

**PURIFICACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE METIL ESTERES  
OBTENIDOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA COMO MATERIA PRIMA  
OLEOQUÍMICA DE TENSOACTIVOS**

**LUISA FERNANDA ARIZA BÁEZ  
DIANA KATHERINE CAMPOS REYES**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2006**

**PURIFICACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE METIL ESTERES  
OBTENIDOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA COMO MATERIA PRIMA  
OLEOQUÍMICA DE TENSOACTIVOS**

**LUISA FERNANDA ARIZA BÁEZ  
DIANA KATHERINE CAMPOS REYES**

**Trabajo presentado como requisito para  
optar al título de Ingeniero Químico**

**Director  
MARIO ÁLVAREZ CIFUENTES  
Ingeniero Químico, M. Sc. Ph. D.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2006**

*Dedico este trabajo a mi mamá Evangelina Báez Valbuena, por su amor, esfuerzo, tenacidad y ejemplo de consagración a sus hijos.  
Luisa Fernanda.*

*A mi mamá Diana Elizabeth Reyes por su apoyo, comprensión y su fe en mí para poder alcanzar esta meta.*

*A mis hermanas Mónica y Melissa por su cariño*

*A Alex por su amor;*

*Y por supuesto a Dios por ayudarme a cumplir este sueño.*

*Diana Katherine.*

## **AGRADECIMIENTOS**

De manera personal quiero agradecer a mi familia y en especial a Miguel Ángel Ariza Báez, por su cariño, respaldo y motivación. A Yezid David Sequeda por su apoyo, compañía y comprensión durante estos años.

Luisa Fernanda.

Quiero expresar mi inmensa gratitud a mis suegros Epaminondas y Maria Ines por brindarme tanto cariño.

Diana Katherine.

En forma conjunta los autores agradecemos a aquellas personas que colaboraron en la realización de este primer ejercicio de investigación:

Al Doctor Mario Álvarez Cifuentes, quien nos ha dado los mejores aportes a través de la dirección de este trabajo. Al grupo INTERFASE que nos ha permitido conocer y compartir experiencias sobre la oleoquímica. A Luis Eduardo Carreño y Wilson Eduardo Carreño, técnicos del laboratorio de Ingeniería Química. A C.I. Santandereana de Aceites por facilitarnos el uso de sus laboratorios.

Y por supuesto a nuestros amigos Ángela, Darlis, Faride, Ingrid, Leidi, Marlen, Paolo Paola, Javier y Giovanni.

## RESUMEN

### TITULO

PURIFICACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE METIL ESTERES OBTENIDOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA COMO MATERIA PRIMA OLEOQUÍMICA DE TENSOACTIVOS.\*

### AUTORES

LUISA FERNANDA ARIZA BÁEZ  
DIANA KATHERINE CAMPOS REYES\*\*

### PALABRAS CLAVES

Oleoquímica, Aceite crudo de Palma, metil éster, tensoactivos.

### DESCRIPCIÓN:

A través de este proyecto se pretende purificar y acondicionar los metil ésteres obtenidos a partir de aceite de palma, para eliminarles las sustancias insaturadas e insaponificables que no permitan su uso como materia prima de tensoactivos.

El desarrollo del trabajo consta de cinco etapas. La primera de ellas, comprende la identificación de las propiedades fisicoquímicas que caracterizan la materia prima a sulfonar en la fabricación de tensoactivos. En la segunda etapa es realizado un análisis de los métodos de purificación y acondicionamiento de metil esteres. Considerando la información de la fase inicial, fue realizada una primera caracterización, que corresponde a la tercera etapa de la metodología. Luego se desarrolló el método de purificación y acondicionamiento escogido bajo el análisis de la segunda etapa. Finalmente, como último paso es desarrollado el proceso de caracterización final, con el fin de comprobar que los metil esteres cumplen con los parámetros establecidos como materia prima de tensoactivos.

Se identificaron como propiedades principales de los metil esteres a sulfonar las siguientes: 1) alto índice de saponificación, 2) índice de yodo menor a 1, 3) acidez menor a 1, 4) baja humedad y 5) ausencia de coloración. Mediante la destilación al vacío fue posible reducir el índice de yodo y el color, por lo tanto se considera una alternativa viable para la purificación y acondicionamiento de metil esteres de aceite de palma a escala laboratorio.

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Ingeniería Química, Ing. Químico M. Sc. Ph. D  
Mario Álvarez Cifuentes

## SUMMARY

### TITLE

PURIFICATION AND ADAPTATION OF METHYL ESTERES OBTAINED TO LEAVE OF OIL OF PALM LIKE OIL-CHEMISTRY RAW MATERIAL OF TENSOACTIVES.\*

### AUTHORS:

LUISA FERNANDA ARIZA BÁEZ  
DIANA KATHERINE CAMPOS REYES\*\*

### KEY WORDS

Oil-chemistry, raw Oil of Palm, methyl ester, tensoactives.

### DESCRIPTION

Through this project it seeks to become purified and to condition the methyl - ésteres obtained starting from palm oil, to eliminate them the substances non saturated and non saponificated that don't allow their use as raw material of tensoactives.

The development of the work consists of five stages. The first of them, understands the identification of the physiochemical properties that they characterize the raw material to sulfon in the tensoactives production. In the second stage it is carried out an analysis of the purification methods and adaptation of methyl-esteres. Considering the information of the initial phase, a first characterization was carried out that corresponds to the third stage of the methodology. Then it was developed the purification method and chosen adaptation under the analysis of the second stage. Finally, as last step the process of final characterization is developed, with the purpose of checking that the methyl-esteres they fulfill the established parameters as raw material of tensoactives.

They were identified as main properties of the methyl-esteres to sulfon the following ones: 1) high saponification index, 2) index of smaller iodine at 1, 3) smaller acidity at 1, 4) low humidity and 5) absence of coloration. By means of the distillation to the hole was possible to reduce the index of iodine and the color, therefore it is considered a viable alternative for the purification and adaptation of methyl ester from palm oil to scale laboratory.

---

\* Work of degree

\*\* Faculty of Physical-Chemistry Engineerings. School Chemical Engineering, Chemical Engineer M. Sc. Ph. D Mario Álvarez Cifuentes

## CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCION.....	1
OBJETIVOS.....	2
1. CONCEPTOS TEÓRICOS.....	3
1.1. OLEOQUÍMICA.....	3
1.2. ACEITE DE PALMA.....	3
1.3 METILESTERES.....	5
1.4 TENSOACTIVOS.....	7
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	9
2.1 METODOLOGÍA.....	9
2.1.1 Etapa1. Identificación de propiedades fisicoquímicas.....	9
2.1.2 Etapa 2. Método de purificación y acondicionamiento.....	12
2.1.3 Etapa 3. Caracterización inicial.....	13
2.1.3.1 Método de determinación del índice de saponificación.....	13
2.1.3.2 Método de determinación del índice de yodo.....	14
2.1.3.3 Método de determinación del porcentaje de acidez.....	17
2.1.3.4 Método de determinación de humedad y sustancia volátiles.....	19
2.1.3.5 Método de determinación de color.....	20
2.1.4 Etapa 4. Purificación y acondicionamiento.....	22
2.1.4.1 Destilación al vacío.....	22
2.1.5 Caracterización final.....	23
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	24
3.1 Muestras de trabajo.....	24

3.2 Resultados primera caracterización.....	24
3.3 Purificación y acondicionamiento.....	25
3.4 Caracterización final.....	27
CONCLUSIONES.....	34
BIBLIOGRAFÍA.....	35

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Composición del aceite de palma Colombiano.....	4
Tabla 2. Metil esterres obtenidos del aceite de palma Colombiano.....	5
Tabla 3. Relación entre cantidad de muestra, índice de yodo y cantidad de solvente.....	16
Tabla 4. Sustancias que deben emplearse en la determinación de acidez...	18
Tabla 5. Temperatura de ebullición de metil esterres.....	22
Tabla 6. Muestras de trabajo.....	24
Tabla 7. Resultados primera caracterización.....	25
Tabla 8. Puntos de ebullición de los metil esterres y composición en el aceite de palma del ácido graso del cual se derivan.....	26
Tabla 9. Fracciones obtenidas de cada muestra mediante destilación al vacío.....	26
Tabla 10. Índice de saponificación antes y después de la destilación al vacío.....	28
Tabla 11. Índice de yodo antes y después de la destilación al vacío.....	29
Tabla 12. Acidez antes y después de la destilación al vacío.....	30

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Reacción de transesterificación.....	5
Figura 2. Representación esquemática de los tensoactivos.....	7
Figura 3. Metodología para desarrollo del trabajo.....	11
Figura 4. Determinación del índice de yodo.....	15
Figura 5. Determinación del porcentaje de acidez.....	17
Figura 6. Colorímetro LOVIBOND.....	20
Figura 7. Montaje de destilación al vacío.....	23
Figura 8. Muestras de trabajo.....	24
Figura 9. Fracciones obtenidas de cada muestra mediante destilación al vacío.....	27
Figura 10. De izquierda a derecha. Muestra de metil ester antes de la destilación y las fracciones obtenidas mediante destilación al vacío.....	27
Figura 11. Índice de saponificación antes y después de la destilación al Vacío.....	28
Figura 12. Índice de yodo antes y después de la destilación al vacío.....	29
Figura 13. Acidez antes y después de la destilación al vacío.....	30
Figura 14. Espectro IR de la fracción de ME rica en Oleato de metilo Obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 1.....	31
Figura 15. Espectro IR del Oleato de metilo.....	32
Figura 16. Espectro IR de la fracción de ME rica en Palmitato de metilo obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 1.....	32
Figura 17. Espectro IR del Palmitato de metilo.....	33

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A. PROPIEDADES DE METIL ESTERES COMERCIALIZADOS....	39
ANEXO B. PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN SECUNDARIAS.....	42
ANEXO C. ESPECTROS INFRARROJOS.....	44
ANEXO D. REGISTRO FOTOGRAFICO.....	50

## INTRODUCCIÓN

El presente proyecto busca obtener metil ésteres a escala laboratorio, que cumplan con las especificaciones establecidas para su uso como materia prima en la elaboración de tensoactivos a nivel industrial. La purificación y acondicionamiento de los metil ésteres obtenidos a partir de aceite de palma hace posible la eliminación de sustancias no saponificables e insaturadas que impiden su uso como materia prima renovable para la elaboración de surfactantes.

En este trabajo se presenta una metodología que permite obtener el producto requerido, la cual comprende: 1) la identificación de características y especificaciones propias de los metil ésteres a sulfonarse; 2) una caracterización preliminar cuyo propósito es conocer las propiedades de cada una de las muestras; 3) un análisis de las alternativas de purificación y acondicionamiento de los metil ésteres; 4) la aplicación de la destilación al vacío como método seleccionado teniendo en cuenta su disponibilidad y funcionamiento. 5) una caracterización de los metil ésteres obtenidos, con el fin de comparar dichos resultados con la literatura consultada y confirmar su utilización como materia prima apta para sulfonar.

Del análisis de los resultados arrojados en desarrollo de este trabajo, se puede afirmar que la producción de metil ésteres a partir de aceite de palma es una alternativa para la industria de los surfactantes.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Obtener metil ésteres a escala banco que cumplan con las especificaciones fisicoquímicas básicas para usarse como materia prima en la fabricación de tensoactivos.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Establecer las especificaciones fisicoquímicas para metil esterres en la fabricación de tensoactivos.
2. Seleccionar los métodos que permitan purificar, acondicionar y caracterizar los metil esterres bajo las condiciones establecidas.
3. Desarrollar a escala banco el método seleccionado previamente.
4. Caracterizar los metil esterres.

## **1. CONCEPTOS TEÓRICOS**

### **1.1 OLEOQUÍMICA**

La Oleoquímica es la parte de la química que se ocupa del estudio de los aceites y grasas de origen vegetal y animal con el fin de aumentar su valor agregado. A partir de las grasas y aceites es obtenida una amplia variedad de productos clasificados como oleoquímicos básicos e intermedios. Los oleoquímicos básicos provienen de diferentes procesos de transformación industrial como la transesterificación en la elaboración de metil y etil esteres, la hidrólisis en la producción de ácidos grasos y glicerina y la hidrogenación en el caso de alcoholes grasos. Los oleoquímicos intermedios o surfactantes son el producto de procesos de sulfonación de metil esteres y alcoholes grasos. Todos estos productos se consideran excelentes materias primas y de gran versatilidad en diferentes sectores industriales. Además de la fabricación de numerosos comestibles son varios los productos de consumo masivo no comestible obtenidos a partir de materia prima oleoquímica, como jabones y detergentes, cosméticos, velas y tintas, biodiesel, grasas lubricantes, entre otros.


