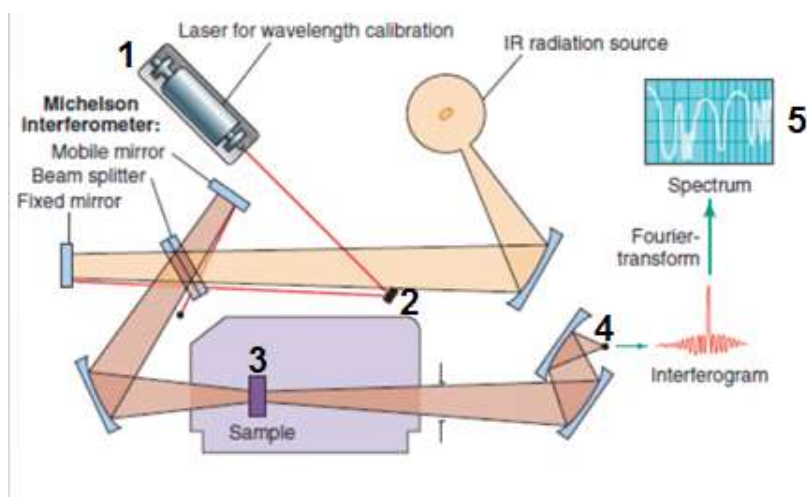


Figura 4. Estructura de un espectrofotómetro de transformada de Fourier [22].

### 3. METODOLOGÍA

#### 3.1 IDENTIFICACIÓN DE PÉRDIDAS MÁS IMPORTANTES EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE

Para poder identificar los efluentes o residuos sólidos que se obtienen en el proceso de extracción de aceite de palma y que son más relevantes a la hora de determinar las pérdidas de aceite que se presentan en una planta de beneficio se realizó una revisión del proceso de extracción de aceite a nivel industrial [17] y se determinó que dentro de las pérdidas más relevantes en el proceso se encuentran:

- Las Tusas a la salida de la zona de desfrutación; estas pérdidas se dan debido en gran parte al contacto prolongado entre los racimos llenos de frutos y las tusas o racimos vacíos en el tambor rotatorio el cual es un factor importante en la etapa de extracción, el contenido de aceite en la tusa puede aumentar debido a una sobrecarga en la alimentación del tambor que disminuye su eficiencia de separación, también puede ser porque los frutos se encuentran verdes o por un mal funcionamiento del tambor.

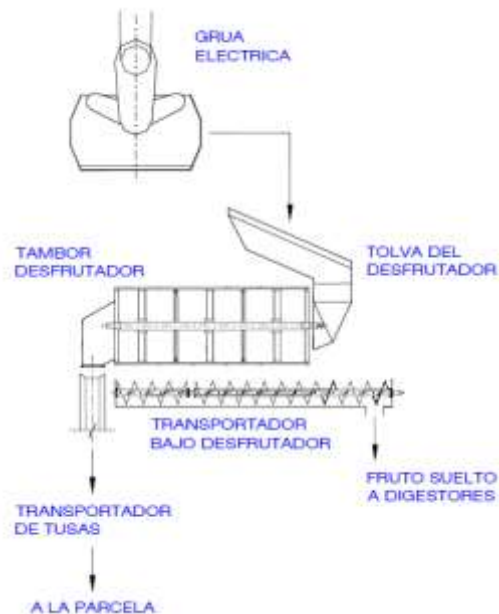


Figura 5. Esquema de la zona de desfrutación [17].

- La fibra que se obtiene del proceso de prensado es importante para medir la eficiencia de la prensa, cuando la torta contiene pocas nueces o en su defecto nueces pequeñas la presión ejercida no es efectiva para extraer el aceite debido a la alta resistencia entre las fibras.



Figura 6. Prensa de tornillos sinfín, utilizada en la zona de prensado [17].

- POME es la mezcla de los efluentes líquidos del proceso que contienen aceite de palma, es importante analizar este contenido debido que con una sola prueba de caracterización se puede controlar el nivel de pérdidas en efluentes líquidos del aceite.

### **3.2 ALTERNATIVAS PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS PÉRDIDAS DE ACEITE DE PALMA EN EL PROCESO DE EXTRACCIÓN**

Para la determinación de las pérdidas de aceite en las plantas de beneficio se compararon distintas técnicas que se podrían usar para la caracterización de aceite, donde se analizó: el principio, ventajas, desventajas de cada una por medio de una revisión bibliográfica.

Cuadro 1. Comparación de las diferentes alternativas para determinar la concentración de aceite.

Técnicas de caracterización	Ventajas	Desventajas	Complejidad
<p><b>Índice de refracción:</b> El refractómetro es un instrumento óptico preciso que mide el índice de refracción, que es una determinación física que está relacionada con el peso molecular de la sustancia, el grado de insaturación, el grado de conjugación de los componentes y la longitud de sus cadenas. [19].</p>	<p>La técnica trabaja con sustancias líquidas, sólidas traslucidas o transparentes.</p> <p>Sirve para identificar la calidad del producto final de aceite de palma. Pequeñas variaciones se emplean para verificar la identidad, calidad y pureza del aceite. Ya hay valores preestablecidos de índice de refracción para identificar muestras de aceite de palma, el cual es: a 50°C 1,4560-1,4540 [19].</p>	<p>El rango de medición es pequeño para los refractómetros a esto se suma que las lecturas dependen del operario por lo que siempre se tiene error de medición. En la industria de alimentos se usa principalmente como un índice de pureza del producto final, entonces para muestras que tengan más de una sustancia se hace dificultoso la identificación de las concentraciones por medio de esta técnica.</p>	<p>Esta técnica es de baja complejidad debido a que el proceso es fácil de realizar, se coloca una o dos gotas de la muestra sobre el prisma dentro del refractómetro y se mira la escala a través del lente.</p>
<p><b>Ceniza:</b> Es el producto resultante de la combustión de la mezcla de fibra y cusco en la caldera de las plantas de beneficio. Por cada tonelada de RFF procesado, se obtienen entre 4 y 6 kg de ceniza [23].</p>	<p>Las cenizas obtenidas son aplicadas directamente en el suelo de las plantaciones y sirven también para complementar los procesos de producción de compost. La tusa en base seca presenta un rango de cenizas entre 4,8-8,7% [23].</p>	<p>Para analizar las muestras se tienen que quemar y el tiempo de ignición es alto.</p> <p>Adquisición de una mufla para alcanzar altas temperaturas.</p>	<p>La complejidad es baja, debido a que se retira la ceniza del hogar de la caldera y luego se pesa para calcular el porcentaje producido por la planta de beneficio.</p>
<p><b>Humedad:</b> El porcentaje de humedad es la relación de la masa de agua sobre el peso total de la muestra. Consiste en secar la muestra en un horno convencional de resistencia eléctrica u horno microonda y pesar la muestra cada cierto tiempo hasta llegar a peso constante.</p>	<p>Se puede evaluar la correlación entre el contenido de agua y aceite en el mesocarpio del fruto, con el fin de estimar en un menor tiempo el porcentaje de aceite por medio de la cuantificación de la humedad [10].</p>	<p>La temperatura del horno fluctúa debido al tamaño de la partícula, peso de la muestra y posición de la muestra en el horno.</p> <p>También se da el riesgo de tener pérdidas si la sustancia de interés es volátil, además en algunas ocasiones el agua ligada es difícil de remover.</p>	<p>La complejidad del proceso es baja, la muestra se coloca en un horno a una temperatura de 105° C hasta que tenga un peso constante.</p>
<p><b>Espectroscopia infrarroja (FTIR):</b> El espectrofotómetro realiza un espectro en el rango de interés (4000 a 400 cm<sup>-1</sup>) relacionando la longitud de onda con la absorbancia o transmitancia, con la finalidad de identificar los</p>	<p>Se puede analizar sólidos, líquidos, gases, semisólidos, polvos y polímeros.</p> <p>Se requiere una mínima preparación de las muestras; es una técnica no destructiva, además se</p>	<p>Se requiere la adquisición del equipo.</p> <p>La sustancia debe tener enlaces que absorban en esta región del espectro.</p>	<p>La complejidad es baja, debido a que solo se debe poner la muestra en el lente del equipo, luego el haz incide en la muestra y se</p>

Cuadro 1. (Continuación)

Técnicas de caracterización	Ventajas	Desventajas	Complejidad
<p>grupos funcionales característicos del analito. La absorbancia tiene una relación con la concentración por medio de la ley de Beer Lambert, que dice que la absorción es directamente proporcional a la concentración de la muestra.</p>	<p>puede monitorear el proceso a tiempo real y es más rápida que los métodos convencionales</p>	<p>Para mezclas complejas el espectro obtenido será difícil de analizar y saber que bandas corresponden a que moléculas [24].</p>	<p>obtiene el espectro de la muestra.</p>
<p><b>Espectroscopia infrarrojo cercano (NIR):</b> Estudia la absorción de la luz de infrarrojo cercano (14000 a 4000 <math>\text{cm}^{-1}</math>), mide la combinación y las absorciones de sobretono de los enlaces C-H, O-H, N-H que están presentes en sistemas orgánicos [11].</p>	<p>Se requiere una muy mínima preparación de muestras y es una técnica no destructiva</p>	<p>El equipo necesario para realizar la técnica es costoso, se necesita un cristal y haz de infrarrojos específico dependiendo del tipo de muestra analizar.</p>	<p>La complejidad es baja, debido a que solo se debe poner la muestra en el lente del equipo, luego el haz incide en la muestra y se obtiene el espectro de la muestra.</p>

### 3.3 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE

Las muestras fueron suministradas por una planta extractora de la zona central con el fin de determinar la humedad, el peso del aceite extraído por medio del montaje soxhlet y cálculo del porcentaje de aceite en la muestra seca (%ac/SSNA) y húmeda (%ac/muestra húmeda) siguiendo los parámetros expuestos por el manual de Cenipalma [6].

#### 3.3.1 Muestra y pre-tratamiento

Se obtuvieron 5 muestras de 30 a 200 g por día en diferentes horas, por un período de tres días de fibra tomadas en la salida del ciclón en la zona de desfrutación para un total de 15 muestras de residuos sólidos impregnados de aceite de palma.

A cada muestra se le extrajo de forma manual las nueces perfectas y rotas para evitar al máximo la presencia de aceite de palmiste en posteriores análisis. Luego, se separó todo el polvillo de la fibra con la ayuda de un tamiz No.20 acero inoxidable de 8" malla de 0.85mm, pesándose cada una por separado con la finalidad de

calcular el porcentaje de polvillo. Se hizo este procedimiento a cada una de las 15 muestras. Ver imagen en el Anexo C.

