

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ACIDO ESTEÁRICO A PARTIR DE
ACEITE DE PALMA A ESCALA DE LABORATORIO**

**WILLIAM EDUARDO HERRERA AGUDELO
2000438
URBANO MONTAÑEZ VILLAMIZAR
2005346**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ACIDO ESTEÁRICO A PARTIR DE
ACEITE DE PALMA A ESCALA DE LABORATORIO**

**WILLIAM EDUARDO HERRERA AGUDELO
2000438
URBANO MONTAÑEZ VILLAMIZAR
2005346**

**DIRECTOR: MARIO ALVARO CIFUENTES
INGENIERO QUÍMICO M. Sc., Ph. D.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

DEDICATORIA

A la gran presencia de Dios que siempre es una bonita compañía y su creación de la cual separamos un solo elemento que nos permitió alcanzar este pequeño logro, pero que nos ayudó a evolucionar como seres humanos.

A mi mamá que con sus ojos llenos de amor han sido mi fuerza y mi constancia.

*A mi papá por enseñarme a vivir feliz y hacer de esto un bonito viaje.
A mis hermanas Joha, Bibi y Moni porque la sangre nos permitió estar juntos para siempre conformando un buen equipo.*

A mis sobrinitos Juan Sebastián y Mateo que son las nuevas luces de la familia.

A Mayita por ser mi complemento y ayudante de mis locuras.

Al resto de amigos que por motivos de espacio físico pero no de corazón no haré mención de sus cualidades, pero aquí van unos de los mas sobresalientes: Lisandro, Nolbert, Liz, Eliana, Alejo, Edwin, Fercho, Natalia Sofia y a Clau que tantas estrellas hemos visto y veremos en el futuro.

Por ultimo a mi gran compañero Banis que tiene uno de los dones mas grandes que puede poseer alguien, su nobleza y que le espera una vida feliz.

Y a mi vida, que sume un logro mas en la lista.

WILLIAM EDUARDO HERRERA AGUDELO

A Dios que me dio sabiduría e ilumino siempre mi camino, y mi ángel de la guarda que no me desampara ni de noche ni de día

A mi Padre Edilio Montañez (†) y a mi Madre Patricia Villamizar, por su amor y apoyo incondicional

A mi tía Rosalba que es como mi segunda mamá, a mis hermanos Fernando, Javier, y Claudia, y mi cuñado Francisco que siempre me acompañaron durante este largo camino,

A Jesús Daniel y Maria Juliana mis sobrinitos que llenan mi vida de alegría.

A Elsy que me ha acompañado tanto tiempo brindándome su cariño y comprensión.

A todos mis amigos: David G., Ferney O., Erwin F., Sandra G., Carlos G., Paola G., Alexander M., Hugo A., Adriana C., Lizeth P., Ruben R., Edwar A., Diego G., Jose M., Fabian C., Javier E., Jesús S. Gorge S., ... y muchos otros que por razones de espacio y no de corazón no están escritos en esta lista

A mi compañero y gran amigo William, que hizo tan alegre y divertida la realización de este trabajo.

URBANO MONTAÑEZ VILLAMIZAR

AGADECIMIENTOS

Grupo INTERFASE. 

Escuela de Ingeniería Química.

Dr. Mario Álvarez Cifuentes.

Ingeniero Químico Leonel Abreu.

Luís Eduardo Carreño y Wilson Eduardo Carreño.

Ingeniero Químico Guillermo Aceros.

Ingeniero Químico Jesús Mendoza.

Ingeniero Químico Manuel Valero.

AI CEIQ  , CALSV 

Los Lamparosos, al Zoologico, y a todos nuestros amigos por haber hecho tan agradable nuestra estadía en la universidad.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
1. GENERALIDADES.	3
1.1. ACEITE DE PALMA.	3
1.2. ACIDO ESTEÁRICO.	6
1.3. PROCESOS DE FRACCIONAMIENTO.	8
1.3.1 Principios del fraccionamiento	9
1.4 HIDRÓLISIS DE ACEITES Y GRASAS.	10
1.4.1 Hidrólisis Acida.	11
1.4.2 Hidrólisis Básica.	12
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.	13
2.1 FRACCIONAMIENTO CLÁSICO.	14
2.1.1 Cristalización en seco del Aceite de Palma.	14
2.2.3. Centrifugación.	16
2.2. PRODUCCIÓN DE ÁCIDOS GRASOS.	17
2.2.1. Hidrólisis básica o saponificación.	17
2.2.2. Liberación de los ácidos grasos.	20
2.2.3. Purificación de los ácidos grasos.	21
2.3 EXTRACCIÓN DEL ACIDO ESTEÁRICO.	22
2.3.1 Cristalización con solvente.	22
2.3.2. Filtración a vacío.	23
2.4. CARACTERIZACIÓN DEL ACIDO ESTEÁRICO	23
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS.	23
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS.	24
3.1. PROPIEDADES DEL ACEITE CRUDO DE PALMA UTILIZADO	24
3.2. FRACCIONAMIENTO CLÁSICO.	24
3.3 PRODUCCIÓN DE ÁCIDOS GRASOS.	26
3.3.1 Hidrólisis básica.	26