### **1.2 ACEITE PALMA**

El aceite de palma es el producto de la maceración o extracción del mesocarpio de la fruta de las palmas *Elaeis guineensis* o *Elaeis oleífera*. Contiene en forma aproximada un 50% de ácidos grasos saturados (principalmente ácido palmítico), 40% de ácidos grasos monoinsaturados (principalmente ácido oleico) y un 10% de ácidos grasos poliinsaturados.

Presenta un color rojo característico en su estado natural debido a su alto contenido de vitamina A y E.<sup>1</sup>

En la tabla 1 se muestra el perfil de ácidos grasos de aceite de palma cultivado en Colombia de diferentes variedades.

**Tabla 1. Composición del aceite de palma Colombiano**

	ACIDO GRASO	VARIEDAD DE PALMA			
		<i>Elaeis Guineensis</i>		<i>Elaeis Oleífera</i>	
		<i>Rango</i>	<i>Promedio</i>	<i>Rango</i>	<i>Promedio</i>
Mirístico	ND - 0.55	<b>0.78</b>	0.3 - 0.7	<b>0.5</b>	
Palmítico	32.37 - 44.59	<b>39.96</b>	19.7 - 40.6	<b>27.1</b>	
Estearico	3.74 - 6.54	<b>4.96</b>	1.4 - 2.3	<b>2.0</b>	
Oleico	38.29 - 48.77	<b>42.50</b>	35.2 - 52.5	<b>47.5</b>	
Linoleico	8.40 - 15.01	<b>10.30</b>	2.8 - 19.8	<b>14.1</b>	
Linolénico	ND - 1.35	<b>0.11</b>	0.1 - 1.0	<b>0.6</b>	

*Fuente: CENIPALMA*

Actualmente a nivel mundial, el aceite de palma es considerado como el segundo aceite de mayor consumo después del aceite de soya.<sup>2</sup>

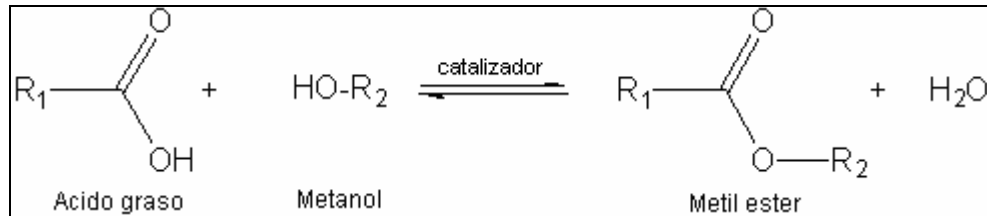
<sup>1</sup> CENIPALMA

<sup>2</sup> QUIÑONEZ, L. Y MATEUS, O. Dimensionamiento y montaje de un reactor piloto para la obtención de biodiesel a partir de aceites vegetales gastados. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química, 2003.

### 1.3 METIL ESTERES

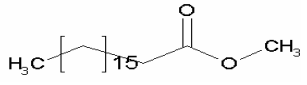
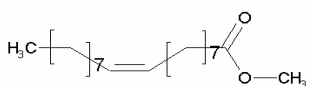
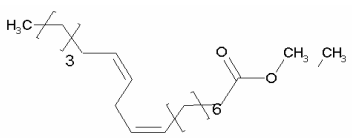
Los metil esteres de aceite de palma son parte de los productos de la reacción de transesterificación de los ácidos grasos del aceite con metanol, en presencia de un catalizador básico, figura 1.

**Figura 1. Reacción de transesterificación**



**Tabla 2. Metil esteres obtenidos del aceite de palma Colombiano**

METIL ESTER	PROPIEDADES	Ácido del cual se deriva
<p><b>TETRADECANOATO DE METILO</b> (<i>Miristato de Metilo</i>)</p>	<p>Formula: <b>C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub></b>            Peso Molecular: 242.41 g/mol            Densidad a 20°C: 0.86 g/cm<sup>3</sup></p>	<p><i>Mirístico</i> C<sub>14</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub></p>
<p><b>HEXADECANOATO DE METILO</b> (<i>Palmitato de Metilo</i>)</p>	<p>Formula: <b>C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub></b>            Peso Molecular: 270.46 g/mol            Densidad a 20°C: 0.86 g/cm<sup>3</sup></p>	<p><i>Palmitico</i> C<sub>16</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub></p>
<p><b>OCTADECANOATO</b></p>		<p><i>Estearico</i> C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub></p>

<p align="center"><b>DE METILO</b> (<i>Estearato de Metilo</i>)</p> 	<p>Formula: <b>C<sub>19</sub>H<sub>38</sub>O<sub>2</sub></b>  Peso Molecular: 298.57  g/mol  Densidad a 40°C: 0.85  g/cm<sup>3</sup></p>	
<p align="center"><b>CIS-9-OCTADECANOATO DE METILO</b> (<i>Oleato de Metilo</i>)</p> 	<p>Formula: <b>C<sub>19</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub></b>  Peso Molecular: 296.50  g/mol  Densidad a 20°C: 0.87  g/cm<sup>3</sup></p>	<p><i>Oleico</i> C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub></p>
<p align="center"><b>9,12-OCTADECADIENATO DE METILO</b> (<i>Linoleato de Metilo</i>)</p> 	<p>Formula: <b>C<sub>19</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub></b>  Peso Molecular: 294.48  g/mol  Densidad a 20°C: 0.88  g/cm<sup>3</sup></p>	<p><i>Linoleico</i> C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub></p>
<p align="center"><b>9,12,15 - OCTADECATRIENATO DE METILO</b> (<i>Linolenato de Metilo</i>)</p>	<p>Formula: <b>C<sub>19</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub></b>  Peso Molecular: 292.46  g/mol  Densidad a 20°C:  0.88g/cm<sup>3</sup></p>	<p><i>Linolénico</i> C<sub>18</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub></p>

*Fuente: MERCK*

De cada uno de los ácidos que componen el aceite de palma se deriva un correspondiente metil ester, por lo tanto al observar la composición en ácidos grasos mostrada en la tabla 1, es posible identificar los metil ester obtenidos en la transesterificación. En la tabla 2 se muestran algunas propiedades de estos metil ester.

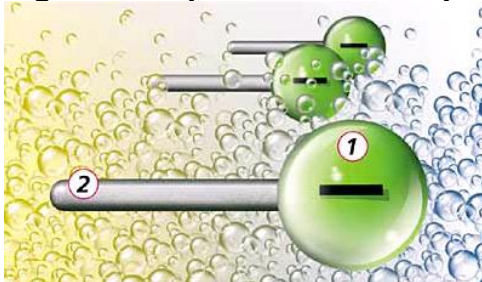
Junto con los ácidos grasos es importante considerar las demás sustancias que componen el aceite de palma. Principalmente las vitaminas A, E y la

glicerina, debido a que afectan la composición de la mezcla de metil esteres obtenida y perjudican su uso como materia prima de tensoactivos.<sup>3</sup>

## 1.4 TENSOACTIVOS

Los tensoactivos son agentes activos superficiales o surfactantes, estos incluyen dispersantes, agentes emulsionantes, jabones y detergentes, capaces de disminuir la tensión superficial e interfacial de sus soluciones acuosas<sup>4</sup>. Son moléculas compuestas de dos partes, una polar (hidrófila), y otra apolar (lipófila), figura 2. La parte polar posee afinidad por los solventes polares, particularmente el agua, mientras que la parte apolar tiene afinidad a los solventes orgánicos, en particular los hidrocarburos, aceites y grasas.

**Figura 2. Representación esquemática de los tensoactivos**



1 Parte polar (hidrófila)

2 Parte apolar (lipófila)

*Fuente: EUCERIN*

<sup>3</sup> SALAGER, Jean Louis y FERNANDEZ Álvaro. Modulo de enseñanza en fenómenos interfaciales. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, escuela de Ingeniería Química. Mérida -Venezuela, 2004.

<sup>4</sup> SALAZAR, Javier y RAMOS Germán. Obtención y evaluación de surfactantes sulfonados a partir de ácido oleico comercial. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química, 2001.

La producción de tensoactivos o surfactantes es realizada mediante diferentes procesos como sulfonación, sulfatación, saponificación, etoxilación, entre otros. Son utilizadas materias primas de origen animal o vegetal como carbohidratos, péptidos, aceites y grasas, y otras provenientes de la industria del petróleo u obtenidas en forma sintética.

A través de la sulfonación de metil ester de aceite de palma, se obtienen surfactantes aniónicos, considerados ingredientes activos para productos de limpieza, lavado y lubricantes. Estos surfactantes tienen óptima detergencia especialmente en aguas duras y son compuestos con alto grado de biodegradabilidad.

## **2. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

El desarrollo del trabajo consta de cinco etapas. La primera de ellas, comprende la identificación de las propiedades fisicoquímicas que caracterizan la materia prima a sulfonar en la fabricación de tensoactivos. En la segunda etapa es realizado un análisis de los métodos de purificación y acondicionamiento de metil esterés. Considerando la información de la fase inicial, fue realizada una primera caracterización, que corresponde a la tercera etapa de la metodología. Luego se desarrolló el método de purificación y acondicionamiento escogido bajo el análisis de la segunda etapa. Finalmente, como último paso es desarrollado el proceso de caracterización final, con el fin de comprobar que los metil esterés cumplen con los parámetros establecidos como materia prima de tensoactivos. La figura 3 muestra la metodología a desarrollar.

### **2.1 METODOLOGÍA**

#### **2.1.1 Etapa 1. Identificación de propiedades fisicoquímicas**

Es necesario realizar una identificación preliminar de las propiedades fisicoquímicas que determinan el uso de los metil esterés en procesos de sulfonación. El porcentaje de compuestos insaturados, así como no saponificables (gomas, albuminoides, terpenos, carotenos, pigmentos, carbohidratos) debe ser bajo, este grado de pureza de los metil esterés se refleja en parámetros como el índice de yodo, el cual debe ser menor que 1. La pureza requerida implica también un peso de insaturados menor al 5% y

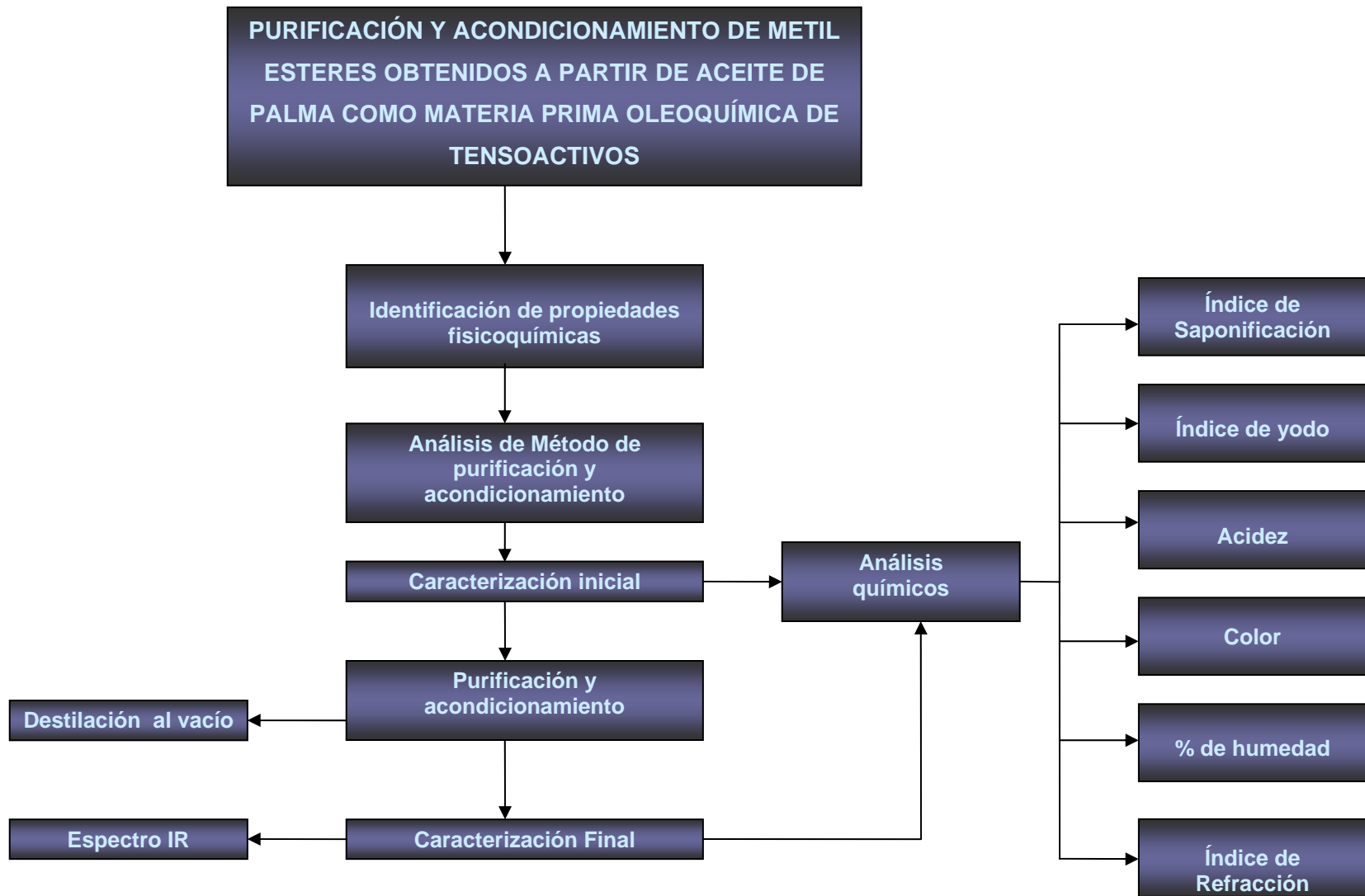
un contenido de humedad menor al 2%.<sup>5</sup> En el anexo A, son presentadas las propiedades de ciertos Metil Esteres utilizados para este fin. Algunos comercializados por compañías como STEPAN, PROCTER & GAMBLE y KAO Corporación<sup>6</sup>.