### **3.3.2 Secado de muestras (medición de humedad)**

Las muestras sólidas fueron secadas a una temperatura de 105°C en un horno hasta alcanzar un peso constante (alrededor de 3 horas). Esto se hizo con el propósito de calcular el porcentaje de humedad de cada una de las muestras y también para retirar toda el agua eliminando la posibilidad de que el espectro tomado por FTIR tenga un pico pronunciado de absorbancia que genere ruido debido a la humedad. Se separó 10 gramos y 5 gramos de cada muestra seca para la extracción Soxhlet y la toma del espectro IR respectivamente. Ver imagen en el Anexo D.

### **3.3.3 Extracción SOXHLET**

El proceso de extracción se realizó como lo indica el manual de Cenipalma [6], se usó como solvente 150 ml de hexano. Se armó el cartucho con papel filtro y se llenó con los 10 gramos de fibra de prensa que se tomó de la salida del ciclón de la zona de desfrutación, que habían sido secados anteriormente en el horno, se colocó el cartucho lleno en la cámara de extracción, esta se puso en el montaje Soxhlet y se dio inicio al proceso de extracción del aceite que duró 4 horas, una vez transcurrido el tiempo se retiró el cartucho de la cámara y se ingresó en el horno a una temperatura de 105°C por una hora para evaporar el hexano impregnado.

Se puso nuevamente la cámara sin cartucho en el montaje para separar el hexano del aceite por evaporación, una vez fue retirada la mayor cantidad posible del solvente se apagó la plancha de calentamiento, se pesó el balón y se metió al horno a una temperatura de 105°C para eliminar los residuos de hexano hasta alcanzar un peso constante (alrededor de 30 minutos), luego de ser retirado el balón del horno se pesó, y se determinó la cantidad de aceite que se obtuvo en el proceso. Este procedimiento se realizó con cada una de las 15 muestras.



Figura 7. Partes del montaje de extracción soxhlet.

## 4. RESULTADOS Y ANALISIS

### 4.1 FIBRA DE LA ZONA DE PENSADO

Según la revisión bibliográfica realizada en este trabajo se determinó que en el proceso de extracción de aceite de palma se generan pérdidas en distintas zonas de la planta, lo que genera pérdidas económicas para la empresa, para reducir estas pérdidas económicas es importante llevar un control preciso y oportuno de este indicador de eficiencia. Por este motivo, se decidió trabajar con la fibra que se obtiene en la prensa de frutos, debido a que la torta que sale de la prensa contiene fibra y nueces las cuales intervienen a la hora del cálculo de las pérdidas, se toma la fibra después de haber pasado por la zona de desfibración donde se le retiran la mayor cantidad de nueces. Por lo mencionado anteriormente se determinó que el análisis de esta fibra es importante para analizar la eficiencia de la prensa y como la etapa de prensado es la última donde se obtiene el aceite, es relevante tener un control de la eficiencia de esta zona.

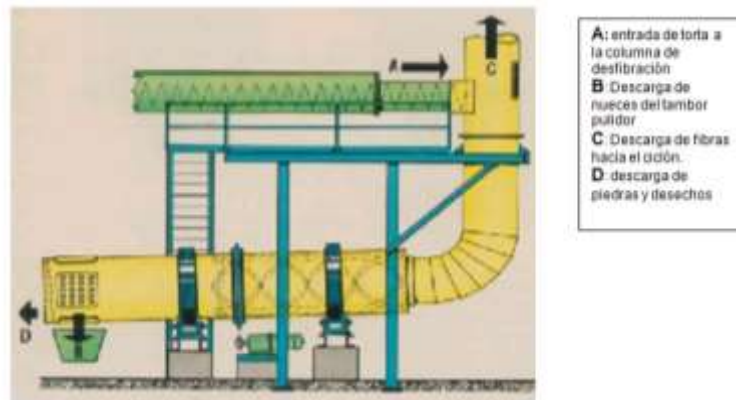


Figura 8. Esquema del proceso de desfibración en la zona de desfibración en una planta de beneficio [17].

#### 4.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR)

Teniendo en cuenta la información expuesta en el cuadro 1, se descartó el porcentaje de humedad porque este parámetro se ve afectado en las muestras donde se va a analizar el contenido de aceite debido a que el proceso de extracción utiliza agua, también puede ser afectado por las condiciones ambientales. El índice de refracción es utilizado como un proceso de medición de calidad del producto presentando el valor mínimo que debe tener el aceite de palma en Colombia (NTC 289) para considerarse puro, los residuos sólidos y efluentes del proceso de extracción (mezcla de aceite con agua, lodos livianos y pesados) se hacen dificultoso la identificación por medio de esta propiedad, además, no hay referencias de estudios que trabajen con las pérdidas de la planta beneficio y el índice de refracción. El porcentaje de cenizas no tiene una relación definida con el contenido de aceite debido principalmente a que el tamaño y cantidad de aceite varía con el tipo, la maduración y tamaño del fruto de la palma de aceite.

Se puede destacar la espectroscopia de infrarrojo sobre las demás, principalmente porque el tiempo de análisis de un analito es de 5 minutos y no es necesario solventes para el tratamiento de éstos. Además, en la bibliografía consultada se observan estudios sobre la relación de los aceites vegetales y en especial del aceite de palma en términos de porcentajes máxicos con espectros de infrarrojo en rango

medio y cercano, exactamente con la absorbancia, altura de pico y área de pico de las principales bandas de absorción característicos de los aceites o con una región del espectro en específico. La espectroscopia FTIR es una técnica universal, es de las herramientas más usadas en los laboratorios para el análisis de aceite o grasas. Los espectros en función de la absorción o transmitancia dan mucha información de la muestra, las posiciones de los picos, intensidades y áreas para aplicaciones tanto cualitativas como cuantitativas.

#### **4.3 PROCEDIMIENTOS Y CÁLCULOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE**

En el Anexo E se muestran todos los datos hallados y calculados siguiendo el procedimiento del manual de Cenipalma [6] del porcentaje de humedad, peso de aceite extraído, %ac/muestra húmeda y %ac/SSNA de las 15 muestras de fibra de la zona de prensado de frutos tomados a la salida del ciclón en la zona de desfibración.

##### **4.3.1 Caracterización de las muestras por MIR**

Se utilizó el espectrofotómetro de transformada de Fourier IRTracer-100 con el software oficial LabSolutions IR, el equipo presenta una relación de señal-ruido de 60,000: 1, se usó una resolución de  $4\text{cm}^{-1}$  y cada espectro se hizo con 25 escáner. El espectrofotómetro mide absorbancia o transmitancia en la región de MIR ( $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ) debido a que tiene una fuente de luz de lámparas de tungsteno. Para todos los análisis se empleó un ATR universal PIKE MIRacle que consiste en un cristal de diamante / ZnSe de reflexión simple, el ATR está equipado con una abrazadera de alta presión para proporcionar un contacto cercano entre el cristal ATR y la muestra.

El análisis se realizó tomando 5 gramos de la muestra homogeneizada y seca, se usó una cantidad mínima para realizar el barrido por ATR en el espectrofotómetro, en un soporte en donde se encuentra la trayectoria del haz del instrumento para realizar el respectivo espectro. El proceso se repitió para cada una de las 15

muestras de residuos sólidos obtenidos de la zona de prensado tomado a la salida del ciclón. Ver imagen en el Anexo F.

#### **4.3.2 Calibración y validación**

En los métodos cualitativos y cuantitativos en espectroscopia se requiere una previa calibración y validación, para eso es necesario emplear muestras en donde se identifique por medio de una técnica convencional las variables a caracterizar de manera precisa para luego relacionar estos resultados con los correspondientes espectros MIR. La técnica que actualmente se utiliza en la industria es el sistema de extracción Soxhlet, por eso se toma como técnica convencional para la calibración.

Se tomó un espectro IR a las 15 muestras antes (Anexo G) y después de la extracción para un total de 30 análisis, también se tomó un espectro IR del aceite de palma que se obtuvo del soxhlet con la finalidad de estudiar los cambios de absorción de la muestra en los picos característicos. Se puede observar en la Figura 9b y 9c un pico en la región de  $3300\text{cm}^{-1}$  debido a la humedad del ambiente en los espectros de la fibra antes y después de la extracción. En el aceite (Figura 9a) se observó las bandas características a  $2922$ ,  $2853$  y  $1745\text{cm}^{-1}$  [25, 26 y 27], los dos primeros picos son debido al estiramiento asimétrico y simétrico respectivamente del C-H de los  $\text{CH}_2$  y  $\text{CH}_3$  que hacen parte de la estructura hidrocarbonada de los ácidos y el tercer pico es resultado del estiramiento del C=O del éster (glicérido), los picos de mediana longitud entre  $1400\text{ cm}^{-1}$  y  $1000\text{ cm}^{-1}$  representan los enlaces C-O [28]. En la región de huella dactilar está ubicado un pico a  $721\text{ cm}^{-1}$  [28], que es debido a la composición de las cadenas de aceite.

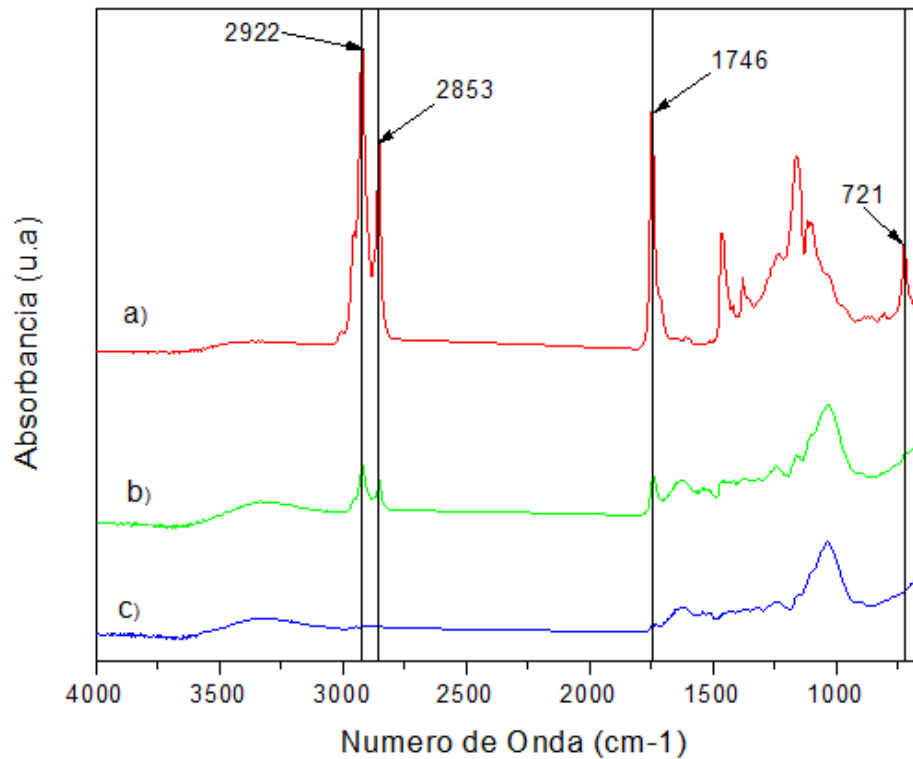


Figura 9. Comparación de los picos característicos en los espectros FTIR en el rango de 4000-700 $\text{cm}^{-1}$  de a) Aceite de palma obtenido de la extracción soxhlet, b) fibra de la muestra tomada a la salida del ciclón en la zona de desfibración antes de la extracción soxhlet y c) fibra de la muestra tomada a la salida del ciclón en la zona de desfibración después de la extracción soxhlet.