3.3.2 Liberación de los ácidos grasos.	26
3.4. EXTRACCIÓN DEL ACIDO ESTEÁRICO.	27
3.5 CARACTERIZACIÓN DEL ÁCIDO ESTEÁRICO.	28
3.5.1 Punto de fusión.	28
3.5.2 Valor acido.	29
4. CONCLUSIONES.	31
5. RECOMENDACIONES	33
BIBLIOGRAFIA.	34
ANEXO A. GRAFICAS Y TABLAS DE SOLUBILIDAD DE ÁCIDOS GRASOS.	36
ANEXO B. CÁLCULOS DE LOS PESOS MOLECULARES DE LA ESTEARINA, SALES ORGÁNICAS O JABONES Y ÁCIDOS GRASOS.	37
ANEXO C. CÁLCULOS DE LOS REACTIVOS NECESARIOS EN LAS REACCIONES Y DEL LOS PESOS TEÓRICOS DE LOS PRODUCTOS.	39
ANEXO D. TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO.	41
ANEXO E. PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE ACIDOS GRASOS PROVENIENTES DEL ACEITE DE PALMA AFRICANA	45
ANEXO F. ESPECTROS INFRARROJOS.	46

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1. Composición del Aceite de Palma	5
Tabla 1.2. Propiedades fisicoquímicas del Acido Esteárico	7
Tabla 2.1. Valores máximos y mínimos para la cristalización fraccionada en seco.	15
Tabla 2.2. Matriz de experimentos para la cristalización fraccionada en seco.	15
Tabla 2.3. Valores máximos y mínimos para la hidrólisis básica.	18
Tabla 2.4. Matriz de experimentos para la hidrólisis básica.	19
Tabla 3.1- Propiedades del ACP.	24
Tabla 3.2. Resultados del fraccionamiento clásico.	25
Tabla 3.3. Resultados hidrólisis básica.	26
Tabla 3.4. Peso de los ácidos grasos obtenidos.	27
Tabla 3.5. Acido esteárico obtenido.	27
Tabla 3.6 Punto de fusión para las muestras de acido esteárico.	28
Tabla 3.7 Valor acido para las muestras de acido esteárico.	29
Tabla A1. Solubilidad del acido esteárico en diferentes solventes.	36
Tabla A2. Composición de la estearina de palma.	37
Tabla A3. Composición del Jabón de estearina de palma.	38
Tabla A4. Propiedades fisicoquímicas de ácidos grasos provenientes del aceite de palma africana.	45
Tabla A5. Características del espectrómetro infrarrojo empleado.	46

LISTA DE IMÁGENES

Figura 1. Semilla del fruto de Palma.	3
Figura 2. Modelo de una molécula de Triglicérido.	4
Figura 3. Modelo de la molécula del ácido esteárico.	6
Figura 4. Reacción química de la hidrólisis ácida.	12
Figura 5. Reacción de Hidrólisis Básica.	12
Figura 6. Criostato.	16
Figura 7. Centrifuga.	16
Figura 8. Aceite crudo de palma	17
Figura 9. Aceite crudo de palma Precalentado a 60°C	17
Figura 10. Aceite crudo de palma Cristalizado	17
Figura 11. Aceite crudo de palma centrifugado	17
Figura 12. Montaje, Reacción de hidrólisis básica.	18
Figura 13. Jabón obtenido.	19
Figura 14. Liberación de los ácidos grasos.	20
Figura 15. Separación de los ácidos grasos.	20
Figura 16. Purificación de los ácidos grasos.	21
Figura 17. Rotoevaporador.	21
Figura 18. Cristalización con solvente.	22
Figura 19. Filtración a vacío, ácido esteárico.	23
Figura 20. Ácido Esteárico Obtenido en el Laboratorio.	23
Figura A1. Solubilidad de los ácidos grasos en etanol.	36
Figura A2. Reacción de hidrólisis básica.	39
Figura A3. Reacción de acidificación.	40
Figura A4. Espectro infrarrojo del ácido esteárico.	47
Figura A5. Espectro infrarrojo del ácido esteárico, muestra 1.	48
Figura A6. Espectro infrarrojo del ácido esteárico, muestra 2.	49
Figura A7. Espectro infrarrojo del ácido esteárico, muestra 3.	50
Figura A8. Espectro infrarrojo del ácido esteárico, muestra 4.	51

RESUMEN

Título: OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ÁCIDO ESTEARICO A PARTIR DE ACEITE DE PALMA A ESCALA LABORATORIO *

William E. Herrera ^a, Urbano Montañez^{a**}

Palabras clave: Ácido Esteárico; fraccionamiento clásico, fraccionamiento con solvente, oleina, estearina.

La obtención de ácido esteárico está basada en una serie de procesos que se le aplicaron al aceite de palma (P.O.); el producto obtenido (Ácido esteárico), es un óleo químico básico de mayor valor agregado.

El primer proceso por el que pasa el aceite es el fraccionamiento en seco o clásico, en donde se obtienen dos fracciones, la oleina que es líquida y la estearina que es semi sólida, esta última está compuesta principalmente por ácidos grasos saturados, con esta fracción se hace la hidrólisis básica donde los triglicéridos saturados reaccionan con NaOH para formar sales grasas saturadas o jabones, luego de este proceso se hace reaccionar los jabones con HCl para obtener los ácidos grasos libres. Una vez obtenida esta mezcla de ácidos grasos, se separa el ácido esteárico por medio de una cristalización con solvente. El producto final obtenido es ácido esteárico de composición 60-65% donde la principal impureza corresponde a ácido palmítico.

* Trabajo de grado

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

ABSTRACT

Title: OBTENTION OF STEARIC ACID THROUGH PALM OIL TO
LABORATORY SCALE*

William E. Herrera ^a, Urbano Montañez^{a**}

Keywords: Stearic acid; dry-fractionation, solvent fractionation, oleine, stearine.