---

<sup>5</sup> CASTAÑEDA, William y RIVAS, Ana Isabel. Dimensionamiento de un sistema para la sulfonación de Esteres Metílicos de aceite de palma a nivel laboratorio. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Ingeniería Química, 2004.

<sup>6</sup> Disponible en: [www.stepan.com](http://www.stepan.com), [www.chemical.kao.co](http://www.chemical.kao.co) y [www.ballestra.com](http://www.ballestra.com)

Figura 3. Metodología para desarrollo del trabajo



Considerando esta información, se concluye que para sulfonación son requeridos Metil esterres que cumplan primordialmente con los siguientes parámetros:

- Alto índice de saponificación
- Bajo índice de yodo
- Acidez baja
- Contenido de humedad menor al 2%
- Color: líquidos claros o incoloros

### **2.1.2 Etapa 2. Método de purificación y acondicionamiento**

La purificación y acondicionamiento de los metil esterres de aceite de palma es realizada con el fin de eliminar las sustancias que perjudican las propiedades de los mismos como materia prima de tensoactivos. Existen diversos tipos de purificación y acondicionamiento de metil esterres, entre ellos:<sup>7</sup>

- Cromatografía
- Cristalización
- Destilación al vacío

La destilación al vacío fue escogida como método de purificación y acondicionamiento, por ser el proceso más viable a escala laboratorio y el de mayor disponibilidad.

---

<sup>7</sup> MIRASOLAIN, Ainoa. Las grasas como materia prima. España: Universidad de Almería. 1998.

SALAZAR, Javier y RAMOS Germán. Obtención y evaluación de surfactantes sulfonados a partir de ácido oleico comercial. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química, 2001.

### **2.1.3 Etapa 3. Caracterización inicial**

Con el fin de obtener metil esteres como materia prima oleoquímica de tensoactivos, se trabajó con cinco muestras de metil esteres que fueron lavadas previamente por distintos métodos. A continuación son descritos los ensayos realizados para la caracterización de las muestras mencionadas.

#### **2.1.3.1 Método de determinación del índice de saponificación**

El valor de saponificación es una cantidad de los grupos álcali reactivos en la molécula del producto oleoquímico. Es definido como la cantidad de álcali que reacciona con los ácidos grasos; se expresa como los miligramos de hidróxido de potasio que pueden reaccionar con un gramo de muestra. El ensayo consiste en saponificar completamente una cantidad pesada en forma exacta de la muestra a ensayar mediante un exceso de solución alcohólica de hidróxido de potasio, valorando luego dicho exceso de solución alcalina con ácido clorhídrico 0.5N. Esta prueba fue realizada con base en la NORMA TECNICA COLOMBIANA (NTC) 335 (Primera actualización).

#### **Materiales**

- Placa de calentamiento, balanza analítica, matraz con refrigerante esmerilado, bureta graduada, pipetas volumétricas, ayudantes de ebullición.

#### **Reactivos**

- Solución 0.5N de ácido clorhídrico
- Solución alcohólica de hidróxido de potasio
- Solución de fenolftaleína al 1% en alcohol etílico de 95%

#### **Procedimiento**

La muestra a ensayar debe estar perfectamente limpia y seca. Se pesan 2 a 3 gramos de muestra con la precisión del miligramo en un matraz de 500 cm<sup>3</sup> de capacidad, atendiendo que la cantidad de muestra sea tal que consuma aproximadamente el 50% del total del álcali agregado. Se agregan 25 cm<sup>3</sup> de la solución alcohólica de hidróxido de potasio, medido con una pipeta volumétrica y algunas ayudas de ebullición.

Se conecta el matraz a un refrigerante de reflujo provisto de unión esmerilada y se calienta a ebullición en un baño maría durante 60 minutos. Se suspende el calentamiento y de inmediato se añade 1 ml de solución de fenolftaleína y se valora con ácido clorhídrico 0.5N empleando bureta graduada, hasta desaparición de la coloración rosada. Paralelamente se realiza un ensayo en blanco. El índice de saponificación se calcula mediante la ecuación 1.

$$I = \frac{(V_{\text{Blanco}} - V_{\text{Muestra}}) * C_{\text{HCL}} * 56.1}{m}$$

**Ecuación 1. Índice de Saponificación**

Donde:

I: índice de saponificación

V<sub>Blanco</sub>: volumen en cm<sup>3</sup> de solución de ácido clorhídrico gastados en la titulación del blanco

V<sub>Muestra</sub>: volumen en cm<sup>3</sup> de solución de ácido clorhídrico gastados en la titulación de la muestra.

C<sub>HCL</sub>: normalidad de la solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración

m: peso en gramos de la muestra

56.1: peso molecular del KOH

### **2.1.3.2 Método de determinación del índice de yodo**

Este análisis determina el grado de instauración de aceites y sus derivados industriales. Se expresa como el contenido de centigramos de yodo absorbidos

por gramo de muestra. Consiste en someter una cantidad exactamente pesada de muestra, a la acción del reactivo de Wijs (solución de monoclóruo de yodo en ácido acético) y luego valorar el exceso, mediante el ejemplo de solución de tiosulfato de sodio. Se debe hacer blanco. Esta prueba se realizó de acuerdo con la norma NTC 283 (Primera actualización).

#### **Figura 4. Determinación**

##### **Índice de yodo**



#### **Materiales**

- Balanza analítica, erlenmeyer de 500 cm<sup>3</sup> con tapa, pipetas volumétricas de 25, 20, 10 y 2 cm<sup>3</sup>, probeta de 100 cm<sup>3</sup>, bureta graduada, plancha de agitación y agitador magnético.

#### **Reactivos**

- Solución de almidón recientemente preparada. Se pesa 1 gramo de almidón soluble y se diluye en 100 cm<sup>3</sup> con agua hervida, se lleva a ebullición, y se enfría a temperatura ambiente antes de emplearla.
- Solución de yoduro de potasio. Se disuelve 15 gramos de yoduro de potasio puro en 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada.

- Cloroformo
- Solución Wijs
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1N

### Procedimiento

En cada ensayo debe realizarse el blanco. Todo el equipo de vidrio utilizado debe estar perfectamente limpio y seco. Se pesa la muestra de acuerdo en lo indicado en la tabla 3, se introduce en un matraz de 500 cm<sup>3</sup> con tapón y se agrega la cantidad de solvente también indicada en la tabla 3. La cantidad de muestra tomada debe ser tal que la cantidad de solución de Wijs añadida asegure un exceso de 50 a 60%.

**Tabla 3. Relación entre cantidad de muestra, índice de yodo y cantidad de solvente**

Índice de yodo esperado	Cantidad de muestra (g)	Volumen de Solvente (cm <sup>3</sup> )
< 1.5	15.00	25
1.5 a 2.5	10.00	25
2.5 a 5	3.00	20
5 a 20	1.00	20
20 a 50	0.4	20
50 a 100	0.2	20
100 a 150	0.13	20
150 a 200	0.10	20

Con una pipeta volumétrica se añaden 25 cm<sup>3</sup> de la solución de Wijs al matraz que contiene la muestra y se agita; se deja en reposo y en la oscuridad por 30 minutos a una temperatura de 25 – 30 °C. Se adiciona 20 cm<sup>3</sup> de solución de yoduro de potasio al 15% y 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada lavando el tapón y la boca del erlenmeyer. Adicionar 2 cm<sup>3</sup> de solución de almidón. Titular con solución de tiosulfato 0.1N empleando bureta graduada hasta que casi desaparezca el color

amarillo. Adicionar nuevamente 2 cm<sup>3</sup> de solución de almidón y continuar la valoración hasta que desaparezca el color azul y la solución se vuelva incolora. El índice de yodo se calcula mediante la ecuación 2.

$$I = \frac{(V_{\text{Blanco}} - V_{\text{Muestra}}) * C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} * 12.69}{m} \quad \text{Ecuación 2. Índice de yodo}$$

Donde:

I: índice de yodo de la muestra ensayada

V<sub>Blanco</sub>: cm<sup>3</sup> de tiosulfato 0.1N gastados en la titulación del blanco

V<sub>Muestra</sub>: cm<sup>3</sup> de tiosulfato 0.1N gastados en la titulación de la muestra

C<sub>Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub>: normalidad de la solución de tiosulfato

m: peso de la muestra en gramos

12.69: peso molecular del yodo

### 2.1.3.3 Método de determinación del porcentaje de acidez

Este método esta basado en la norma NTC 218. Consiste en someter una cantidad de muestra y determinar los ácidos grasos libres que han sido solubilizados en alcohol neutralizado y caliente. Mediante el empleo de álcali se neutralizan los ácidos grasos libres presentes en la solución. Con este valor se calcula el porcentaje de ácidos grasos libres correspondientes a la muestra ensayada.

**Figura 5. Determinación  
porcentaje de acidez**



## Materiales

- Balanza analítica, erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup>, bureta graduada, plancha de calentamiento, plancha de agitación y agitador magnético.

## Reactivos

- Etanol al 95% en volumen
- Hidróxido de sodio o de potasio en las concentraciones indicadas en la tabla 4.
- Fenolftaleina en solución al 1% en alcohol de 95% en volumen
- Solución de azul de álcali 6B o timolftaleina

**Tabla 4. Sustancias que deben emplearse en la determinación de acidez**

Ac. Grasos libres (%)	Cantidad de muestra (g)	Alcohol (cm <sup>3</sup> )	Concentración del álcali
0.0 a 0.2	56.4 a 0.2	50	0.1N
0.2 a 1	28.2 a 0.2	50	0.1N
1 a 30	7.05 a 0.05	75	0.25N
30 a 50	7.05 a 0.05	100	0.25N ó 1N
50 a 100	3.525 a 0.001	100	1N

## Procedimiento

Se pesa una cantidad adecuada de muestra, de acuerdo con lo indicado en la tabla 4 y se coloca en el erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup>. La muestra tomada en el ensayo y la concentración del álcali deben ser tales que el volumen de álcali utilizado en la neutralización no exceda los 10 cm<sup>3</sup>. En otro erlenmeyer se coloca el volumen de etanol indicado en la tabla 4, se lleva a ebullición, y se neutraliza con solución 0.1N de álcali usando 0.5 cm<sup>3</sup> del indicador escogido.

Se vierte el etanol neutralizado sobre la muestra pesada y se mezcla el contenido. Se lleva a ebullición y mientras esta lo mas caliente posible se titula con la solución de álcali, agitando vigorosamente durante la titulación. El punto final de la titulación se alcanza cuando la adición de una gota de álcali produce un ligero pero definido cambio de color rosa que persiste por lo menos durante 30 segundos. La acidez se calcula mediante la ecuación 3.

$$\% A = \frac{C_{\text{NaOH}} * V_{\text{NaOH}} * 256}{10 * m}$$

### **Ecuación 3. Porcentaje de acidez**

Donde:

$V_{\text{NaOH}}$ : volumen de solución de hidróxido de sodio empleado en el ensayo en  $\text{cm}^3$ .