En la Figura 9 se puede observar que los picos 2922, 2853 y 1745 $\text{cm}^{-1}$  característicos del aceite de palma, se encuentra en menor proporción en el espectro de la fibra antes de la extracción debido a que está impregnada con aceite, pero en el espectro de la fibra después de la extracción no se encuentran ninguna de estas bandas, esto comprueba que estos picos son solamente característicos de aceite y se pueden utilizar para determinar la cantidad de este.

La curva de calibración se realizó tomando 10 de las muestras para los espectros IR de la fibra de prensa de frutos antes de la extracción y la validación de la ecuación se realizó con las 5 muestras restantes.

Tabla 3. Datos del %ac/SSNA de las muestras de fibras utilizados para realizar la curva de calibración.

Muestra	%ac/SSNA
DÍA 1-M1	9.94
DÍA 1-M2	12.08
DÍA 1-M3	14.85
DÍA 2-M1	13.11
DÍA 2-M2	15.55
DÍA 2-M3	13.55
DÍA 4-M1	13.34
DÍA 4-M2	8.46
DÍA 4-M3	9.95
DÍA 4-M4	10.47

Tabla 4. Datos del %ac/SSNA de las muestras de fibras utilizados para validar la curva de calibración.

Muestra	%ac/SSNA
DÍA 1-M4	11.52
DÍA 1-M5	11.84
DÍA 2-M4	13.18
DÍA 2-M5	9.41
DÍA 4-M5	8.03

Al superponer los 5 espectros de las muestras de cada día (Anexo G), se evidenció una diferencia de altura y área de pico; además, se observó que al aumentar la concentración de aceite aumentaba la absorbancia en los picos característicos del aceite. Con base a las principales bandas de absorción se calculó el área por medio del software OriginPro8 de los dos picos del enlace C-H en un rango de 2816  $\text{cm}^{-1}$  hasta 2970  $\text{cm}^{-1}$  la cual en los cálculos la llamaremos área A y del pico del enlace C=O entre un rango de 1707  $\text{cm}^{-1}$  hasta 1761  $\text{cm}^{-1}$  la cual llamaremos área B, para determinar la relación de esta variable con el contenido de aceite expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos (%ac/SSNA). En la figura 10 y 11 se graficó %ac/SSNA vs área y se observó que presentaban un comportamiento lineal creciente, determinándose una ecuación de primer orden para las dos figuras con un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de 0.91 y 0.53 respectivamente.

La regresión lineal del conjunto de datos de %ac/SSNA y área A presentó una tendencia lineal con una menor dispersión en comparación con el conjunto de datos

de %ac/SSNA y área B. Con base en lo anterior, se propuso un estudio más específico con un análisis de residuales, para identificar cuál de las dos regresiones presenta mayor exactitud de los valores calculados.

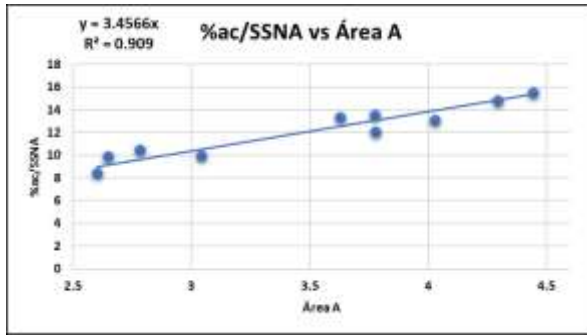


Figura 10. Variación del área A con respecto al %ac/SSNA.

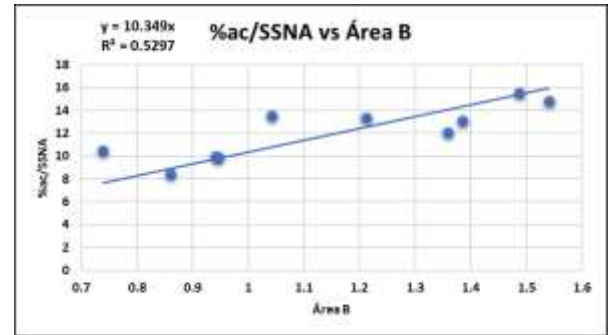


Figura 11. Variación del área B con respecto al %ac/SSNA.

El análisis de residuales consiste en calcular los valores de los residuos por medio de la diferencia o resta entre los valores experimentales y los valores calculados por la ecuación de primer orden. Se observa en la figura 24 la curva ajustada del %ac/SSNA vs Área A en el Anexo H que los valores experimentales no presentan mucha desviación, esto concuerda con que el  $R^2$  es cercano a 1, además, se evidencia que los valores de los residuales en la figura 12 presentan pequeñas fluctuaciones sin tener una tendencia lineal con un rango de error de  $\pm 1\%$ ac/SSNA, también como podemos ver en la tabla 5 presento un máximo de diferencia de 0.85 %ac/SSNA entre el valor experimental y calculado. En la figura 25 de la curva ajustada del %ac/SSNA vs Área B en el Anexo H se observa una mayor separación entre los valores experimentales y la línea tendencia. Por otro lado, en el análisis de los residuales en la Figura 13 presentan una mayor dispersión presentando un rango de error de  $\pm 3\%$ ac/SSNA y que su mayor valor residual es de 2.82%ac/SSNA (tabla 6), este valor es más grande en comparación del máximo residual de la primera regresión.

Como la ecuación que relaciona el %ac/SSNA vs Área A tiene mayor tendencia a la linealidad (mayor  $R^2$  que se transforma en menor dispersión de datos) y, además,

presenta un rango de error más pequeño se decidió realizar la validación con la regresión  $\%ac/SSNA = 3.4566 * \text{Área}$ .

Tabla 5. Variación de los valores de  $\%ac/SSNA$  calculados con respecto a los residuos A.

Muestra	Pronóstico para $\%ac/SSNA$	Residuos
DÍA 1-M1	9.153	0.787
DÍA 1-M2	13.059	-0.979
DÍA 1-M3	14.846	0.004
DÍA 2-M1	13.923	-0.813
DÍA 2-M2	15.361	0.189
DÍA 2-M3	13.045	0.505
DÍA 3-M1	12.547	0.793
DÍA 3-M2	9.001	-0.541
DÍA 3-M3	10.511	-0.561
DÍA 3-M4	9.620	0.850

Tabla 6. Variación de los valores de  $\%ac/SSNA$  calculados con respecto a los residuos B.

Muestra	Pronóstico para $\%ac/SSNA$	Residuos
11.1	9.801	0.1393
11.2	14.065	-1.9846
11.3	15.948	-1.0982
12.1	14.344	-1.2340
12.2	15.400	0.1504
12.3	10.784	2.7661
14.1	12.543	0.7967
14.2	8.900	-0.4403
14.3	9.749	0.2010
14.4	7.648	2.8219

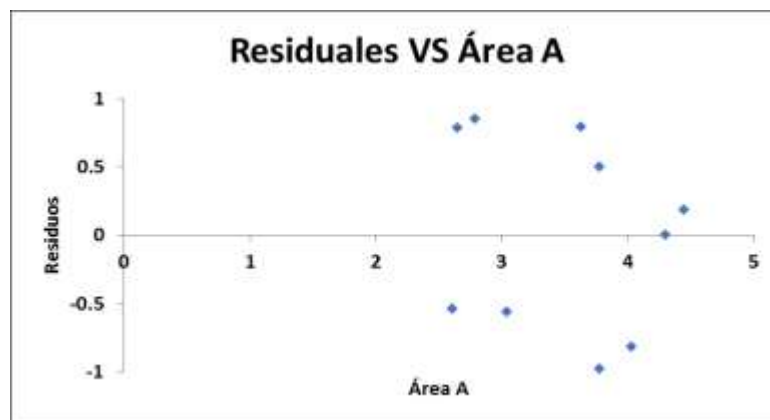


Figura 12. Variación de los residuales  $\%ac/SSNA$  con respecto al Área B.

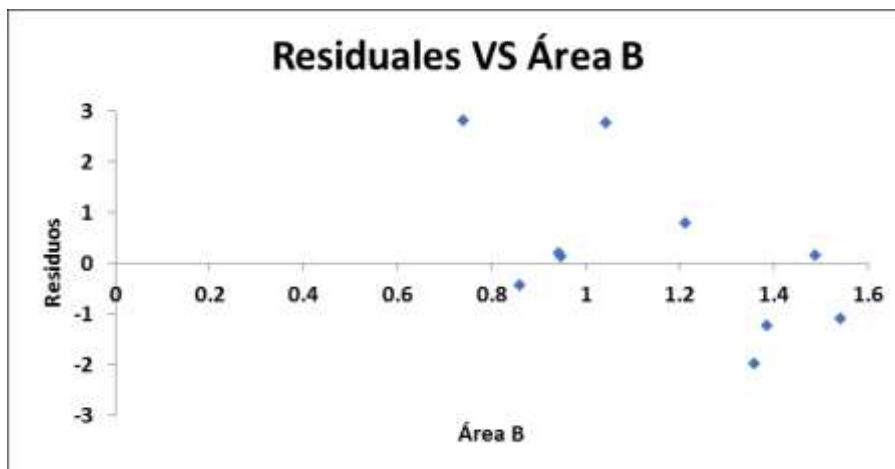


Figura 13. Variación de los residuales %ac/SSNA con respecto al Área B.