The obtention of stearic acid is based on several procedures applied on the palm oil. The obtained product (stearic acid) is a basic oleo-chemical compound with an extra added value. The first procedure the oil passes through is a classical dry-fractioning, where two different fractions are obtained. The first one is the oleine, which is a liquid; the second one is the stearine, which is a semi-solid. The latter fraction is mainly composed by saturated fatty acids, this fraction is used in the basic hydrolysis, where saturated triglycerides react with NaOH to yield saturated fatty salts or soaps. After this process, the product obtained in the foregoing process is made react with HCl to obtain free fatty acids. Once a mixture of fatty acids is achieved, the stearic acid is recovered by crystallizing with a solvent. The final product obtained this way likely contains stearic acid around 60-65% weight, whilst the remaining fraction is mainly palmitic acid, considered in the present work as an impurity.

* Trabajo de grado

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

INTRODUCCIÓN

Las fuentes tradicionales de energía disminuyen y ya se puede visualizar hasta que momento están proyectadas para soportar la gran demanda por parte de una humanidad en desarrollo y para contrarrestar esta situación se han empezado a desarrollar tecnologías que aprovechen las fuentes renovables, por esto se acude a cultivos de plantas oleaginosas como el Maní, Soya, Girasol, y Palma Africana.

Hoy en día la oleoquímica es una de los campos mas importantes que se encuentra como punta de lanza en los campo investigativos, proyectos de crecimiento de la economía de los países tropicales. Y que se ocupa de todas las transformaciones de los aceites vegetales para la producción de sustancias como ésteres, alcoholes, sales grasas, aminas grasas etc., las cuales se emplean en la elaboración de bienes finales como jabones, champúes, detergentes cosméticos etc. En el ámbito mundial, la producción de oleoquímicos, sin incluir el glicerol, pasó de 4,18 millones de toneladas en 1990, a 4,98 millones en 1995 y a 6,25 millones en 2000, evidenciando una tasa de crecimiento de 4,96% en los últimos cinco años. Esta producción representa el 5,5% de la oferta mundial de aceites y grasas animales y vegetales. Para el año 2010, la producción de estos oleoquímicos se estima en 7,76 millones con una dinámica de crecimiento alrededor del 2,2% anual en los próximos 10 años [1].

En Colombia existen actualmente 184.000 hectáreas sembradas de palma africana, las cuales generan 528.000 toneladas de aceite de palma y 50.000 de aceite de palmiste; del aceite de palma que se produce 25 % es para la exportación como materia prima, lo cual indica la importancia que han adquirido estas materias primas y la necesidad de poder aprovechar esta coyuntura en Colombia para la obtención de oleoquímicos básicos que darán productos de un mayor valor agregado.

Para este propósito se realizó una búsqueda de material bibliográfico y se plantea realizar un proceso a escala de laboratorio con una metodología dividida en etapas para obtener una fracción rica del ácido esteárico a partir del aceite de palma Colombiano.

Los resultados de esta tesis son de importancia, pues se corroboró que el fraccionamiento en seco es una buena opción para la separación de fracciones ricas de ácidos grasos saturados, y la hidrólisis básica permite obtener buenos rendimientos y a diferencia de la hidrólisis ácida es más económica, requiriendo condiciones menos agresivas de presión, temperatura y con tiempos muy cortos de reacción.

Este trabajo es un estudio preliminar que hace parte de un proyecto integral de investigación que busca el mejor aprovechamiento de un recurso renovable (palma africana) para obtener productos de alto valor agregado y contribuir al avance científico y tecnológico del sector productivo de la región.

1. GENERALIDADES

1.1. ACEITE DE PALMA

El Aceite de palma es un aceite de origen vegetal obtenido del mesocarpio (pulpa) de la fruta de la palma *Elaeis* (*Elaeis guineensis*), este aceite es considerado como el segundo más ampliamente producido en el mundo. El fruto de la palma es ligeramente rojo y este es el color que tiene el aceite embotellado sin refinar.

En la figura 1 se muestra el fruto de la palma africana; en ella puede observarse la pulpa, de donde se extrae el aceite de palma y la nuez, de donde se extrae el aceite de palmiste. El aceite crudo de palma es una rica fuente de vitamina A y de vitamina E.

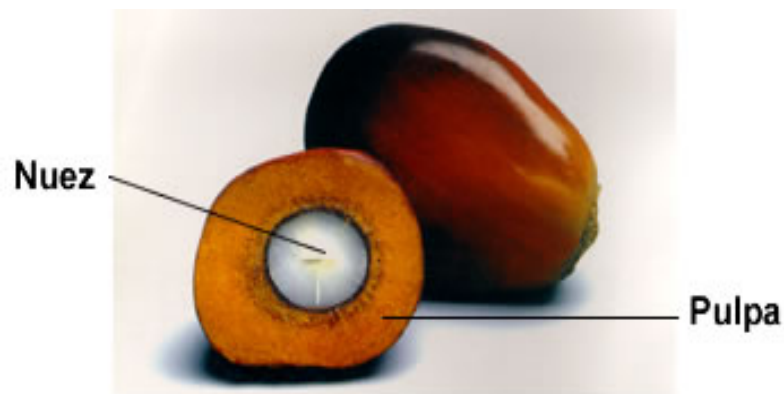


Figura 1. Semilla del fruto de Palma.

La Palma es originaria de África occidental, de ella ya se obtenía aceite hace 5000 años, especialmente en la Guinea Occidental, de allí pasó a América introducida después de los viajes de Colón, y en épocas más recientes fue introducida a Asia desde América. El cultivo en Malasia es de gran importancia económica, provee la mayor cantidad de aceite de palma y sus derivados a nivel mundial, en América los mayores productores son Colombia y Ecuador.

El aceite de palma en el país ha tomado gran importancia debido al aumento de hectáreas sembradas, existen alrededor de 184.000 hectáreas sembradas de

palma de aceite, las cuales generan 528.000 toneladas de aceite de palma y 50.000 de aceite de palmiste; del aceite de palma producido actualmente se exporta el 25% y el 50% del aceite de palmiste. El gremio palmicultor ha proyectado en su visión 2020 contar para este año, con un área sembrada de 636.000 hectáreas correspondientes a 3.5 millones de toneladas de aceite de palma [1].