$C_{\text{NaOH}}$ : normalidad de la solución de hidróxido de sodio empleado en el ensayo.

$m$  = masa de la muestra en gramos.

256 = peso molecular del ácido palmitico.

#### **2.1.3.4 Método de determinación de humedad y sustancia volátiles**

Este método consiste en eliminar el agua y las sustancias volátiles presentes en una muestra mediante la utilización de calor moderado aproximadamente  $101 \pm 1^\circ\text{C}$ . Este ensayo se hizo de acuerdo a la norma NTC 287 (segunda actualización).

#### **Materiales**

- Balanza analítica, plancha de calentamiento, desecador.

#### **Reactivos**

En este caso específicos no se utilizan ningún tipo de reactivos.

#### **Procedimiento**

Se pesa con exactitud en un cristizador tarado, de 5 a 20 g. de muestra. Se coloca el cristizador en la plancha de calentamiento y se agita en forma continua y cuidadosa hasta eliminar burbujas. La muestra se enfría en un desecador y se pesa nuevamente. El contenido de humedad y sustancias volátiles expresado en porcentaje en peso se calcula mediante la ecuación 4.

$$H = \frac{(M_1 - M_2) * 100}{M_1}$$

**Ecuación 4. Contenido de Humedad y sustancias volátiles**

Donde:

H: contenido de humedad y de sustancias volátiles expresado en porcentaje

M<sub>1</sub>: peso inicial de la muestra en gramos

M<sub>2</sub>: peso de la muestra después del ensayo en gramos

### 2.1.3.5 Método de determinación de color

Este método determina el color por comparación con vidrios de colores patrón, de intensidad conocida. Este método esta basado en la norma NTC 564.

**Figura 6. Colorímetro LOVIBOND**



### Aparatos

- Colorímetro de Lovibond: constituido por una caja cerrada de interior blanco opaco en la cual no debe penetrar la luz y contiene:

Sistema iluminación: compuesto por una fuente luminosa cuya luz atraviesa un sistema de filtros que convierten la luz de la fuente en luz día estandarizada, que incide sobre una superficie blanca de carbonato de magnesio.

Una caja que contiene los soportes corredizos de las tres series de vidrios: amarillo, rojo, azul.

Un tubo de absorción que lleva en el extremo exterior inferior dos espejos colocados formando un ángulo de  $45^{\circ}$  con la visual.

Juego de cubetas de tipo horizontal de vidrio incoloro liso y pulido, de caras paralelas de las siguientes dimensiones:

Altura 37 a 39 mm, ancho 13 a 14 mm, longitud 133.35 mm

### **Procedimiento**

Las cubetas empleadas se deben limpiar y secar antes de cada determinación. Los vidrios tipo, espejos y los filtros azules se deben mantener limpios y libres de películas de aceite.

Se llena la cubeta con la muestra y se coloca dentro del colorímetro. Con ayuda de los soportes corredizos se van colocando los vidrios tipo, primero la base de amarillo y luego los vidrios rojos y azules, para obtener una combinación de vidrios tal que se produzca un color igual o lo más aproximado posible al de la muestra de ensayo, observada a través del tubo de observación.

### **Interpretación de resultados**

Para expresar el resultado se suman separadamente los colores correspondientes a los vidrios amarillos, rojos y azules empleados y se indican los valores y el nombre del color correspondiente y en el siguiente orden: amarillo, rojo y azul.

## 2.1.4 Etapa 4. Purificación y acondicionamiento

### 2.1.4.1 Destilación al vacío

Esta técnica es empleada para eliminar las impurezas y los insaponificables que acompañan a los metil esteres dándoles un color oscuro. Fue utilizada la destilación al vacío considerando que los metil esteres no pueden purificarse por destilación a presión ordinaria, debido a que se descomponen a temperaturas cercanas a su punto de ebullición normal. Mediante esta técnica fueron separados los componentes en distintos cortes, aprovechando la diferencia en sus puntos de ebullición. En la tabla 5 son mostrados los puntos de ebullición de los metil esteres a 60 mmHg, que fue la presión de operación escogida según lo reportado en la literatura consultada <sup>8</sup> y considerando los resultados obtenidos en una experimentación preliminar.

#### Materiales

- Soportes, pinzas, manta de calentamiento, balón esmerilado de 3 bocas de 500 cm<sup>3</sup>, cabeza de destilación, termómetro, condensador, mangueras, codos, acoples y tapones de destilación.

**Tabla 5. Temperatura de ebullición de metil esteres**

Metil Ester	Temperatura de ebullición (°C)	
	a presión normal	a 60 mmHg
Mirístato	297.3	206.8

<sup>8</sup> W. Yuan, A.C. Hansen, Q. Zhang. Vapor pressure and normal boiling point predictions for pure methyl esters and biodiesel fuels: Fuel 84, 2005; pp. 943–950.

Palmítato	329.4	231.2
Estearato	349	255.4
Oleato	352.8	252.7
Linoleato	366	264.7
Linolenato	366	264.7

### Procedimiento

En un balón de ebullición de 3 bocas de 500 cm<sup>3</sup> son colocados 100 cm<sup>3</sup> de la muestra. Se emplea un balón de 250 cm<sup>3</sup> como colector. Es ajustada la presión de operación en la bomba de vacío y se inicia el calentamiento. La destilación es realizada sin necesidad de una ebullición vigorosa.

**Figura 7. Montaje de destilación al vacío**



#### 2.1.5 Caracterización final

A cada una de las muestras obtenidas en la destilación les fueron realizadas las pruebas de caracterización y espectrometría infrarrojo, con el objeto de confirmar que estas cumplen con las especificaciones requeridas.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1 Muestras de trabajo

**Figura 8. Muestras de trabajo**



**Tabla 6. Muestras de trabajo**

Muestra	Método de Tratamiento Preliminar	Cantidad (cm <sup>3</sup> )
1	Lavado con agua destilada a 50°C	171.16
2	Lavado con agua destilada a 80°C	145.65
3	Lavado con hexano	213.65
4	Neutralización con ácido sulfúrico	241.95
5	Sin lavado	150.12

#### 3.2 Resultados primera caracterización

En los resultados de la caracterización de las cinco muestras, tabla 7, se observa que las propiedades fisicoquímicas de los metil ésteres están dentro de los

parámetros reportados en la literatura para metil esteres de aceite de palma<sup>9</sup>. Sin embargo, aunque el índice de yodo y el color se encuentran en los rangos (de 42 a 56 para índice de yodo) no cumplen los requerimientos establecidos para sulfonación.

**Tabla 7. Resultados primera caracterización**

Muestras	1	2	3	4	5
<b>Propiedades</b>					
Índice de Saponificación	198,67	201,89	198,06	201,73	196,37
Índice de Yodo	54.1	54.05	52.75	54.9	54.23
Índice de Acidez (mg KOH/g ME)	0.136	0.157	0.0695	0.154	0.0624
Color Lovibond	12Y,15R	13Y,14R	15Y,15R	13Y,15R	20Y,17R
Contenido de humedad (% p/p)	0.084	0.074	0.096	0.115	0.152
Densidad a 25°C (g/ cm <sup>3</sup> )	0.86	0.85	0.85	0.87	0.85
Índice de Refracción	1.445	1.445	1.442	1.442	1.445

### 3.3 Purificación y acondicionamiento

En cada una de las destilaciones realizadas se obtuvieron dos fracciones, separadas mediante la diferencia de puntos de ebullición. La primera fracción es una mezcla de metil esteres recogida entre 225°C y 240°C. Observando la tabla 8 en donde se muestran los puntos de ebullición de los metil esteres y la composición en el aceite de palma del ácido graso a partir del cual se derivan, se concluye que la primera mezcla obtenida está constituida por miristato y palmitato de metilo, este último en mayor proporción.

<sup>9</sup> Disponible en [www.Mohtar.com](http://www.Mohtar.com)

La segunda fracción fue recogida entre 250°C y 260°C. La mezcla obtenida es rica en Oleato de Metilo y contiene también Estearato, Linoleato y Linolenato de metilo en menor proporción. Las cantidades recogidas de cada fracción son mostradas en la tabla 9 y en la figura 5, se observa que la fracción rica en oleato es en todos los casos la de mayor cantidad.

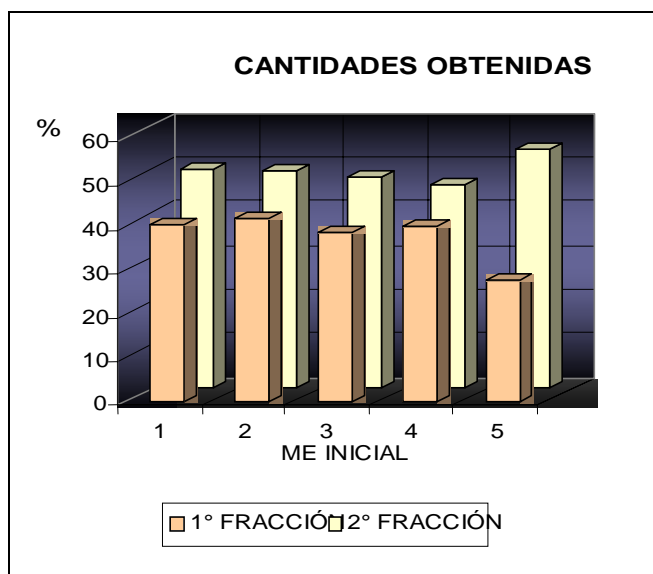
**Tabla 8. Puntos de ebullición de los metil esterres y composición en el aceite de palma del ácido graso del cual se derivan**

<b>Metil Ester</b>	<b>Temperatura de Ebullición a 60 mmHg (°C)</b>	<b>Composición del ácido graso de origen en el aceite de palma (%)</b>
Mirístato	206.8	0.78
Palmítato	231.2	39.96
Oleato	252.7	42.50
Estearato	255.4	4.96
Linoleato	264.7	10.30
Linolenato	264.7	0.11

**Tabla 9. Fracciones obtenidas de cada muestra mediante destilación al vacío**

<b>CANTIDADES OBTENIDAS (%)</b>		
<i>Muestra antes de la destilación</i>	<i>después de la destilación</i>	
	Fracción 1	Fracción 2
1	40,34	49,4
2	41,8	49,2
3	38,7	47,8
4	39,8	46,2
5	27,8	54

**Figura 9. Fracciones obtenidas de cada muestra mediante destilación al vacío**



Los metil esteres obtenidos mediante destilación son líquidos incoloros, como se observa en la figura 10. De esta forma se demuestra que mediante destilación al vacío es posible acondicionar el color de las muestras hasta el requerido.



**Figura 10. De izquierda a derecha. Muestra de metil ester antes de la destilación y las fracciones obtenidas mediante destilación al vacío**

### 3.4 Caracterización final

A continuación se presentan los resultados de las principales propiedades, se omiten los datos de las pruebas de índice de refracción y contenido de humedad, ya que estos se mantuvieron invariables con la caracterización previa. Para

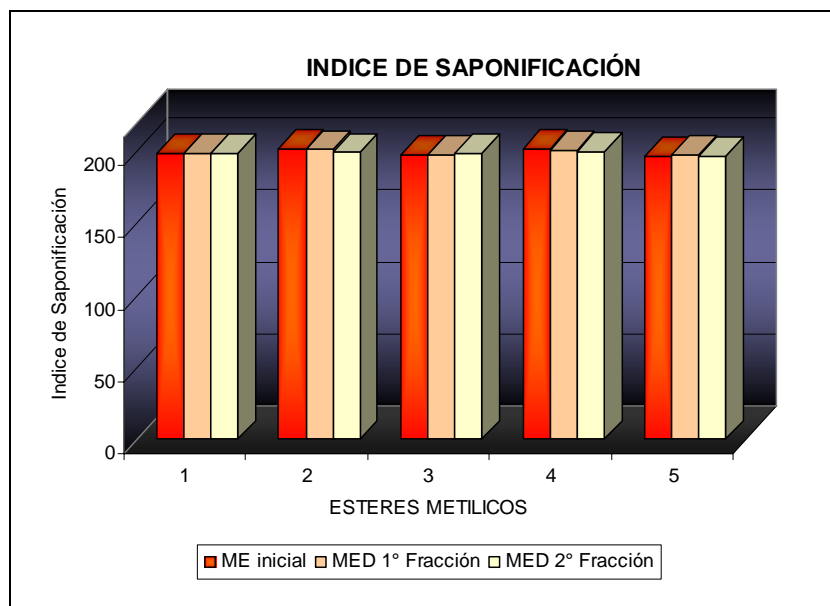
observar los cambios en las propiedades, se comparan los resultados con los obtenidos en la caracterización inicial.