La validación se realizó reemplazando los valores de las 5 áreas calculadas por el software OriginPro8 en la correlación matemática para determinar el %ac/SSNA teórico y compararlo con el valor experimental. Se observó que los porcentajes de error son menores al 10%, demostrando que la curva de calibración arroja valores aceptables y con la ventaja de que se necesita un tiempo menor para el análisis de las muestras en infrarrojo.

Tabla 7. Validación de la ecuación %ac/SSNA VS Área A.

<b>Validación</b>			
<b>%ac/SSNA = 3.4566*Área</b>			
<b>Área</b>	<b>%ac/SSNA Calculado</b>	<b>%ac/SSNA Experimental</b>	<b>%Error</b>
3.469	11.99	11.52	4.09%
3.310	11.44	11.84	3.37%
4.017	13.89	13.18	5.35%
2.597	8.98	9.41	4.60%
2.548	8.81	8.03	9.68%

## 5. CONCLUSIONES

- Analizando el proceso de extracción de aceite se pudo observar las pérdidas que se presentan en los residuos sólidos y efluentes en las diversas zonas del proceso de extracción, de esta manera se estableció que la torta que sale de la prensa tomada en la salida del ciclón en la zona de desfrutación es un punto óptimo para la determinación del contenido de aceite porque las muestras tomadas no presentan gran cantidad de nueces siendo posible separarlas de forma manual, para que estas no interfieran en la cuantificación del aceite.
- Se observó que la espectroscopia infrarroja es una alternativa adecuada en técnicas de caracterización. Teniendo en cuenta la bibliografía consultada, con el análisis de las muestras por MIR en el espectrofotómetro Fourier IRTracer-100 se obtuvieron resultados en un menor tiempo en comparación con la técnica convencional (soxhlet), además con la ventaja de eliminar la opción de utilizar solventes volátiles e inflamables.
- Se determinó que la relación entre los picos característicos de los espectros de infrarrojo con el contenido de aceite expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos (%ac/SSNA), este presenta un comportamiento lineal siendo posible hacer una correlación matemática de primer orden con un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de 0.91 la cual se puede utilizar para estimar el contenido de aceite obteniendo valores calculados muy cercanos a los datos reales con un error máximo de 10%. Lo que respalda que esta técnica es viable para sustituir la técnica convencional y lograr obtener resultados confiables.

## 6. RECOMENDACIONES

Con la finalidad de disminuir el rango de error y obtener una cuantificación de aceite de palma mucho más precisa en la tusa de la zona de prensa por medio de infrarrojo medio se recomienda realizar la regresión con un mayor número de muestras.

Se recomienda trabajar con un espectrofotómetro de infrarrojo cercano (NIR) para la toma de espectros ya que la bibliografía consultada [24] concluye que la espectroscopia NIR cuenta con un alto potencial para reemplazar las técnicas convencionales usadas en la planta de beneficio.

Para ampliar el uso del MIR en la industria de aceite de palma se recomienda trabajar con efluentes del proceso de extracción para observar qué relación tiene con los espectros infrarrojos y calcular el porcentaje de error, la bibliografía no reporta estudios relacionados.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] MESA, Jean. Fedepalma: 55 años consolidando la agroindustria [en línea]. En: Revista Portafolio. febrero, 2018. Disponible en Internet: <http://www.portafolio.co/opinion/jens-mesa/fedepalma-55-anos-consolidando-la-agroindustria-analisis-514000>.
- [2] Panorama desalentador para la palma africana. [en línea], 27 de mayo de 2015. Disponible en Internet: <https://www.dinero.com/edicion-impresa/negocios/articulo/en-que-esta-palma-africana-2015/208957>.
- [3] YÁÑEZ, Edgar., GARCIA, Jesús. Reducción de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio en Colombia. En: Revista Palmas. 2004. Vol 25 no. Especial, p. 448-456.
- [4] CENIPALMA. Manual de laboratorio plantas de beneficio primario de fruto de palma de aceite. Bogotá DC. Cenipalma, 1999.
- [5] YÁÑEZ, Edgar., GARCIA, Jesús., RODRÍGUEZ, Nilson. Balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de las zonas palmeras colombianas norte y central. Palmas. En: Revista Palmas. 2000. Vol 21 no. Especial, p. 375-380.
- [6] CALA, Silvia., YÁÑEZ, Edgar., GARCIA, Jesús. Manual de procedimientos de laboratorio en plantas de beneficio. Bogotá DC.: Cenipalma, 2011. 172 p. ISBN 978-958-8360-27-0.
- [7] ACERO, Jaime. Mitos y realidades de pérdidas de aceite de palma en Colombia. En: Revista Palmas. enero, 2004. Vol 25, no. Especial, p. 443-447.
- [8] ROHMAN, A., MAN, Y. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy for analysis of extra virgin olive oil adulterated with palm oil. En: Food Research International. abril, 2010, Vol 43, p. 886-892.
- [9] ROHMAN, Abdul., RIYANTO, Sugeng., SASI, Anggun. The use of FTIR spectroscopy in combination with chemometrics for the authentication of red fruit (*Pandanus conoideus* Lam) oil from sunflower and palm oils. En: Food Bioscience. Septiembre, 2014. Vol 7, p- 64-70.

- [10] YÁÑEZ, Edgar., GARCIA, Jesús., CÁRDENAS, Sergio. Metodología alterna para el análisis de racimos de palma de aceite. En: Revista Palmas. 2000. Vol 21 no. Especial, p. 295-302.
- [11] RAMIREZ, Leonardo. ¿Cómo se hace posible el proceso de monitorización ultra detallada en la industria de la palma de aceite mediante espectroscopia infrarrojo cercano? En: Revista Palmas. 2016. Vol 37, no. Especial, p. 47-55.
- [12] KASEMSUMRAN, S., THANAPASE, W., PUNSUVON, V. A Feasibility Study on Non-Destructive Determination of Oil Content in Palm Fruits by Visible–Near Infrared Spectroscopy. En: Journal of Near Infrared Spectroscopy. 2012. Vol 20, p. 687 – 694.
- [13] NOTIJENCK. Comparación de técnicas de espectroscopía vibracional para la verificación de materiales. [en línea], El boletín de novedades de Jenck. Buenos aires. (septiembre de 2010). Disponible en Internet: <https://www.notijenck.com.ar/notas/comparacion-de-tecnicas-de-espectroscopia-vibracional-para-la-verificacion-de-materiales>.
- [14] AMIGOS DE LA TIERRA. Aceite de palma: usos, orígenes e impactos. [en línea], Madrid. (enero de 2008). Disponible en internet: [https://www.tierra.org/wp-content/uploads/2016/01/Aceite\\_de\\_Palma.pdf](https://www.tierra.org/wp-content/uploads/2016/01/Aceite_de_Palma.pdf).
- [15] FEDEPALMA, *Elaeis guineensis* La palma de aceite [Diapositivas]. 9 diapositivas. Disponible en Internet: <http://www.palmadeaceite.org/la-planta-de-la-palma-de-aceite>.
- [16] TECHNOSERVE. Manual técnico de palma africana. San pedro sula.: Technoserve, 2009. 99 p
- [17] WAMBECK, Noel. Sinopsis de proceso de la palma de aceite. Primera Edición. Colombia: Traducida al español por Guillermo Bernal, 2005. Vol 1.
- [18] BORRERO, Cesar. Cultivo de la palma de aceite (*Elaeis guineensis* Jacq). [en línea], Disponible en internet: [http://www.infoagro.com/herbaceos/oleaginosas/palma\\_aceite2.htm](http://www.infoagro.com/herbaceos/oleaginosas/palma_aceite2.htm).

- [19] RINCON, Sandra., MARTÍNEZ, Daniel. Análisis de las propiedades del aceite de palma en el desarrollo de su industria. En: Revista Palmas. 2009. Vol 30 no. 2, p. 11-24.
- [20] SKOOG, Douglas A., LEARY, James J. Análisis instrumental. Cuarta edición. Madrid: McGraw-Hill, 1994. 298 p.
- [21] SKOOG, Douglas A., WEST, Donald M. Química analítica. Cuarta edición. Madrid: McGraw-Hill, 1989. 452-459p.
- [22] Universidad de San Carlos de Guatemala, Unidad II: Espectrometría IR [Diapositivas]. 71 diapositivas. Disponible en internet: <http://quimicaorganica.me/wp-content/uploads/2016/02/IR-parte-12k16.pdf>
- [23] YÁÑEZ, E., RAMÍREZ, N., SILVA, A., GARZÓN, E. Caracterización y manejo de subproductos del beneficio del fruto de palma de aceite. Bogotá DC.: Cenipalma, 2011.46 p. ISBN 978-958-8360-38-8.
- [24] Universidad Nacional de Mar de plata. Espectroscopia infrarroja. Apuntes de Ingeniería Química. [en línea], Mar de la plata. (mayo de 2013). Disponible en Internet: <https://www.docsity.com/es/espectroscopia-infrarroja-apuntes-ingenieria-quimica/328863/>.
- [25] RADHI, Muhammed., JAFFAR, Emad., HOIWDY, Wisam. Effect of temperature on frying oils: infrared spectroscopic studies. En: Research on Chemical Intermediates. septiembre, 2013. Vol 39, no. 7, p. 3173-3179.
- [26] MACHUCA-MARTÍNEZ, Fiderman., MELLIZO, Jhon. ROJAS, Jaime. Optimización de condiciones de operación en la transesterificación de aceites de higuera y palma con etanol e hidróxido de Sodio. En: Revista de la Facultad de Ciencias Básicas. enero-junio, 2010. Vol 8, no. 1, p. 78-87.
- [27] ORTIZ, M., ALAMILLA, P., LAGUNES, L. Obtención de biodiesel a partir de aceite crudo de palma (*Elaeis guineensis* Jacq). Aplicación del método de ruta ascendente. En: Acta universitaria. septiembre-octubre, 2016. Vol 26, no. 5, p. 3-10.

- [28] MARTÍNEZ, Oscar., SÁNCHEZ, Francisco., SUÁREZ, Oscar. Producción de ésteres etílicos a partir de aceite de palma RBD En: Ingeniera e investigación. mayo-agosto, 2007. Vol 27, no. 2, p. 34-43.
- [29] PALMA DE ACEITE. Proceso de extracción de aceite de palma. [en línea]. Colombia. Disponible en Internet: <https://palmaceite.webcindario.com>.
- [30] MORENO, Yolanda., MANTILLA, Esteban. Informe de gestión Fedepalma 2015. [en línea], Fedepalma. Bogotá. (mayo de 2016). Disponible en Internet: <http://web.fedepalma.org/bigdata/InformedeGestiondeFedepalma2015.pdf>.