El aceite de palma al igual que los otros aceites vegetales esta compuesto de Triglicéridos de glicerol. El glicerol es capaz de enlazar tres radicales de ácidos grasos llamados carboxilatos. Dichos radicales grasos por lo general son distintos entre sí; pueden ser saturados o insaturados (de cero a tres dobles enlaces), a la molécula se le llama triglicérido de propanotriol o triacilglicerido. Los radicales grasos pueden ser desde 12 carbonos de cadena hasta 22 y 24 carbonos de extensión de cadena, que son la base para la obtención de los ácidos grasos [2].

En la figura 2 se observa el modelo de una molécula de triglicérido; en ella se observan el glicerol unidos a sus radicales carboxilatos.

La valorización de este aceite proviene del estrecho rango de variación en su composición química, la gran cantidad de radicales grasos que están entre 14 y 20 carbonos, y su corto intervalo de temperatura de fusión.

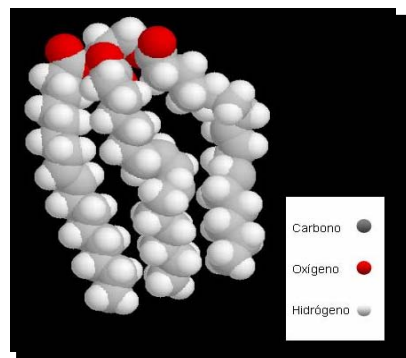


Figura 2. Modelo de una molécula de Triglicérido [15].

Ácidos grasos		(%)
Saturados (50%)	Láurico	0.1
	Mirístico	1.0
	Palmítico	43.8
	Esteárico	4.8
	Araquídico	0.3
Monoinsaturados (39%)	Palmitoleico	0.1
	Oleico	38.9
Poliinsaturados (10.9%)	Linoleico	10.6
	Linolenico	0.3

Tabla 1.1. Composición del Aceite de Palma **[9]**.

En la tabla 1.1. Podemos observar como la composición típica del aceite de la palma africana esta representada por medio de los porcentajes de ácidos grasos los cuales no se encuentran libres sino que están conjugados en los triglicéridos.

1.2. ACIDO ESTEÁRICO

El ácido esteárico es un ácido graso saturado de fórmula general $C_{17}H_{32}COOH$. Es un componente principal de las grasas animales y ciertas grasas vegetales.

Es el más popular de los ácidos grasos por sus numerosas aplicaciones en la industria, que abarca desde productos cosméticos hasta aditivos lubricantes y productos de la industria del caucho.

En realidad el ácido esteárico comercial contiene algo más de palmitito que de esteárico, siendo la relación entre ambos alrededor de 55% a 45%. Además de estos dos ácidos saturados, también se encuentran presentes del 2 al 8 % de ácidos no saturados (Principalmente oleico y pequeñas cantidades de linoleico), un máximo de 1.5 de materiales insaponificable y un máximo de 0.5 de humedad.

Su fabricación y obtención se realiza por diferentes procedimientos, según la materia prima de la cual se parte y la pureza deseada del producto. En todos los casos es necesaria una hidrólisis de las grasas, seguido de un tratamiento para su purificación como prensado o cristalización con solvente.

El ácido esteárico de buena calidad es blanco o ligeramente amarillento, tiene el aspecto característico del sebo, pero no su olor fuerte. Es pulverulento y de consistencia ligeramente cerosa [3].

En la figura 3. Se aprecia un modelo de la molécula de ácido esteárico.

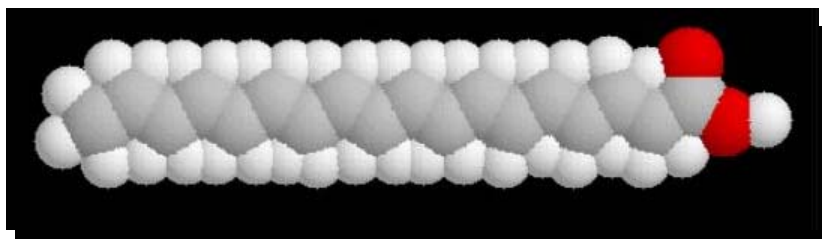


Figura 3. Modelo de la molécula del ácido esteárico [15].

El ácido esteárico en condiciones normales de presión y temperatura, presenta las siguientes propiedades (Tabla 1.2)

PROPIEDADES FÍSICAS	VALOR
Formula Estructural	C ₁₇ H ₃₂ COOH
Peso Molecular	284,47 g/gmol
Punto de Fusión	69,6 ° C
Punto de Ebullición	376,1
Índice de Refracción a 80 °C	1,4299
Valor de Neutralización	197,23 mg KOH/g
Tensión Superficial a 70° C	28,9 J/m
Viscosidad a 70 ° C	9,87mPaxs
Flash Point	204 °C
Fire Point	226 °C
Calor Especifico	1,67 kJ/mol °C
Calor de fusión	63,2 kJ/mol
Calor de Combustión	-11342,4 kJ/mol
Calor de Vaporización	57,30 kJ/mol
Calor de Formación	949,4 kJ/mol
Tensión Interfacial Acido Graso-Agua	9,5 J/m

Tabla 1.2. Propiedades fisicoquímicas del Acido Esteárico [3].