Los resultados para la prueba de índice de saponificación, tabla 10 y figura 11 muestran que la destilación al vacío no afecto este parámetro debido a que no se observa alguna variación significativa. Los valores se mantienen dentro del intervalo establecido que es de 195 a 205.

**Tabla 10. Índice de saponificación antes y después de la destilación al vacío**

INDICE DE SAPONIFICACIÓN			
Muestra	antes de la destilación	después de la destilación	
		Fracción 1	Fracción 2
1	198,67	199,01	199,04
2	201,89	201,32	199,18
3	198,06	197,28	198,33
4	201,73	200,96	199,5
5	196,37	197,34	196,28

**Figura 11. Índice de saponificación antes y después de la destilación al vacío**

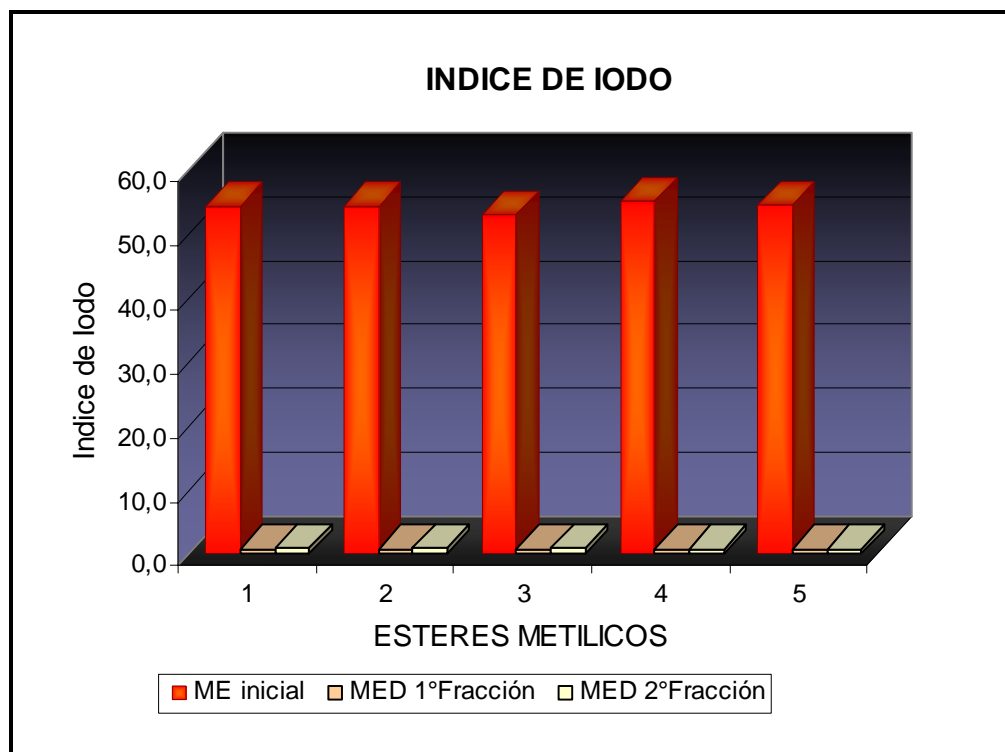


En el caso del índice de yodo por medio de la destilación al vacío este valor se redujo en forma aproximada en un 98%, logrando resultados menores a 1, tabla 11 y figura 8 que son satisfactorios de acuerdo a las especificaciones señaladas en la literatura consultada.

**Tabla 11. Índice de yodo antes y después de la destilación al vacío**

INDICE DE YODO			
	Muestra antes de la destilación	después de la destilación	
		Fracción 1	Fracción 2
1	54,1	0,824	0,836
2	54,1	0,830	0,837
3	52,8	0,830	0,837
4	54,9	0,825	0,830
5	54,2	0,825	0,833

**Figura 12. Índice de yodo antes y después de la destilación al vacío**

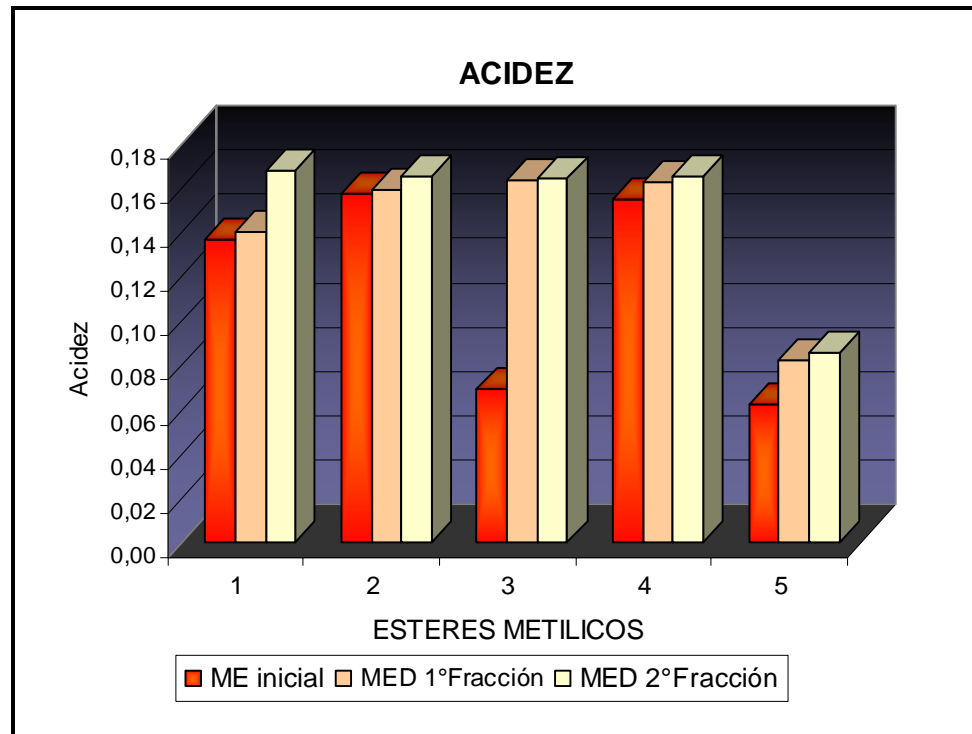


Aunque los resultados muestran un aumento en el valor de la acidez en las muestras destiladas, tabla 12 y figura 13 este cambio no es significativo y los resultados se encuentran dentro de los rangos, que establecen un valor de acidez menor a 1.

**Tabla 12. Acidez antes y después de la destilación al vacío**

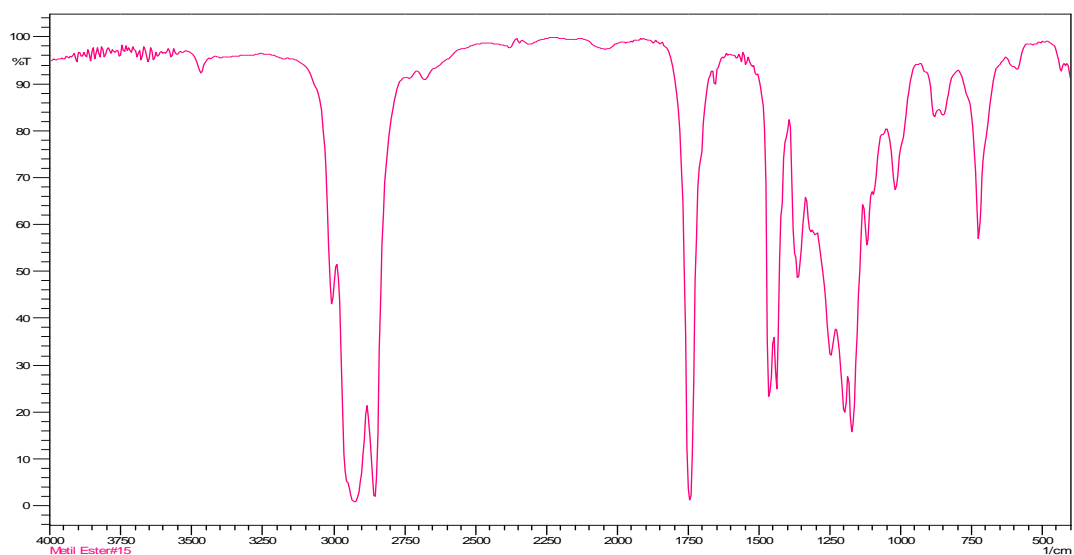
INDICE DE ACIDEZ			
Muestra antes de la destilación	después de la destilación		
		Fracción 1	Fracción 2
1	0,136	0,140	0,167
2	0,157	0,159	0,165
3	0,069	0,163	0,164
4	0,154	0,162	0,165
5	0,062	0,082	0,085

**Figura 13. Acidez antes y después de la destilación al vacío**

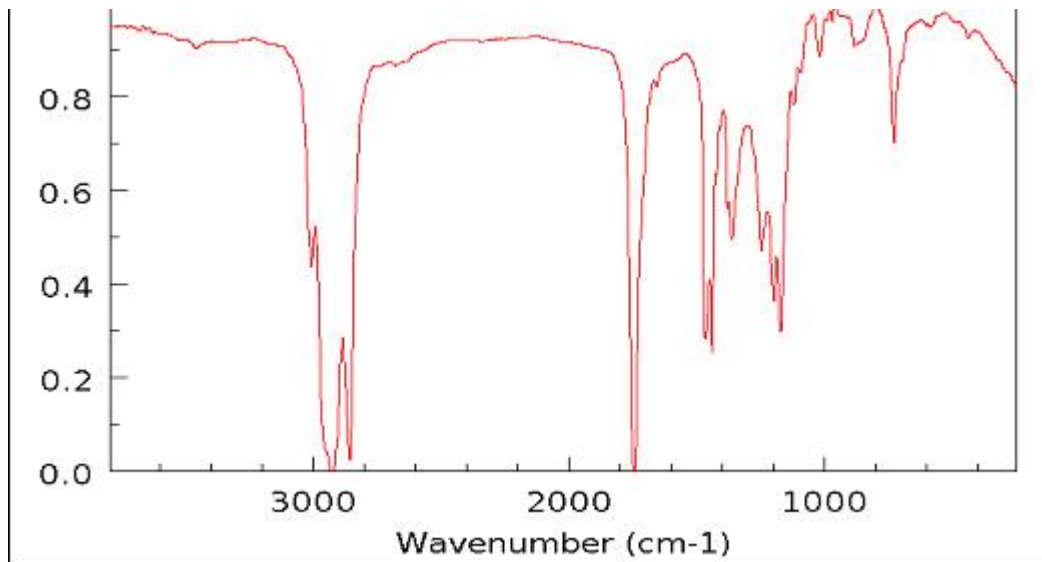


Adicionalmente a las pruebas de caracterización las 10 muestras de metil esterres destilados fueron sometidas a espectro infrarrojo (IR). En forma cualitativa se compararon los espectros IR con los reportados en la literatura consultada, la presencia en cada caso de los picos característicos confirman que las muestras corresponden a los metil esterres mencionados.

A continuación se muestra en la figura 14 el espectro IR de uno de los metil esterres destilados que corresponde a una mezcla rica en oleato y en la figura 15 el espectro de este metil ester encontrado en la literatura examinada. Los espectros IR de las demás muestras se presentan en el anexo C.