## BIBLIOGRAFIA

CALA, Silvia., YÁÑEZ, Edgar., GARCIA, Jesús. Manual de procedimientos de laboratorio en plantas de beneficio. Bogotá DC.: Cenipalma, 2011.172 p. ISBN 978-958-8360-27-0.

KASEMSUMRAN, S., THANAPASE, W., PUNSUVON, V. A Feasibility Study on Non-Destructive Determination of Oil Content in Palm Fruits by Visible–Near Infrared Spectroscopy. En: Journal of Near Infrared Spectroscopy. 2012. Vol 20, p. 687 – 694.

MACHUCA-MARTÍNEZ, Fiderman., MELLIZO, Jhon. ROJAS, Jaime. Optimización de condiciones de operación en la transesterificación de aceites de higuera y palma con etanol e hidróxido de Sodio. En: Revista de la Facultad de Ciencias Básicas. enero-junio, 2010. Vol 8, no. 1, p. 78-87.

MARTÍNEZ, Oscar., SÁNCHEZ, Francisco., SUÁREZ, Oscar. Producción de ésteres etílicos a partir de aceite de palma RBD En: Ingeniería e investigación. mayo-agosto, 2007. Vol 27, no. 2, p. 34-43.

ORTIZ, M., ALAMILLA, P., LAGUNES, L. Obtención de biodiesel a partir de aceite crudo de palma (*Elaeis guineensis* Jacq). Aplicación del método de ruta ascendente. En: Acta universitaria. septiembre-octubre, 2016. Vol 26, no. 5, p. 3-10.

RADHI, Muhammed., JAFFAR, Emad., HOIWDY, Wisam. Effect of temperature on frying oils: infrared spectroscopic studies. En: Research on Chemical Intermediates. septiembre, 2013. Vol 39, no. 7, p. 3173-3179.

RAMIREZ, Leonardo. ¿Cómo se hace posible el proceso de monitorización ultra detallada en la industria de la palma de aceite mediante espectroscopia infrarrojo cercano? En: Revista Palmas. 2016. Vol 37, no. Especial, p. 47-55.

ROHMAN, A., MAN, Y. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy for analysis of extra virgin olive oil adulterated with palm oil. En: Food Research International. abril, 2010, Vol 43, p. 886-892.

WAMBECK, Noel. Sinopsis de proceso de la palma de aceite. Primera Edición. Colombia: Traducida al español por Guillermo Bernal, 2005. Vol 1.

YÁÑEZ, Edgar., GARCIA, Jesús., RODRÍGUEZ, Nilson. Balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de las zonas palmeras colombianas norte y central. Palmas. En: Revista Palmas. 2000. Vol 21 no. Especial, p. 375-380.

## ANEXOS

### ANEXO A. FICHA TÉCNICA DEL HEXANO

#### HOJA DE SEGURIDAD XIII HEXANO

**FORMULA:** C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>  
**PESO MOLECULAR:** 86.17 g/mol  
**COMPOSICION:** C: 83.62 %, H: 16.38 %.

#### GENERALIDADES:

El hexano es un líquido incoloro con un olor parecido al del petróleo. Es menos denso que el agua e insoluble en ella, sus vapores son más densos que el aire.

El producto comercial generalmente contiene otros productos hidrocarbonados como isómeros de seis carbonos, benceno, algunos compuestos de 5 y 7 carbonos y otros con azufre, oxígeno, cloro o dobles ligaduras, aunque en menor proporción.

Se obtiene del petróleo. Por destilación de fracciones de las que se obtienen gasolinas o a través de reformados catalíticos, por medio de los que se obtienen compuestos aromáticos.

Una forma de obtener n-hexano de gran pureza es pasarlo a través de malla molecular, en la cual se retienen la n-parafinas y eluyen las ramificadas, cíclicas y compuestos aromáticos. Un posterior cambio de temperatura y/o presión, permite recuperar las parafinas lineales. En el caso de contener impurezas con dobles ligaduras u otros elementos como azufre, oxígeno o halógenos, entonces la purificación debe llevarse a cabo mediante hidrogenación.

Forma parte de la gasolina de automóviles y es utilizado en la extracción de aceite de semillas, como disolvente en reacciones de polimerización y en la formulación de algunos productos adhesivos, lacas, cementos y pinturas. También se utiliza como desnaturalizante de alcohol y en termómetros para temperaturas bajas, en lugar de mercurio. Por último, en el laboratorio se usa como disolvente y como materia prima en síntesis.

#### NUMEROS DE IDENTIFICACION:

CAS: 110-54-3  
UN: 1208  
NIOSH: MN 9275000  
NOAA: 851  
STCC: 4908183

RTECS: MN9275000  
HAZCHEM CODE: 3 YE  
El producto está incluido en: CERCLA  
MARCAJE: LIQUIDO INFLAMABLE.

#### SINONIMOS:

En inglés:  
n-HEXANO0  
SKELLYSOLVE-B  
HEXANE  
NCI-C60571

Otros idiomas:  
ESANI (ITALIANO)  
HEKSAN (POLACO)  
HEXANEN (HOLANDES)

#### PROPIEDADES FISICAS Y TERMODINAMICAS:

Punto de ebullición: 69 °C  
Punto de fusión: -95.6 °C  
Densidad (g/ml): 0.66 (a 20 °C)  
Índice de refracción (20 °C): 1.38  
Presión de vapor (a 15.8 °C): 100 mm de Hg  
Temperatura de autoignición: 223 °C  
Límites de explosividad (% en volumen en el aire): 1.2-7.7  
Densidad de vapor (aire=1): 3  
Punto de inflamación (flash point): -21.7 °C  
Temperatura de autoignición: 225 °C

En la tabla a continuación, se presentan las características de algunos hexanos comerciales.

COMPOSICION Y PROPIEDADES DE ALGUNOS HEXANOS COMERCIALES

	Hexano A	Hexano B	Hexano C
<i>Hidrocarburos (% en volumen)</i>			
2,3-dimetilbutano	0.05	0.16	
2-metilpentano	3.48	1.49	0.3
3-metilpentano	9.38	5.4	3.27
n-hexano	63.91	81.23	88.19
metil-ciclohexano	19.43	11.71	8.23
ciclohexano	0.78		
benceno	2.81	0.004	0.01
demetil-pentanos	0.16		
<i>Propiedades</i>			
Destilación,p.eb. inicial (°C)	68.3	68.2	67.1
Punto de inflamación (°C) (flash point)		-23	
Número de bromo		0.0001	0.0016
Peróxidos como H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (ppm)		menor de 1	menor de 1
Carbonilos como acetona (ppm)		menor de 1	3.8
Sulfuros (ppm)	25	menor de 1	0.4
Fenoles (ppm)			menor de 1
Agua (ppm)			54

\*Hexano A: Se obtiene por destilación de los líquidos provenientes del gas natural. Contiene una gran cantidad de benceno y compuestos de azufre.

\*\*Hexano B: Es recuperado de procesos de hidrogenación. por lo que el contenido de benceno, compuestos de azufre y olefinas, es bajo.

\*\*\*Hexano C: Es de un alto grado de pureza y es utilizado en reacciones de polimerización.

Solubilidad: Inmiscible en agua. Miscible con etanol, acetona, benceno y éter dietílico.

#### **PROPIEDADES QUIMICAS:**

Productos de descomposición: monóxido y dióxido de carbono.

Reacciona vigorosamente con materiales oxidantes como cloro, fluor o perclorato de magnesio.

#### **NIVELES DE TOXICIDAD:**

RQ: 1

IDLH: 5000 ppm

México:

CPT: 360 mg/m<sup>3</sup> (100 ppm)

Estados Unidos:

TLV TWA: 180 mg/m<sup>3</sup> (50 ppm )

Reino Unido:

Periodos largos: 360 mg/m<sup>3</sup> (100 ppm)

Periodos cortos:450 mg/m<sup>3</sup> (125 ppm)

Francia:

VME: 50 mg/m<sup>3</sup> (170 ppm)

Alemania:

MAK: 180 mg/m<sup>3</sup> (50 ppm)

Suecia:

Periodos cortos: 250 mg/m<sup>3</sup> (75 ppm)

Periodos largos: 180 mg/m<sup>3</sup> (50 ppm)

#### **MANEJO:**

##### **Equipo de protección personal:**

Para manejar este producto deben utilizarse bata, lentes de seguridad y guantes, evitando todo contacto con la piel, en un lugar bien ventilado y no deben utilizarse lentes de seguridad mientras se trabaja con él. Si la cantidad a manejar es considerable, debe utilizarse un equipo de respiración autónoma.

Para trasvasar pequeñas cantidades debe usarse propipeta, NUNCA ASPIRAR CON LA BOCA.

#### **RIESGOS:**

##### **Riesgos de fuego y explosión:**

Es un compuesto altamente inflamable, cuyos vapores pueden viajar a una fuente de ignición y regresar con fuego al lugar que los originó, pueden explotar en una área cerrada y generar mezclas explosivas con aire.

##### **Riesgos a la salud:**

En forma de vapor, irrita a la nariz y garganta; como líquido, irrita a la piel y ojos.

Se sospecha que el n-hexano es una neurotoxina y se ha encontrado que su metabolito más tóxico es la 2,5-hexanediona. Por otra parte se ha observado un efecto sinérgico de la metil-etilcetona en la neurotoxicidad del hexano y la metil-butilcetona (ambos tienen una ruta metabólica en común), mientras que el tolueno disminuye esa toxicidad.

Inhalación: Causa tos y cansancio a concentraciones bajas. A concentraciones altas, tiene efecto narcótico provocando adormecimiento, confusión mental e inconciencia. En este caso puede presentarse también, congestión de los pulmones, lo que provoca dificultad para respirar. Una exposición crónica provoca una pérdida de sensibilidad en manos y pies y se han observado efectos neurotóxicos aún después de varios meses de la exposición, seguida de una recuperación muy lenta. Además, existen riesgos de daños en la médula espinal en pacientes dañados de manera severa.

Contacto con ojos: Causa irritación y enrojecimiento.

Contacto con la piel: Causa irritación y enrojecimiento. Si la exposición es constante, se genera dermatitis.

Ingestión: Causa náusea, vómito e irritación de la garganta. En casos severos, puede perderse la conciencia.

Carcinogenicidad: No existe información al respecto.

Mutagenicidad: No existe información al respecto.

Peligros reproductivos: No existe información al respecto.

#### **ACCIONES DE EMERGENCIA:**

##### **Primeros auxilios:**

Inhalación: Transportar a la víctima a una zona bien ventilada. Si no respira, proporcionar respiración artificial y oxígeno. Mantenerla en reposo y abrigada.