El ácido esteárico tiene numerosas aplicaciones en las industrias de cosméticos, de alimentos, de lubricantes, del caucho y como aditivo en otro tipo de industrias, entre los usos más importantes de este producto se destacan:

- Materia prima en la fabricación de caucho.
- Elaboración de jabones útiles en el acabado de textiles.
- Lubricante para plásticos celulósicos.
- Aditivo indispensable en la preparación de acetato de polivinilo.
- Desmoldeante en la industria del caucho.
- En la fabricación de jabones metálicos como estearato de zinc (lubricante de moldeo en la fabricación de poliestireno y nylon), estearato de calcio (lubricante

para poli olefinas y resinas fenolicas), estearato de magnesio (lubricante para polímeros), estearato de mercurio (lubricante para PVC).

- Aditivo para dar resistencia a las aleaciones del cobre.
- Emoliente y emulsificante en la industria de cosméticos y artículos de tocador.
- Materia prima en la elaboración de tenso activos de uso cosméticos y alimenticios (mono y triestearato de sorbitán, sus etoxilados; monoestearato de glicérico, monoestearato de polietilenglicoles, estearoil lactilato de calcio y sodio).

1.3. PROCESOS DE FRACCIONAMIENTO

Uno de los procesos de modificación utilizados en la industria de las grasas y aceites, es el fraccionamiento, que ha ganado mucho interés en los últimos años debido principalmente a la demanda de productos derivados de los aceites vegetales que cuenten con características fisicoquímicas específicas.

El fraccionamiento es usado para separar los aceites o las grasas en dos fracciones, una líquida y una sólida, llamadas oleína y estearina respectivamente. Ambos con propiedades fisicoquímicas particulares.

La winterización es una rama del fraccionamiento, desde un punto de vista tecnológico, es menos sofisticado que el fraccionamiento. Consiste en un enfriamiento lento en un tanque cristizador de gran tamaño a baja temperatura (5-10°C) por un tiempo prolongado (12-24h) para retirar pequeñas cantidades de triglicéridos saturados en forma de cristales (0.01-2%)

Los productos obtenidos del fraccionamiento y la winterización difieren ampliamente en sus propiedades físicas y químicas, en la winterización el aceite obtenido tiene casi las mismas características que el aceite crudo, debido a que solo se retira una fracción sólida muy pequeña (0.1-2%) y en el fraccionamiento la fracción sólida obtenida es mucho mayor (50% o mas), el control de la cristalización y la filtración es mucho mas sofisticado **[4]**.

1.3.1 Principios del fraccionamiento

El fraccionamiento consta principalmente de dos pasos, el primero es la cristalización por enfriamiento, donde el control de la temperatura es importante para una formación adecuada de los cristales, luego el aceite es enviado a un filtro o en algunos casos a una centrifuga donde el liquido remanente es separado de la fracción sólida.

Existen básicamente tres técnicas de fraccionamiento, fraccionamiento con solvente, fraccionamiento con detergente y el fraccionamiento clásico que no utiliza ningún aditivo en el proceso [4].

Fraccionamiento clásico (en seco)

Cuando se habla de fraccionamiento sin aditivos se refiere al fraccionamiento clásico, que es por mucho la técnica más simple y barata, ya que no utiliza aditivos o post-tratamientos suplementarios en el proceso. El primer paso es un precalentamiento del aceite, con el fin de homogenizarlo, la temperatura no debe superar los 70°C, el segundo paso es la cristalización del aceite, que se hace por medio de un enfriamiento lento y controlado para que se formen cristales de un tamaño y forma adecuada, este enfriamiento puede tomar de 8 a 12 horas.

El proceso de cristalización de grasas puede ser dividido en tres etapas básicas: el enfriamiento por debajo del punto de fusión, formación de núcleos de cristales y crecimiento de los cristales. La forma del cristal y tamaño de distribución son determinados por el tipo de enfriamiento y la agitación [11].

Luego la estearina se separa por filtración utilizando membranas de tela (usualmente de algodón) o por centrifugación.

Una gran cantidad de productos que usualmente se obtenían por medio del fraccionamiento con solvente, pueden ahora ser obtenidos por medio del fraccionamiento clasico gracias a los avances que se han alcanzado, aunque la eficiencia aun no es tan alta como cuando se utiliza el solvente la estearina producida es de mejor calidad y se obtiene una cantidad razonable, además se ahorra en gastos de solvente y procedimientos adicionales [4].

Fraccionamiento con solvente

Esta es la técnica más eficiente en cuanto a los procesos de fraccionamiento, en esta el proceso de cristalización se efectúa en presencia de un solvente, usualmente acetona u otros solventes orgánicos, en una relación entre 3 y 5 a 1 (solvente a aceite), la propiedad de que se vale esta técnica para efectuar la separación es la variación de la solubilidad de las dos fracciones a diferencia del fraccionamiento clásico, en el cual la propiedad que promueve la separación es el punto de fusión.

La separación se lleva a cabo generalmente en un filtro de vacío. El avance mas significativo de esta técnica es la alta eficiencia en la separación [4].

Fraccionamiento con detergente

Usualmente se utiliza un surfactante, en combinación con un electrolito en el proceso de cristalización para permitir que los cristales se suspendan fácilmente en la fase acuosa. El agua con los cristales son separados del aceite en una centrifuga, luego de la separación la estearina y la oleina son calentados, lavados y secados para remover los aditivos [4].

1.4 HIDRÓLISIS DE ACEITES Y GRASAS

Usualmente se considera como “grasas” a las mezclas de triglicéridos que son sólidos o semisólidos a temperatura ambiente, y como “aceites” a las mezclas de triglicéridos que son líquidos a las mismas condiciones [5].

Las grasas y aceites están conformadas por triglicéridos, que contienen aproximadamente 95% de ácidos grasos combinados como esterés. Para producir ácidos grasos libres se utilizan métodos como la hidrólisis catalizada por un ácido o una base (saponificación) en la que el agente de separación es la soda cáustica [6].