**Figura 14. Espectro IR de la fracción de ME rica en Oleato de metilo obtenida mediante destilación de la muestra 1**



**Figura 15. Espectro IR del Oleato de metilo**

*Fuente: <http://webbook.nist.gov>*

**Figura 16. Espectro IR de la fracción de ME rica en Palmitato de metilo obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 1**

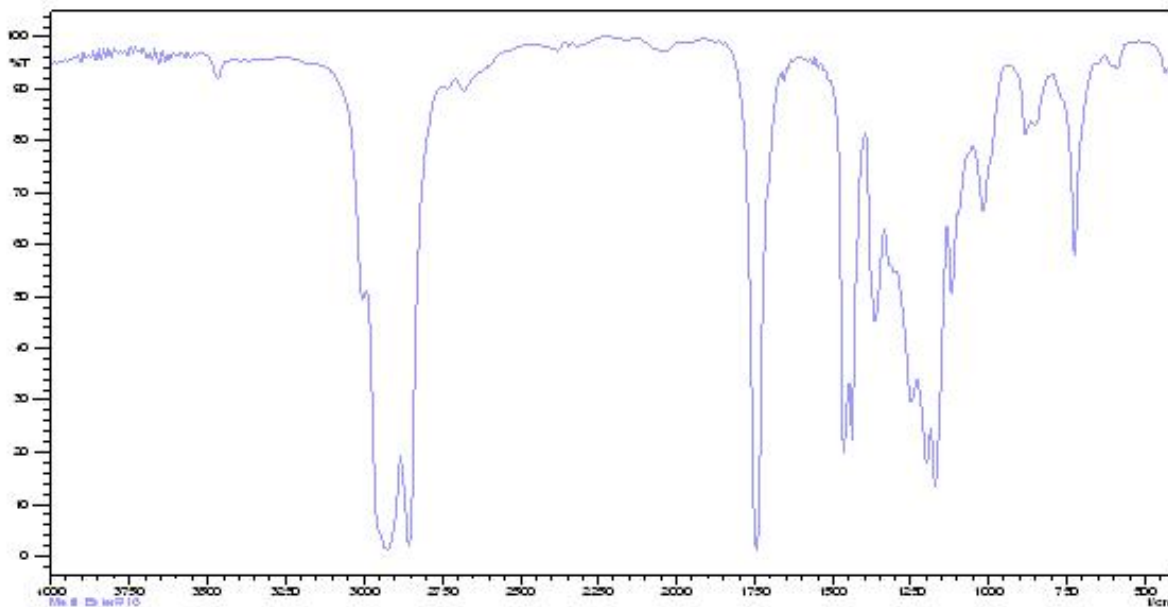
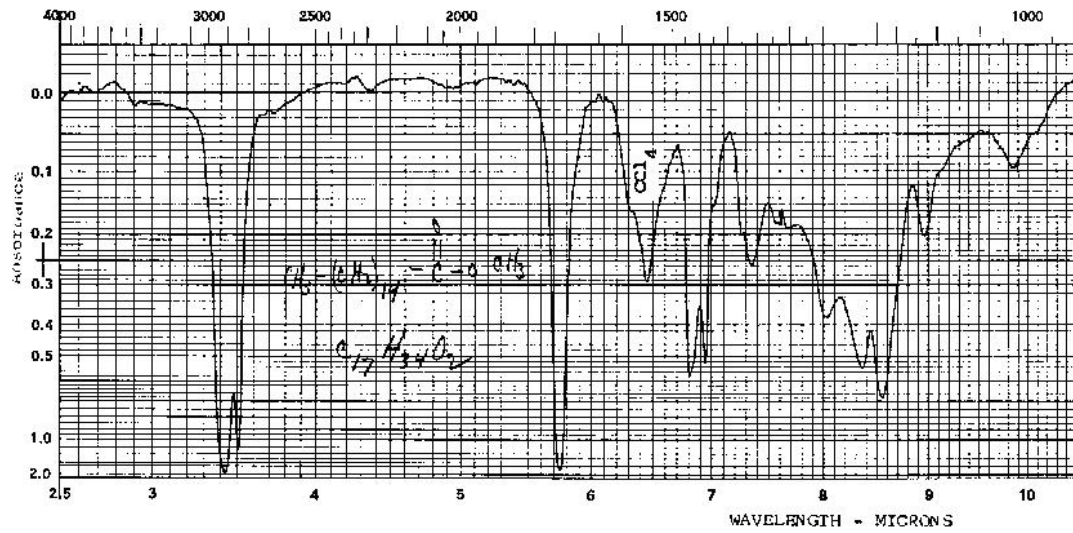


Figura 17. Espectro IR del Palmitato de metilo



Fuente: <http://webbook.nist.gov>

## **CONCLUSIONES**

Los metil esteres utilizados como materia prima para la sulfonación en la fabricación de tensoactivos deben cumplir con las siguientes características fisicoquímicas: 1) alto índice de saponificación, 2) índice de yodo menor a 1, 3) acidez menor a 1, 4) baja humedad y 5) no deben presentar ningún tipo de coloración.

Los metil esteres de aceite de palma tienen un alto potencial como materia prima para sulfonar, sin embargo, es necesario someterlos a un proceso de purificación y acondicionamiento para disminuir el índice de yodo y el color.

La destilación al vacío es una alternativa viable para la purificación y acondicionamiento de metil esteres de aceite de palma a escala laboratorio, debido a que permite retirar las sustancias insaturadas y no saponificables como carotenos y pigmentos, haciendo de los metil esteres de aceite de palma materia prima apta para la obtención de tensoactivos mediante sulfonación.

## BIBLIOGRAFIA

ANDERSEN, A. Refining of Oils and Fats for Edible Purposes. Oxford: 1962.

BENJUMEA, Pedro, AGUDELO, John y CANO, Gabriel. Estudio Experimental de las Variables que Afectan la Reacción de Transesterificación del Aceite Crudo de Palma para la Producción de Biodiesel. Scientia et Technica. No 24, Mayo 2004. UTP.

CASTAÑEDA, William y RIVAS, Ana Isabel. Dimensionamiento de un sistema para la sulfonación de Esteres Metálicos de aceite de palma a nivel laboratorio. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Ingeniería Química, 2004.

CENIPALMA. <http://www.cenipalma.org>

CHUANG, Meng-Han y BRUNNER, Gerd. Concentration of minor components in crude palm oil. J. of Supercritical Fluids, 2005

FEDEPALMA. <http://www.fedepalma.org>

H.B.W. Patterson. Bleaching and Purifying fats and oils. USA: American Oil Chemists Society, 1992.

INDUPALMA. <http://www.indupalma.com>

J. POKORNY, L. KALINOVA and P. DYSSELER. Determination of chlorophyll pigments in crude vegetable oils: Pure & Appl. Chem. Vol. 67 (10), 1995.

KNOTHE, G., DUNN, R. O., BAGBY, M. O.; Biodiesel: The use of Vegetable Oils and Their Derivatives as Alternative Diesel Fuels; National Center for Agricultural Utilization Research, U.S. Department of Agriculture.

L. TAU YEE, L. JING LIANG and C. BING HUNG. Solubilization of Selected Free Fatty Acids in Palm Oil by Biodegradable Ethoxylated Surfactants. J. Agric. Food Chem. Vol 53, 2005.

LAROSA, Rodolfo. Proceso para la producción de Biodiésel (Metilester o esteres metílicos de ácidos grasos). En revista: Panorama Energético, Enero 2003.

LIANG, Yung Chee. Et al. The effect of natural and synthetic antioxidants on the oxidative stability of palm diesel. Fuel 85 (2006) 867–870.

MEGAHED, Mohamed. Preparation of sucrose fatty acid esters as food emulsifiers and evaluation of their surface and emulsification properties: GRASAS Y ACEITES: Vol.50 Fasc.4, 1999.

MIRASOLAIN, Ainoa. Las grasas como materia prima. España: Universidad de Almería. 1998.

NAVAS, Fernando y RUEDA, José Manuel. Selección y ensayo como diesel de Mezclas de Aceites Vegetales, Alcohol Etilico y ACPM. UIS, Bucaramanga.

PARADIS, A. y NAWAR, W. A Gas Chromatographic Method for the Assessment of Used Frying Oils: Comparison with other Methods. Journal of the American Oil Chemists Society. May, 1981.

QUIÑONEZ, L. Y MATEUS, O. Dimensionamiento y montaje de un reactor piloto para la obtención de biodiesel a partir de aceites vegetales gastados. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química, 2003.

RODRÍGUEZ, Miguel Ángel y GALVIS, Carlos. Diseño de columnas de destilación para el montaje de un laboratorio de purificación de algunos solventes comerciales en la UIS. Bucaramanga, 1980.

SALAGER, Jean Louis y FERNANDEZ Álvaro. Modulo de enseñanza en fenómenos interfaciales. Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, escuela de Ingeniería Química. Mérida -Venezuela, 2004.

SALAZAR, Javier y RAMOS Germán. Obtención y evaluación de surfactantes sulfonados a partir de acido oleico comercial. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química, 2001.

W. Yuan, A.C. Hansen, Q. Zhang. Vapor pressure and normal boiling point predictions for pure methyl esters and biodiesel fuels: Fuel 84, 2005.

[www.agrocadenas.com](http://www.agrocadenas.com)

[www.ballestra.com](http://www.ballestra.com)

[www.chemical.kao.co](http://www.chemical.kao.co)

[www.eucerin.com](http://www.eucerin.com)

[www.henkel.com](http://www.henkel.com)

[www.webbook.nist.gov](http://www.webbook.nist.gov)

[www.oleochemical.aocs.org](http://www.oleochemical.aocs.org)

[www.stepan.com](http://www.stepan.com)

Y. A. TAN, C. L. CHONG, K. S. LOW. Crude palm oil characteristics and chlorophyll content: Wiley InterScience, 1997.

**ANEXO A.**  
**PROPIEDADES DE METIL ESTERES COMERCIALIZADOS**

Tabla A1. Propiedades de metil esteres comercializados

PROPIEDADES DE ME COMERCIALIZADOS													
METIL ESTER PROPIEDADES	Stein <sup>1</sup>	Henkel <sup>2</sup>	Arthur, Brooks y Sheats <sup>3</sup>				STEPAN <sup>4</sup>			PROCTER & GAMBLE <sup>5</sup>			KAO <sup>6</sup>
			CE 1270	AS 16	1618	2204	C 25	C 40	C 65	CE 1618	CE 1695	CE 1897	EXCEP ARLMS
Índice de Saponificación	196	197-200	252	197	191	-	332	262	199	60	-	190-200	189-195
Índice de Yodo (cg I/g ME)	0.3	0.5	0.1	0.39	0.19	0.13	0.4	0.1	40	60-70	1.0	80-90	0.7
Acidez (mg KOH/g ME)	0.6	0.1	0.15	0.5	3.8	0.4	0.5	0.5	0.5	1.0	1.0	1.0	1
Contenido de humedad (% p/p)	0.1	-	0.13	0.18	0.19	0.04	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	-
Apariencia a 25°C	-	-	-	-	-	-	Liq. claro	Liq. claro	Liq. claro	-	-	-	Sólido Blanco
Densidad a 25°C (g/cm <sup>3</sup> )	-	-	-	-	-	-	0.87	0.86	0.87	-	-	-	-

1. Metil ester de aceite de Sebo utilizado por Stein y Baumann para pruebas iniciales de sulfonación.
2. Metil Ester derivado de la estearina de palma producido por HENKEL.

3. Metil Ester utilizado Arthur, Brooks y Sheats para sulfonación.
4. Metil Ester comercializado STEPAN
5. Metil Ester comercializado PROCTER & GAMBLE
6. Metil Ester comercializado KAO Corporation

**ANEXO B.**  
**PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN SECUNDARIAS**

## B1. Determinación de Densidad por el Método de Hidrómetro

### Materiales

Probeta de 100 cm<sup>3</sup>, termómetro, hidrómetro.

### Procedimiento

Se coloca la muestra en la probeta de 100 cm<sup>3</sup> procurando no agitarla y se introduce el hidrómetro/densímetro sin tocar las paredes de la probeta. La lectura de la densidad se hace después de que el hidrómetro se mantenga en equilibrio. También se debe registrar la temperatura de la muestra. El resultado reportado es el obtenido mediante el promedio de dos mediciones en cada caso.