Ojos: Lavar inmediatamente con agua o disolución salina neutra, asegurándose de abrir bien los párpados.

Piel: Lavar inmediatamente el área contaminada con agua y jabón. Si es necesario, eliminar la ropa contaminada para evitar riesgos de inflamabilidad.

Ingestión: Dar a beber agua para diluir. No inducir el vómito. EN TODOS LOS CASOS DE EXPOSICION, EL PACIENTE DEBE SER TRANSPORTADO AL HOSPITAL TAN PRONTO COMO SEA POSIBLE.

##### **Control de fuego:**

Utilizar, preferentemente, espuma resistente al alcohol para incendios grandes.  
Usar agua para enfriar los contenedores que se encuentren cerca del fuego.  
Para incendios pequeños, utilizar extinguidores de espuma, polvo químico seco o dióxido de carbono.

**Fugas y derrames:**

Debe utilizarse bata, lentes de seguridad, guantes y dependiendo de la magnitud del derrame se procederá a evacuar la zona y utilizar equipo de respiración autónoma y botas.

Mantener alejados del derrame flamas o cualquier fuente de ignición.

Evitar que el líquido derramado tenga contacto con fuente de agua y drenajes para evitar explosiones. Para ello, construir diques con tierra, cemento en polvo o bolsas de arena, con lo cual también se absorberá el líquido. Los vapores generados se dispersan con agua. Tanto el agua contaminada como los sólidos utilizados para absorber el derrame deben almacenarse en lugares seguros para su tratamiento posterior.

Pequeñas cantidades pueden absorberse con papel y evaporarlas en una campana de extracción, nunca deben tirarse al drenaje pues pueden alcanzar concentraciones explosivas.

**Desechos:**

Los desechos de hexano deben incinerarse de manera adecuada, pudiendo servir como combustible en condiciones controladas.

Pequeñas cantidades pueden evaporarse en una campana extractora de gases.

**ALMACENAMIENTO:**

Debe almacenarse alejado de cualquier fuente de ignición y de materiales oxidantes, en lugares bien ventilados y de la luz directa del sol.

Pequeñas cantidades pueden almacenarse en frascos de vidrios, pero para cantidades considerables, debe hacerse en tanques metálicos protegidos de descargas estáticas.

Recordar que los vapores son mas pesados que el aire, por lo que pueden acumularse y viajar hacia fuentes de ignición y regresar, generando fuego en las zonas de almacenamiento.

**REQUISITOS DE TRANSPORTE Y EMPAQUE:**

Transportación terrestre:

Marcaje: 1208, sustancia inflamable.

Código HAZCHEM: 3 YE.

Transportación marítima:

Código IMDG: 3034.7

Clase 3.1

Marcaje: Líquido inflamable.

Transportación aérea:

Código ICAO/IATA: 1208

Clase 3

Cantidad máxima en vuelos comerciales: 5 l.

Cantidad máxima en vuelos de carga: 60 l.

## **ANEXO B. PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA DETALLADO**

Se describió el proceso de extracción de aceite de palma a partir de la palma africana [29].

Una vez son recolectados los racimos de fruta fresca (RFF) son transportados a la planta procesadora donde son depositados en las tolvas de almacenamiento para su posterior esterilización.

El proceso de extracción de aceite de palma inicia con la recolección de los RFF, estos frutos son transportados a la planta procesadora donde son depositados en las tolvas de almacenamiento para su posterior esterilización.

Zona de esterilización: a esta zona llegan vagonetas cargadas con el RFF en fila para ingresar al autoclave, en donde, por medio de vapor saturado se calienta a temperaturas de 140°C aproximadamente, este proceso se realiza con el fin de: inactivar la enzima lipasa para controlar los ácidos grasos; el ablandamiento de la unión de las frutas lo cual facilita la separación y extracción del aceite.

El proceso de esterilización no se puede realizar a muy altas temperaturas, para que coagulen las proteínas que hay en el fruto se requiere una temperatura mínima de 100°C, para que estas se queden en la torta de prensado al momento de la extracción y que no paseen a la zona de clarificación, debido a que estas generan emulsiones.

Para la hidrolisis y descomposición del material mucilaginoso (gomas), se necesita una temperatura mayor a 120°C, debido a que estas gomas pueden formar soluciones coloidales.

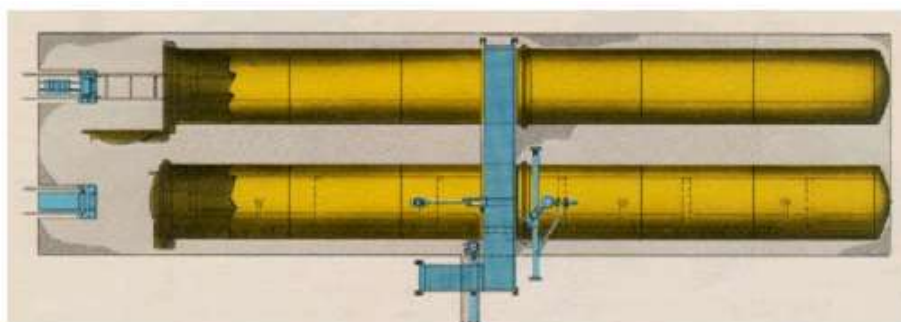


Figura 14. Vista superior de dos esterilizadores empleados en la zona de esterilización en el proceso de extracción de aceite en una planta de beneficio de palma [29].

Zona de Desfrutamiento: una vez el racimo ha sido esterilizado, por medio de bandas y elevadores los racimos pasan al tambor desfrutador para separar, mediante un proceso mecánico (dar vueltas), el fruto de la tusa o el raquis, el fruto es transportado a los digestores y las tusas o raquis se recolectan para ser usados como abono en los cultivos de palma.

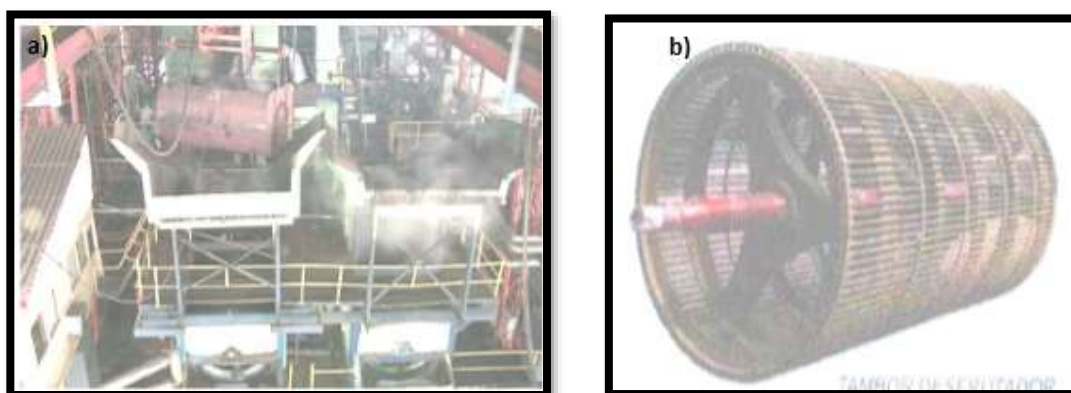


Figura 15. Equipos empleados en la zona de desfrutación en una planta de beneficio de palma, en la figura a) Equipos empleados para la desfrutación y en la figura b) Tambor desfrutador [29].

Zona de digestión: los frutos que se han desprendido en la zona de desfrutamiento son transportados a cilindros verticales provistos de un eje central con brazos de agitación y maceración llamados digestores. Se macera la pulpa preparándola para el proceso de extracción por prensado.

El recalentamiento que se da en el digestor reduce considerablemente la viscosidad del aceite y así facilitar la extracción de aceite dentro de la torta de prensado.

El aceite que se obtiene en el macerado del digestor, antes de ser prensado el mesocarpio se conoce como aceite virgen, este sale del digestor para que no entre a la zona de prensado.



Figura 16. Masa de frutos dentro del digestor [29].

Zona de Prensado: En esta etapa se busca extraer la fracción líquida de la masa de frutos que salen del digestor, la cual está compuesta por aceite, lodos, agua y por una cierta cantidad de sólidos. La torta está compuesta por fibras y nueces.

Al aceite extraído se le agrega agua caliente (entre 90 y 95°C), esta cantidad de agua debe controlarse para obtener una adecuada dilución del aceite crudo que facilite su posterior clarificación.

Zona Desfibración: la torta que sale del prensado es transportada hacia la columna de desfibración y a la vez es desmenuzada en un transportador sinfín del tipo de paletas, el cual cumple tres funciones:

- Permitir el secado de la torta proveniente de las prensas por evaporación espontánea de la humedad, debido a que la torta sale caliente de la prensa y al descargue se seca.

- Desmenuzar la torta, puesto que sale de las prensas como una masa dura y compacta
- Transportar la torta al sistema de desfibración el cual separara las nueces de la fibra.

Las fibras se separan en la columna de desfibración por medio de una corriente de aire, el flujo de aire y fibras sale por la parte superior del equipo, pasa a un ciclón que separa por medio de fuerza centrífuga las fibras del aire que es desechado a la atmosfera.

Zona de Clarificación: En esta zona se separa y purifica el aceite de la mezcla líquida extraída en las prensas, la cual contiene aceite, agua, lodos livianos (los cuales están compuestos por pectinas y gomas) y lodos pesados (compuestos por tierra, arena y otras impurezas). Para lograr dicha separación, se aprovecha la característica de inmiscibilidad entre el agua y el aceite.

Este proceso se realiza en dos partes:

1. Clarificación estática (por decantación): en esta etapa se logra separar el 90% del aceite aproximadamente.

Los fundamentos de la clarificación estática; se basan en que el aceite se encuentra en forma de gotas y por la diferencia de densidades este sube, este comportamiento se ve afectado por la temperatura y la dilución (estos afectan la fricción que es lo que permite que la gota suba o baje).



Figura 17. Fundamentos básicos que se dan en la clarificación estática en una planta de beneficio de palma [29].

Los lodos livianos tienen una densidad similar a la del aceite, por lo tanto, cuando la cantidad de agua es muy alta, estos lodos tienden a subir con el aceite, para evitar esto se debe regular la dilución hasta llegar a una determinada concentración de lodos, para que estos no suban con las gotas de aceite. Los sólidos presentes en la mezcla deben estar en el orden de 5,5% en peso.

Para evitar la pobre calidad del aceite que se da por la oxidación de este, se debe evitar trabajar a altas temperaturas y se debe evitar la exposición del aceite al aire.