La hidrólisis en este caso de los aceites y grasas, consiste en adicionar tres moles de agua por un mol de triglicérido para generar un mol de glicerina y tres moles de ácido graso, por medio del rompimiento del triglicérido, ya sea por medio ácido o alcalino, Cuando se emplea el medio alcalino se forma un jabón.

En el desarrollo de la hidrólisis se presentan tres etapas que se distinguen fácilmente, estas son: periodo de hidrólisis emulsiva o periodo inductivo, periodo de hidrólisis rápida y periodo de hidrólisis terminal [12,13].

El periodo inductivo ocurre cuando arranca la reacción, los reactivos de desdoblamiento se encuentran en la fase acuosa y forman emulsiones estables entre la grasa y el agua. La reacción de hidrólisis ocurre lentamente y es de tipo heterogénea en la interfase aceite-agua. Este culmina cuando la concentración de ácidos grasos libres (o sales grasas en el caso de la saponificación) en la fase grasa sean suficientes para permitir que ingresen los reactivos de desdoblamiento, en este momento se da inicio a la hidrólisis rápida donde la reacción ocurre en fase homogénea debido al aumento de la solubilidad del agua en la fase aceite. La velocidad es casi constante y se mantiene durante la mayor parte del proceso. El periodo terminal llega cuando la concentración de los glicéridos disminuye y la del glicerol aumenta, produciéndose una disminución en la velocidad de reacción.

1.4.1 Hidrólisis Acida

Consiste en el desdoblamiento que se produce en la reacción de doble sustitución producida entre los triglicéridos y el agua ionizada usando como catalizador un ácido, obteniéndose al final de la misma los ácidos grasos y la glicerina en estado libre, en la figura 4 se puede observar la reacción descrita.

Debido a que la hidrólisis es muy lenta, y muy pronto queda equilibrada con la reacción de esterificación que se produce en sentido contrario es necesario elevar la temperatura, que además de producir una fluidización del cuerpo graso aumenta la velocidad de reacción de hidrólisis y finalmente, al aumentar la disociación del agua con la elevación de la temperatura, aquella se convierte en un activo agente desdoblante [7].

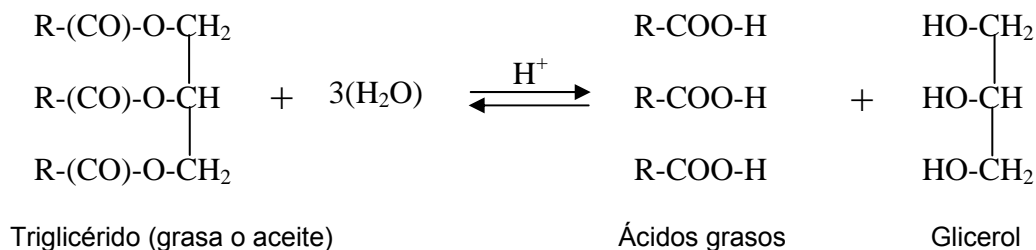


Figura 4. Reacción química de la hidrólisis acida.

1.4.2 Hidrólisis Básica

Es la descomposición de los aceites y grasas, dando como resultado sales orgánicas, o jabones, es el proceso mas antiguo y extendido para la producción de jabones [10].

En la molécula de triglicérido, como los esterés son inestables y reaccionan con cualquier base fuerte, para formar el glicerol y las sales orgánicas, que son más estables. La ecuación de la reacción química se representa en la figura 5.

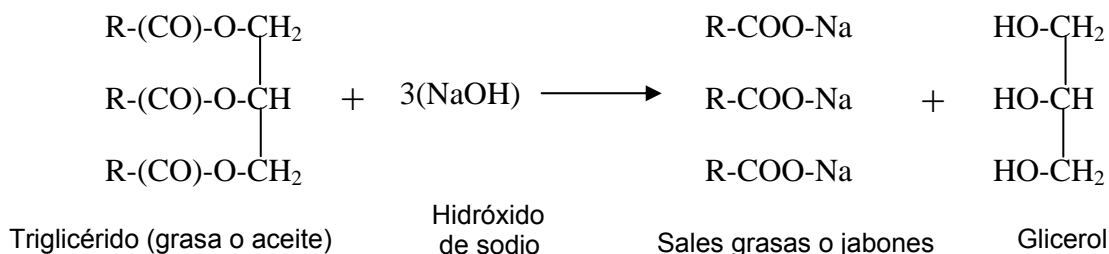
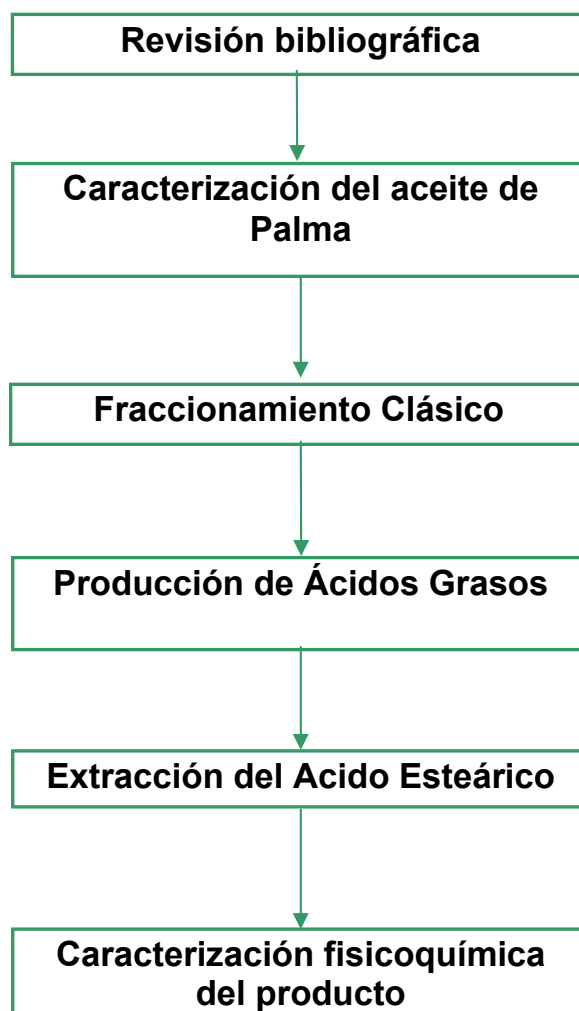


Figura 5. Reacción de Hidrólisis Básica.