**Figura B1. Determinación de la densidad**

## B2. Determinación del índice de refracción

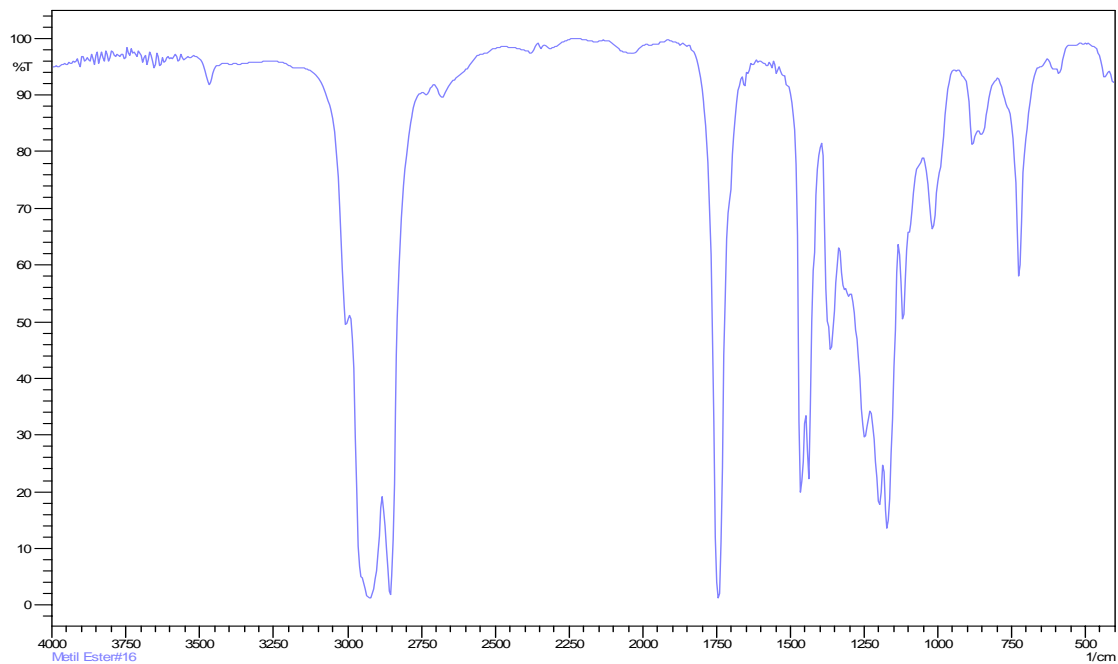
El índice de refracción (n) mide la mayor o menor refracción sufrida por la luz. Las mediciones fueron efectuadas utilizando un refractómetro de tipo Abbé, y con base a la norma NTC 289 (Segunda actualización).

**Tabla B2. Resultados índice de refracción**

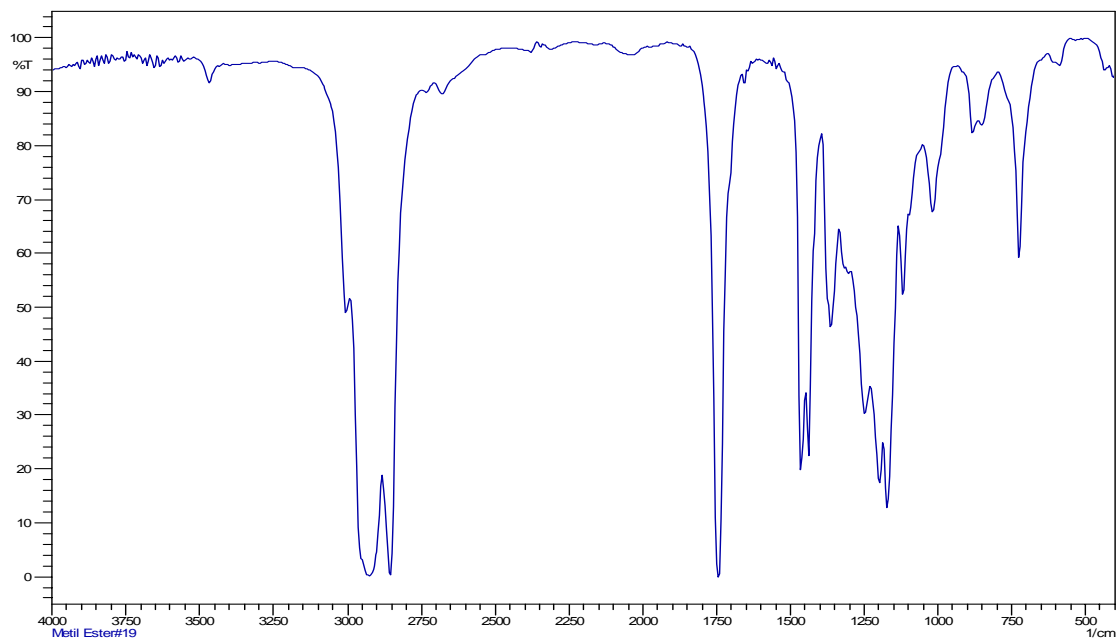
INDICE DE REFRACCIÓN			
<i>Muestra antes de la destilación</i>		<i>después de la destilación</i>	
		Fracción 1	Fracción 2
1	1.445	1.441	1.442
2	1.445	1.441	1.441
3	1.442	1.439	1.441
4	1.442	1.439	1.438
5	1.445	1.441	1.442

**ANEXO C.**  
**ESPECTROS INFRARROJOS**

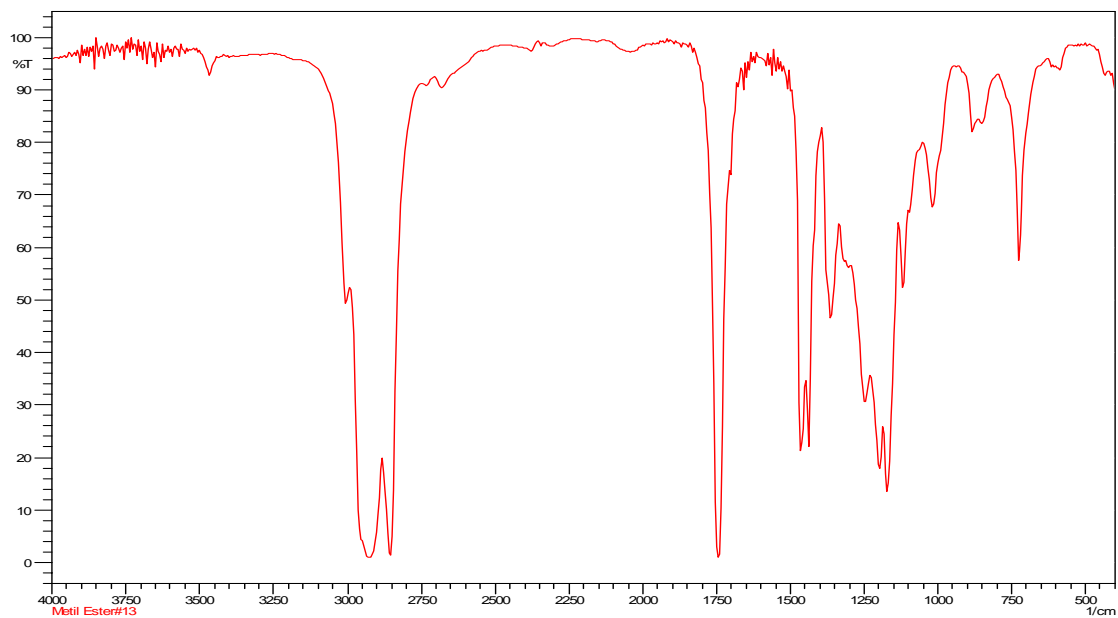
**Figura C1. Espectro IR de la primera fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 1**



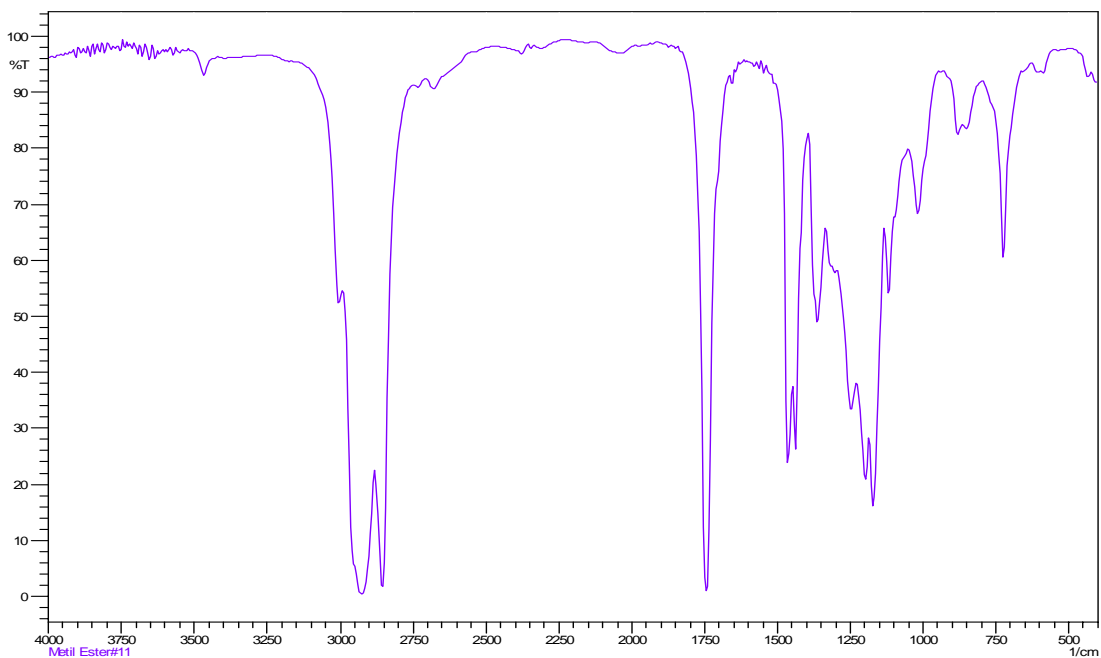
**Figura C2. Espectro IR de la primera fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 2**



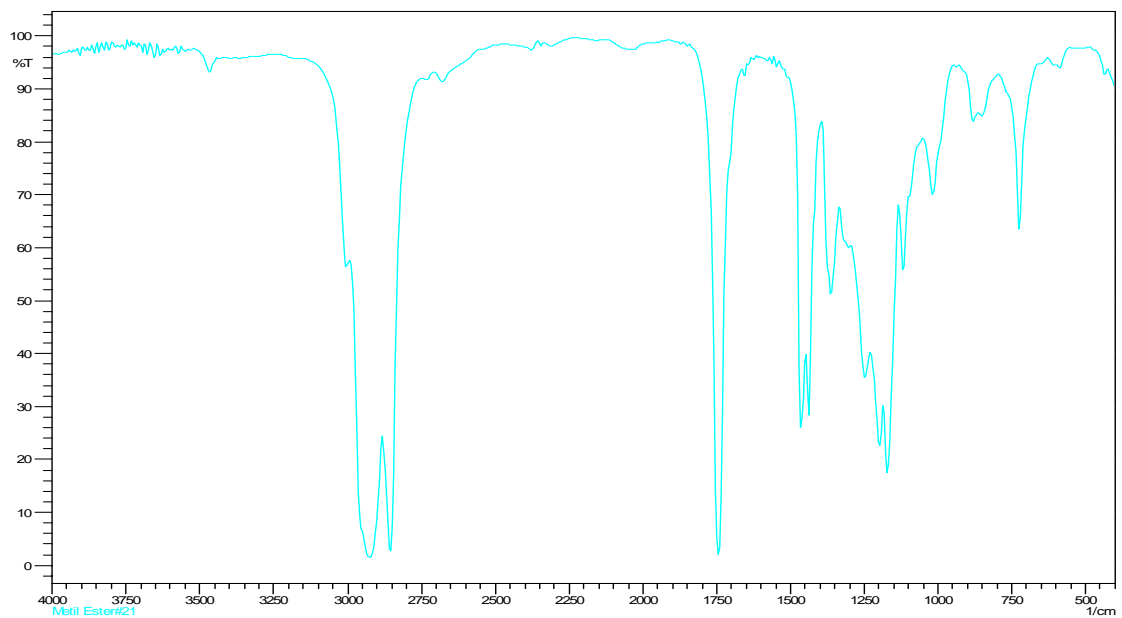
**Figura C3. Espectro IR de la primera fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 3**