Este proceso se realiza en los siguientes equipos:

- Tamiz circular: en este equipo se separan los sólidos que están en el fluido proveniente de las prensas (agua, aceite, lodos livianos y lodos pesados), estos se recirculan al proceso de digestión. Los sólidos que se separan son los de mayor tamaño al poro del tamiz.

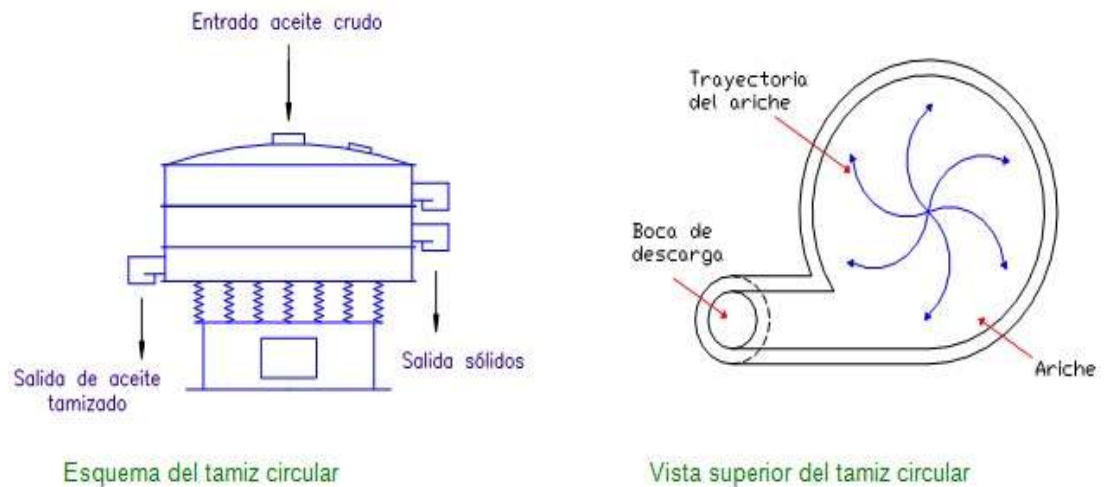


Figura 18. Tamiz circular empleado en la clarificación estática en una planta de beneficio de palma [29].

- Preclarificador: es un tanque rectangular en el que se decanta la mezcla líquida proveniente del tamiz bajo el principio de flotación, la temperatura del equipo se encuentra alrededor de 90°C y está dotado con un serpentín que transfiere calor indirectamente a la mezcla. La fase rica en aceite se dirige al

sedimentador, mientras que los lodos (aun con aceite) se transportan al clarificador.

- Clarificador: en este equipo se separan los lodos por medio del principio de los vasos comunicantes, el aceite sale por la capa superior que se forma, la alimentación del aceite crudo se realiza a unos 5 cm por debajo de esta salida, los lodos salen por la parte inferior y para liberar el aceite atrapado en los lodos se tiene un sistema de agitación llamado de “fuerzas cortantes” por medio de un eje central y unas paletas con orificios.

Los lodos livianos tienden a subir y formar espumas, debido a las burbujas que se desprenden dentro del equipo y los llevan a la superficie. La presencia de gran cantidad de espuma, indican un exceso de lodos livianos en el aceite. Esto se soluciona inyectando mesuradamente vapor directo a la parte superior de la capa de aceite, se hidratan estos lodos haciéndolos más pesados para que bajen. Cuando la espuma desaparece, se reduce el flujo de vapor, sin cerrar completamente el flujo para compensar las pérdidas de calor que se dan en el clarificador.

- Sedimentador de aceite: el aceite clarificado pasa a los tanques sedimentadores en donde se separan las partículas pesadas por decantación.
- Secadores al vacío: se ingresa el aceite al secador que se encuentra a una temperatura entre 70 y 80 °C, esta separación se realiza al vacío para evitar la oxidación. El vacío de la torre se crea mediante eyectores de vapor que mantienen la humedad dentro de los parámetros establecidos, la presión de vacío dentro de la columna de secado esta entre 25 y 30 mmHg.

El tratamiento de las aguas lodosas: los lodos que salen del clarificador se pasan a los ciclones “desarenadores”, los cuales eliminan la mayor parte de los sólidos pesados (arena), esto se hace para proteger las centrifugas de un posible taponamiento de los capilares. Después las aguas lodosas pasan a los filtros de cepillo para eliminar las partículas sólidas de tamaño grande pero liviano.

Después de la etapa de desarenado y filtro cepillo los lodos ingresan a las centrífugas.

2. Clarificación dinámica (centrifugas y tricanter): se obtiene la separación por medio de movimientos de fuerza centrífuga, tiene una recuperación del 10% de aceite aproximadamente.

En esta clarificación se obtienen dos corrientes: una de lodos pesados y agua, y la otra de lodos livianos y aceite, la cual se recircula de nuevo al proceso.

Luego la corriente de lodos que sale de la centrifuga pasa por las rejillas que remueven partículas voluminosas como: palos, frutos y basuras en general que pueden causar problemas en el resto del conjunto para luego pasar al florentino.

Zona de Florentinos o trampas de grasas: son tanques en los cuales se recuperan las últimas trazas de aceite que pudiera contener. Los florentinos, son la última parte del proceso de extracción y constituye la primera parte del sistema de tratamiento de efluentes de la planta.



Figura 19. Pozos florentinos ubicados en la zona de trampas de grasa en una planta de benéfico de palma [30].

**ANEXO C. SEPARACION DE LA NUECES DE LA FIBRA DE LA ZONA DE PRENSA TOMADA EN LA SALIDA DEL CICLÓN**



Figura 20. Tamiz usado para separar las nueces, fibra y polvillo.

**ANEXO D. SECADO DE LAS MUESTRAS EN EL HORNO**



Figura 21. Horno empleado en la realización del proyecto.

## ANEXO E. DATOS HALLADOS Y CALCULADOS POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE EXTRACCIÓN SOXHLET

Tabla 8. Datos de del porcentaje de humedad, aceite peso de aceite extraído, %ac/muestra húmeda y %ac/SSNA.

Muestra	Fecha de toma de la muestra	W muestra húmeda + cartucho (g)	W muestra húmeda (g)	cartucho	W muestra seca + cartucho (g)	W muestra seca	% Humedad	Peso aceite (g)	%ac/mtra húmeda	%ac/SSNA
DÍA 1-M1	11/09/2018	10.7564	10	0.7564	7.3108	6.5544	34.46%	0.5928	5.93%	9.94%
DÍA 1-M2	11/09/2018	10.7851	10	0.7851	7.6742	6.8891	31.11%	0.7425	7.42%	12.08%
DÍA 1-M3	11/09/2018	10.8998	10	0.8998	6.3216	5.4218	45.78%	0.7012	7.01%	14.85%
DÍA 1-M4	11/09/2018	10.7372	10	0.7372	7.4056	6.6684	33.32%	0.6886	6.89%	11.52%
DÍA 1-M5	11/09/2018	10.8382	10	0.8382	6.9381	6.0999	39.00%	0.6460	6.46%	11.84%
DÍA 2-M1	12/09/2018	10.1968	10	0.1968	6.5797	6.3829	36.17%	0.7396	7.40%	13.11%
DÍA 2-M2	12/09/2018	10.3929	10	0.3929	6.4058	6.0129	39.87%	0.8092	8.09%	15.55%
DÍA 2-M3	12/09/2018	10.2623	10	0.2623	6.1609	5.8986	41.01%	0.7038	7.04%	13.55%
DÍA 2-M4	12/09/2018	10.3068	10	0.3068	7.0474	6.7406	32.59%	0.785	7.85%	13.18%
DÍA 2-M5	12/09/2018	10.3682	10	0.3682	7.1950	6.8268	31.73%	0.5871	5.87%	9.41%
DÍA 3-M1	14/09/2018	10.4116	10	0.4116	6.8828	6.4712	35.29%	0.7615	7.61%	13.34%
DÍA 3-M2	14/09/2018	10.5389	10	0.5389	7.202	6.6631	33.37%	0.5198	5.20%	8.46%
DÍA 3-M3	14/09/2018	10.9315	10	0.9315	7.3654	6.4339	35.66%	0.5825	5.83%	9.95%
DÍA 3-M4	14/09/2018	10.6862	10	0.6862	7.8420	7.1558	28.44%	0.6782	6.78%	10.47%
DÍA 3-M5	14/09/2018	10.8896	10	0.8896	9.5204	8.6308	13.69%	0.6414	6.41%	8.03%

**ANEXO F. EQUIPO FTIR**

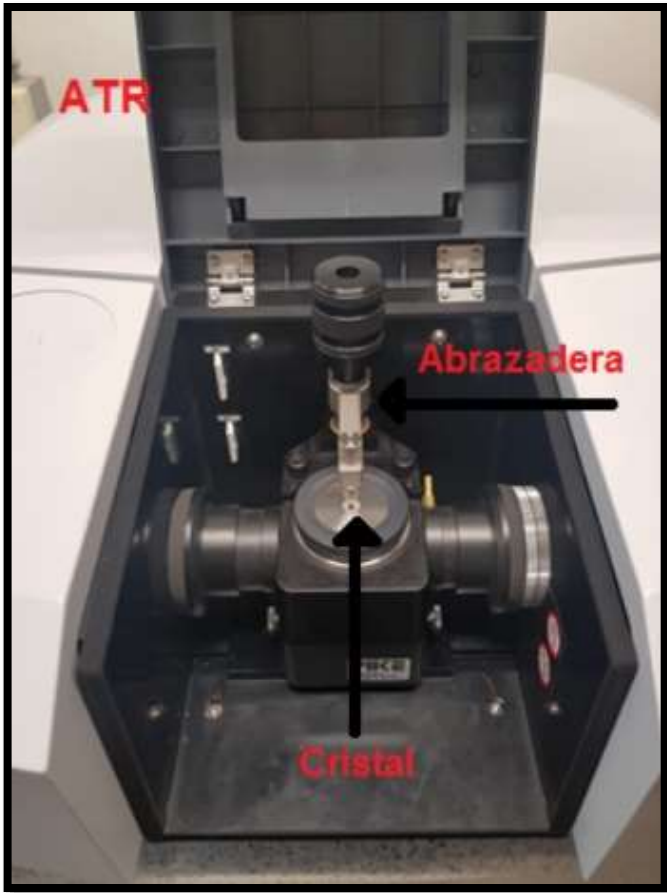
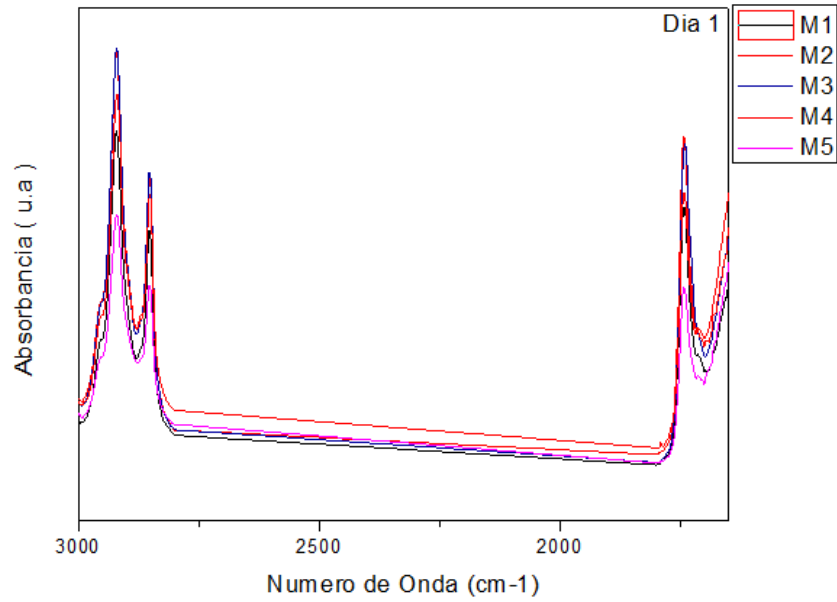