La reacción anterior, representa y simplifica una serie de descomposiciones parciales y sucesivas, para que se den estas reacciones se necesita que la base se encuentre en exceso y a alta temperatura (90°C aprox.), la base actúa de dos maneras, como reactivo y como catalizador de la reacción [7].

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo se indica el proceso experimental para separar y obtener una fracción rica en ácido esteárico a partir del aceite de palma, la experimentación en el laboratorio incluye los siguientes procesos:



Para obtener el ácido esteárico partiendo del aceite crudo de palma de palma (figura 8), se aplicó un proceso por etapas:

Inicialmente se requiere una separación de los triglicéridos que contienen ácidos grasos saturados de los insaturados, esto se realiza por la técnica de

fraccionamiento clásico controlando el tiempo de cristalización y el enfriamiento. Luego se realiza la hidrólisis básica (saponificación), partiendo de la estearina obtenida en el paso anterior produciéndose sales orgánicas (jabón) y glicerina, en el paso siguiente es necesario liberar los ácidos grasos para lo cual se acidifica la mezcla con ácido clorhídrico en solución para formar los ácidos grasos libres; para obtener una fracción rica en ácido esteárico, se requiere un fraccionamiento con solvente donde se separa esta fracción rica, luego se procede a determinar las propiedades del ácido esteárico obtenido.

2.1 FRACCIONAMIENTO CLÁSICO

2.1.1 Cristalización en seco del Aceite de Palma

A partir de la revisión bibliográfica se seleccionó el fraccionamiento clásico para separar la oleína de la estearina.

Para cada corrida se precalienta el aceite de palma crudo hasta 60°C (ver figura 9), en un criostato (figura 6) VEB MLW PRUFGERATE-WERK, MEDINGEN/SITZ FREITAL, equipado con un controlador VEB MLW PRUFGERATE-WERK, MEDINGEN/SITZ FREITAL tipo DK 112 que trabaja a 220 voltios, para homogenizar el aceite, y se deja enfriar a temperatura ambiente hasta 27°C, luego de este paso se procede a cristalizar el aceite enfriándolo en el criostato, en una serie de rampas de temperatura durante un tiempo determinado, para cada uno de los ensayos, hasta alcanzar una temperatura de 18°C [8], aquí se analizaron las siguientes variables.

Variable de entradas: Tiempo, Temperatura.

Variable Manipuladas : ΔT o rampa de enfriamiento, Δt o rampa de tiempo

Variables de Respuesta: Masa de cristales de estearina obtenidos (g).

Variables manipuladas	Nivel alto	Nivel bajo
Rampa (Δ °C)	3	2.25
Tiempo (h)	2.5	2

Tabla 2.1. Valores máximos y mínimos para la cristalización fraccionada en seco.

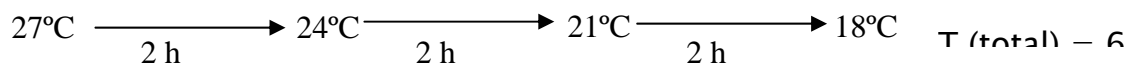
La matriz de diseño de experimentos es mostrada en la tabla 2.2.:

Experimento	ΔT	Tiempo
1	1	0
2	1	1
3	0	0
4	0	1

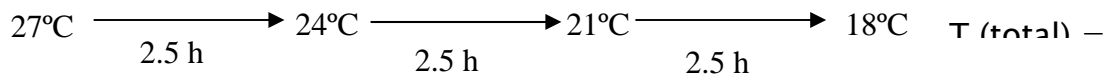
Tabla 2.2. Matriz de experimentos para la cristalización fraccionada en seco.

Siguiendo este diseño de dos variables a dos niveles los experimentos quedan así:

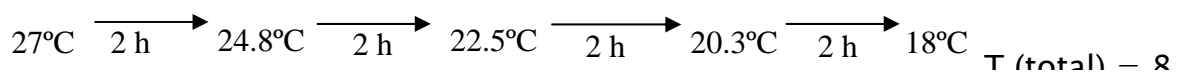
Experimento 1.



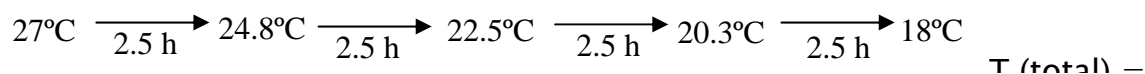
Experimento 2.



Experimento 3.



Experimento 4.



Luego de este proceso se obtiene un aceite cristalizado, donde se aprecia la formación de dos fases (ver figura 10), la oleína en la parte superior y la estearina en la parte inferior.

2.1.2. Centrifugación

Después de la cristalización se procede a realizar la separación de las fases en la oleína y la estearina (ver figura 11), en una centrifuga de pie modelo S-25 serie 25005 (figura 7). a 4000 rpm durante 10 minutos, este proceso no se realizó por el método de filtración al vacío ya que según datos reportados en la literatura las pérdidas de materia prima son muy altas y parte de la estearina se funde nuevamente.