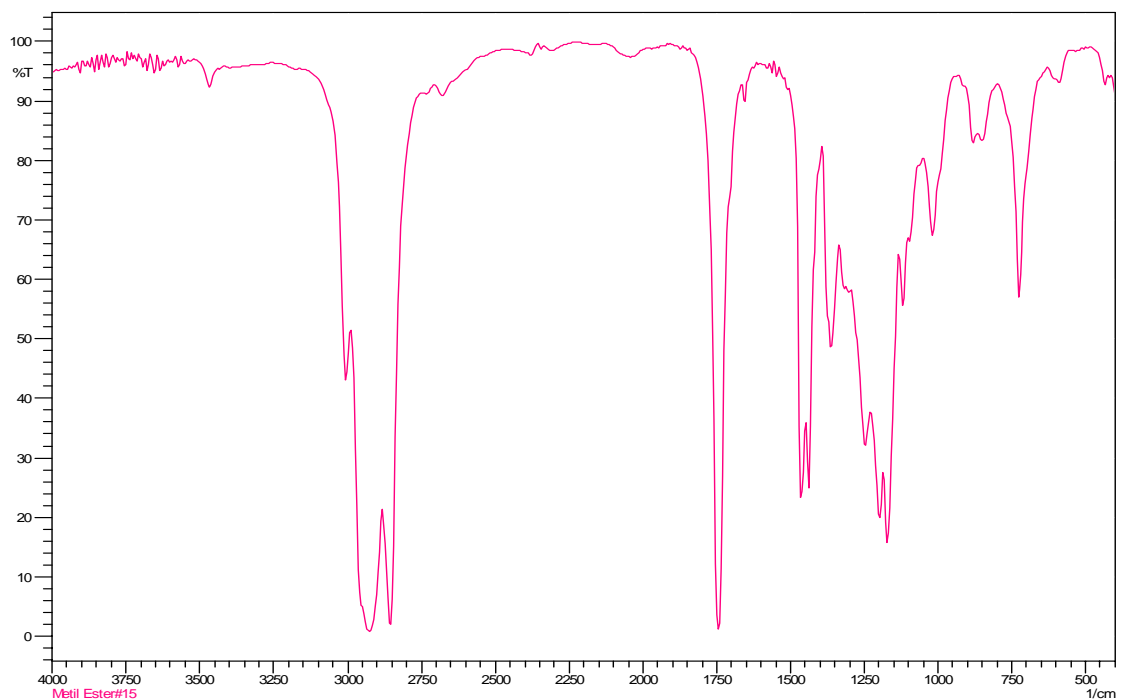
**Figura C4. Espectro IR de la primera fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 4**



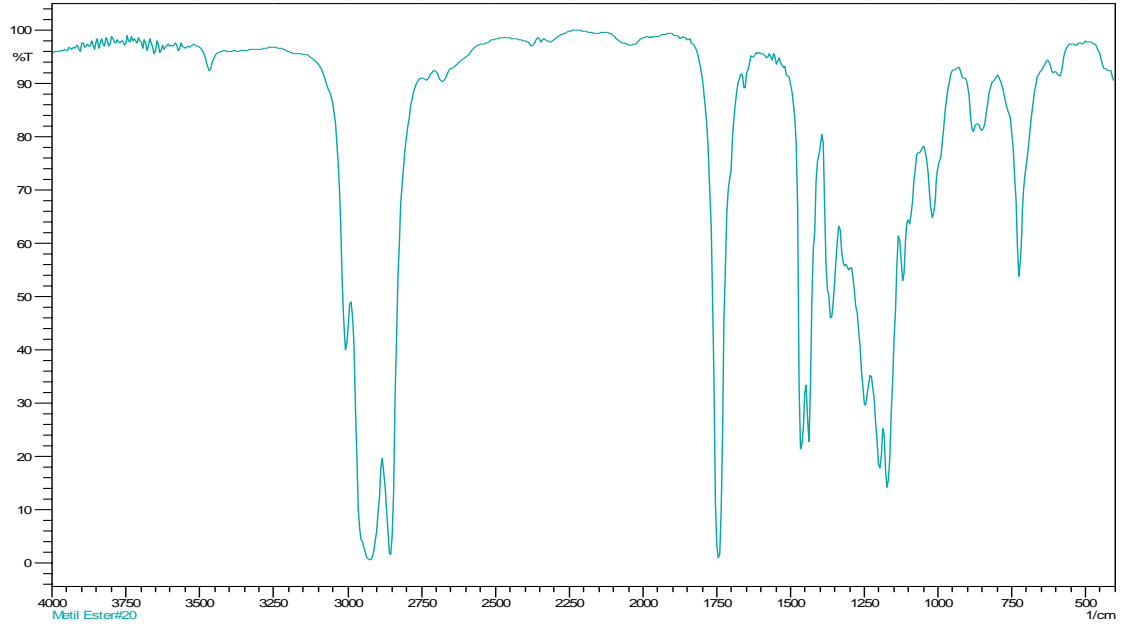
**Figura C5. Espectro IR de la primera fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 5**



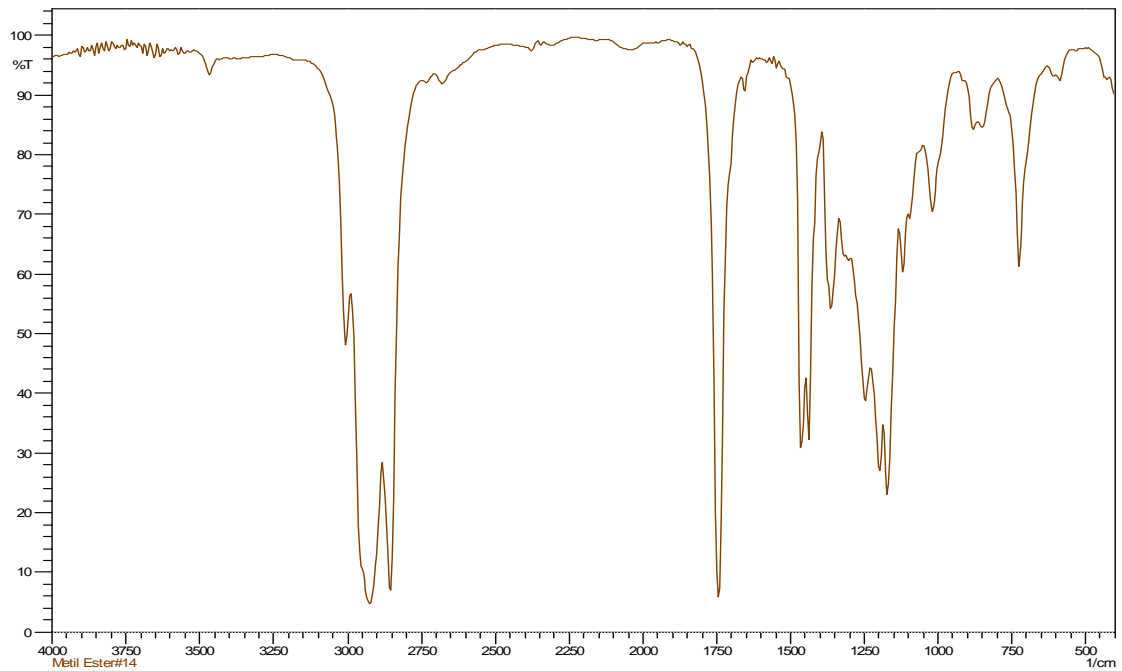
**Figura C6. Espectro IR de la segunda fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 1**



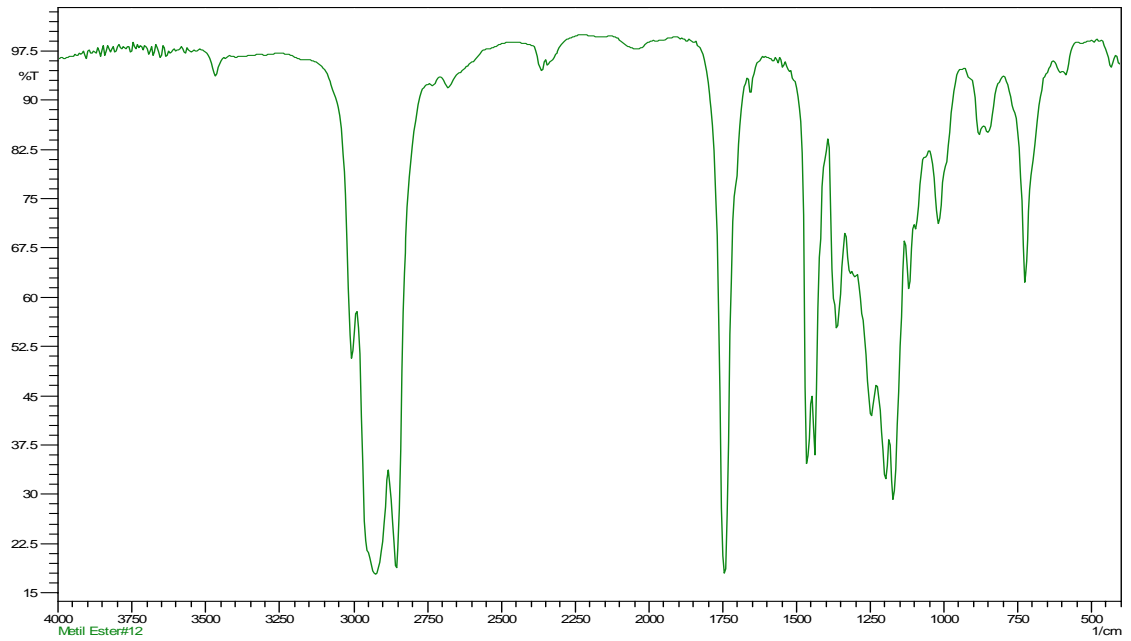
**Figura C7. Espectro IR de la segunda fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 2**



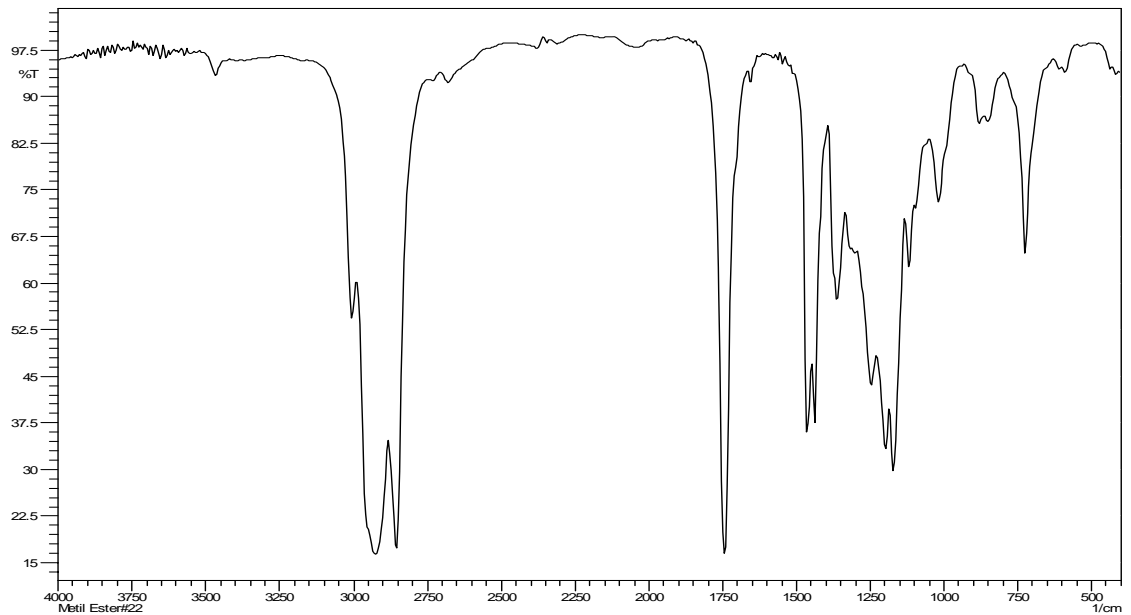
**Figura C8. Espectro IR de la segunda fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 3**



**Figura C9. Espectro IR de la segunda fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 4**



**Figura C10. Espectro IR de la segunda fracción de metil ester obtenida mediante destilación al vacío de la muestra 5**

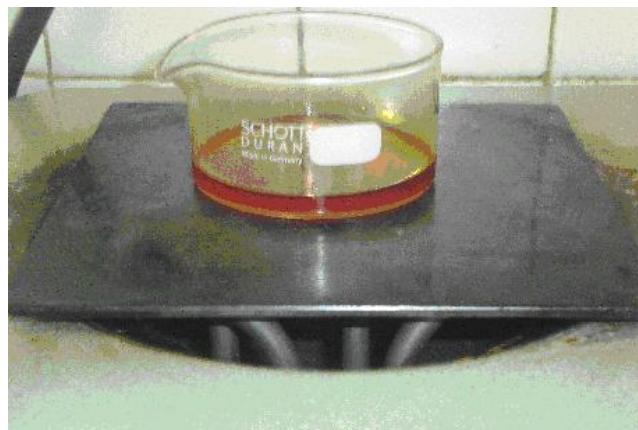


**ANEXO D.**  
**REGISTRO FOTOGRAFICO**

**Figura D1. Determinación del índice de Saponificación**



**Figura D2. Determinación del contenido de humedad y sustancias volátiles**



**Figura D3. Determinación del índice de yodo**



**Figura D4. Residuo y destilado obtenido mediante destilación al vacío**