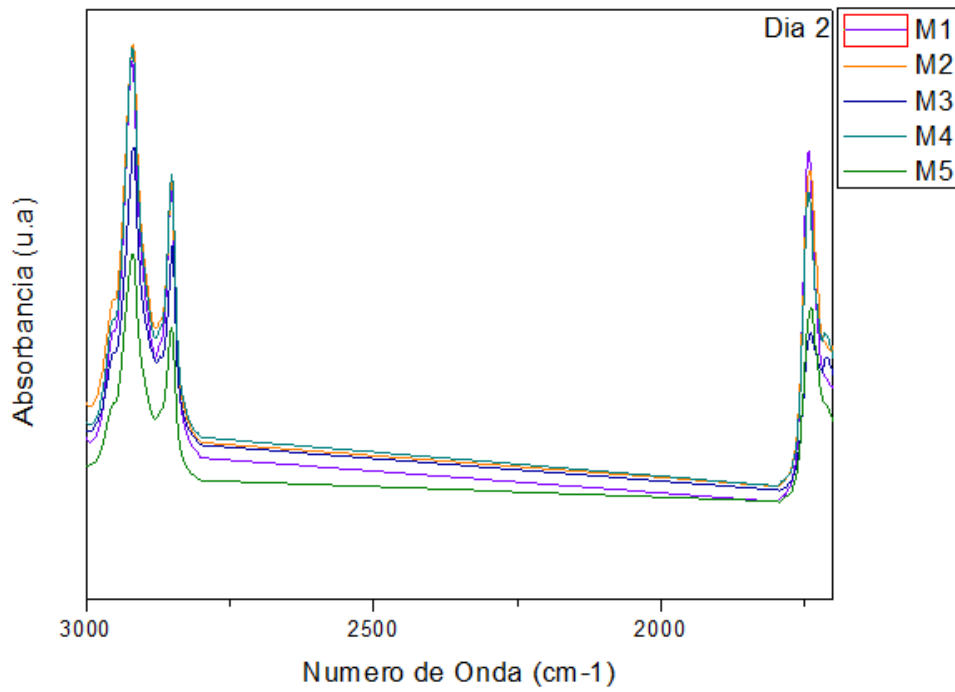
Figura 22. Equipo FTIR.

**ANEXO G. ESPECTROS FTIR DE LAS MUESTRAS DE LA ZONA DE PRENSADO TOMADAS A LA SALIDA DEL CICLÓN**

a)



b)



c)

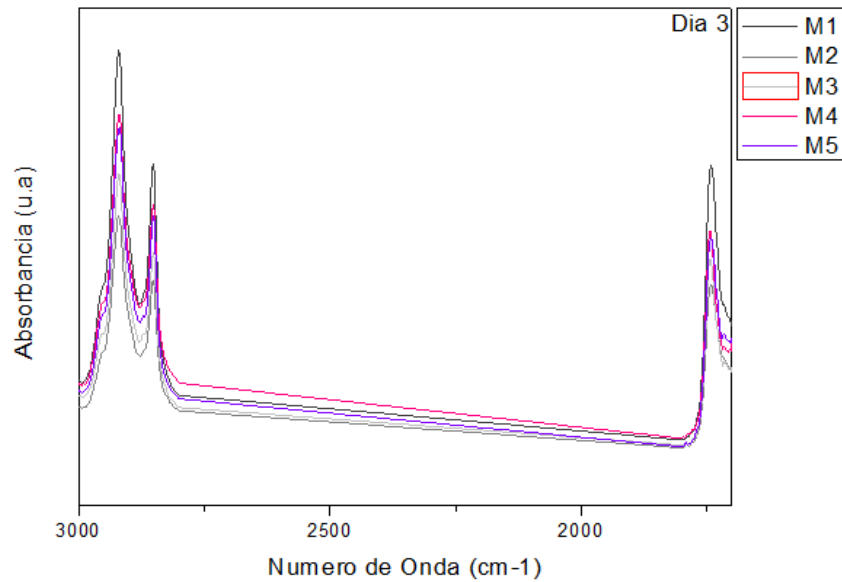


Figura 23. Espectros de los picos característicos del aceite en las fibras obtenidas en la zona de prensado y recolectadas a la salida del ciclón en la zona de desfibración en diferentes horas del día por tres días. a) Día 1, b) Día 2 y c) Día 3.

#### ANEXO H. REGRESION AJUSTADA

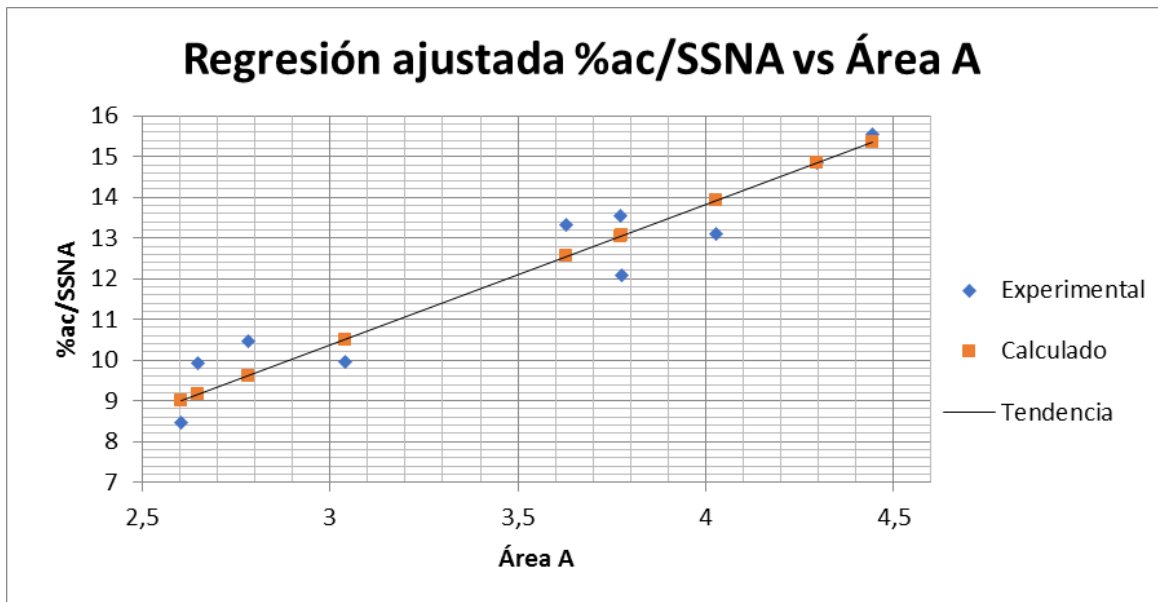


Figura 24. Regresión ajustada %ac/SSNA vs área A de 10 muestras de la zona de prensa.

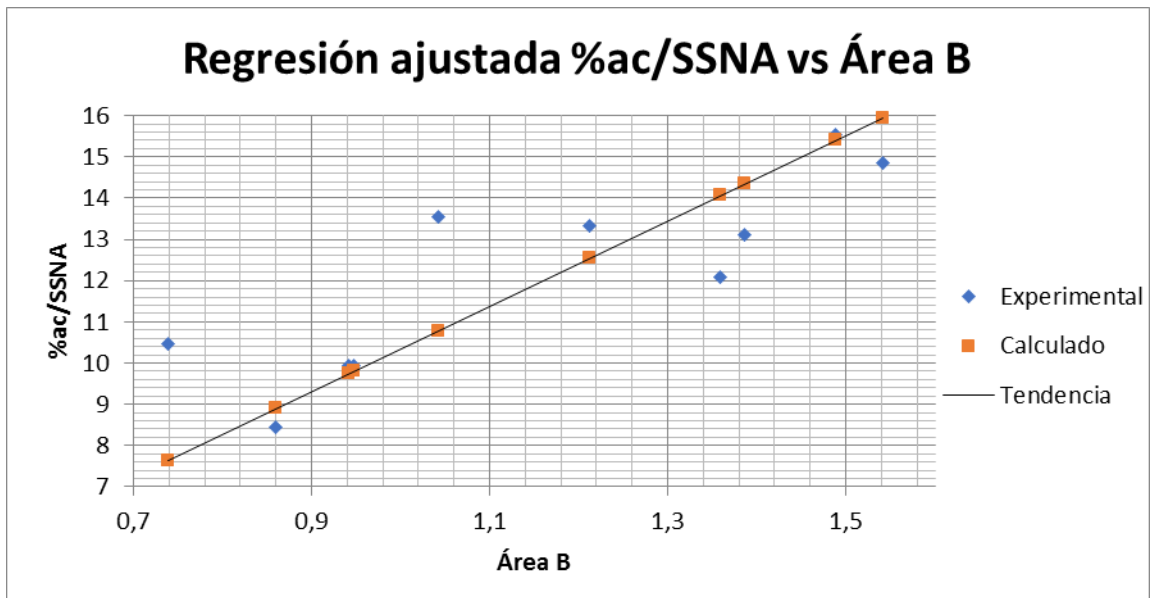


Figura 25. Regresión ajustada %ac/SSNA vs área B de 10 muestras de la zona de prensa.