Figura 6. Criostato.



Figura 7. Centrifuga.



Figura 8. Aceite crudo de palma



Figura 9. Aceite crudo de palma
Precalentado a 60°C



Figura 10. Aceite crudo de palma
Cristalizado



Figura 11. Aceite crudo de palma
centrifugado

2.2. PRODUCCIÓN DE ÁCIDOS GRASOS

2.2.1. Hidrólisis básica o saponificación

Para producir ácidos grasos saturados se parte de la estearina, fracción del Aceite de Palma en donde hay una mayor proporción de estos, esta estearina es la obtenida en el fraccionamiento. Fue necesario homogenizar las diferentes fracciones de estearina obtenidas, para evitar efectos aleatorios que no puedan ser cuantificables por las variaciones en la composición.

Se carga la estearina en un reactor de vidrio de 1000 ml con termómetro bimetálico, con un agitador tipo turbina con hélice de dos aspas, el reactor cuenta con una chaqueta por donde circula aceite mineral caliente que proviene de un baño termostático que cuenta con un termocontrol (Figura 12).

Simultáneamente se calienta la estearina y una solución de hidróxido de sodio hasta 90°C, seguidamente se carga el álcali en el reactor dando inicio a la reacción de saponificación.



Figura 12. Montaje, Reacción de hidrólisis básica.

En este procedimiento se analizan dos variables a dos niveles.

Variable de entradas: Tiempo, Temperatura, concentración de la solución de hidróxido de sodio.

Variables Manipuladas: Concentración, Tiempo.

Variables de Respuesta: Masa de Ácidos Grasos (g).

Variables manipuladas	Nivel alto	Nivel bajo
Concentración de NaOH	6N	2N
Tiempo (min.)	60	45

Tabla 2.3. Valores máximos y mínimos para la hidrólisis básica.

Se establece una matriz de experimentación mostrada en la tabla 2.4.

Experimento	Tiempo	Concentración de la soda
1	0	0
2	1	0
3	0	1
4	1	1

Tabla 2.4. Matriz de experimentos para la hidrólisis básica.

En la reacción de hidrólisis se deja constante la temperatura 90°C , y el exceso de soda de 40%, estos datos son reportados en trabajos anteriores, y la presión se tomo como la atmosférica [7]. La cantidad de soda se calcula con base en la estequiometria de la reacción, el peso molecular para la estearina de palma se calcula con base en la composición reportada en la tabla 1.1.

El producto de este proceso es el jabón (figura 13), junto con otras sustancias que son subproductos de la reacción como glicerina, agua y la soda que no reaccionó, que se encuentran embebidas en el jabón, este jabón requiere un lavado para retirar estos subproductos, que no son deseables en este proceso.



Figura 13. Jabón obtenido en el proceso de hidrólisis básica o saponificación.

Los jabones obtenidos junto con los líquidos subproductos de la reacción pasan por un proceso de lavado, que consiste en tratar el jabón con una solución de cloruro de sodio caliente, a una temperatura inferior a la de la reacción para prevenir la degradación de los productos, y en un embudo de decantación y con la suficiente agitación se separan dos fases, en la parte superior el jabón (sales grasas) y en la inferior los subproductos ya mencionados.

2.2.2. Liberación de los ácidos grasos

Seguidamente se acidifica con ácido clorhídrico 2N para hidrolizar el jabón con un exceso de 10%, (para esto se utiliza el mismo reactor empleado en la etapa de hidrólisis básica), llevando a cabo la reacción a una temperatura de 50°C (figura 14), luego de esta reacción se obtienen los ácidos grasos libres y cloruro de sodio en solución. Después de la reacción se debe verificar que el pH se encuentre en un rango de 3-4 midiéndolo por medio de un papel tornasol, esto se realiza para verificar si efectivamente se han producido los ácidos grasos[7].



Figura 14. Liberación de los ácidos grasos.



Figura 15. Separación de los ácidos grasos.

Los productos de la reacción se llevan a un embudo de decantación (figura 15), para separar dos fases, en la parte superior se encuentran los ácidos grasos libres y en la parte inferior cloruro de sodio en solución, es necesario tratar los ácidos

grasos con agua caliente para retirar impurezas que no se han podido separar anteriormente.

En este paso la separación es mucho más efectiva debido a que los ácidos grasos son prácticamente insolubles en agua.

2.2.3. Purificación de los ácidos grasos

Los ácidos grasos son muy solubles en solventes orgánicos, por eso una vez obtenidos se adiciona una cantidad suficiente de hexano en una relación 1:4 (peso en gramos de ácidos grasos/ volumen en mililitros de solvente), se carga la mezcla en un embudo de decantación diferenciándose 2 capas (figura 16), en la parte superior se encuentran los ácidos grasos disueltos y en la parte inferior glicerina mas impurezas. Para separar ácidos grasos del hexano este se evapora en un equipo rotoevaporador BÜCHI R-200/R-205, equipado con un controlador de vacío BÜCHI V-800/805 (Figura 17).



Figura 16. Purificación de los ácidos grasos.



Figura 17. Rotoevaporador.

2.3 EXTRACCIÓN DEL ACIDO ESTEÁRICO

La extracción del ácido esteárico se realiza mediante el fraccionamiento con solvente ya que otros métodos consultados en la bibliografía, como el prensado y destilación molecular no se adaptaban a las condiciones del laboratorio.

2.3.1 Cristalización con solvente

Para llevar a cabo el fraccionamiento de los ácidos grasos se utiliza el método de cristalización fraccionada con solvente (etanol industrial 95.5%), inicialmente se funden los ácidos grasos hasta la temperatura de 60°C, para facilitar su disolución en Etanol. Esta disolución se hace en una relación 1:3 (peso en gramos de ácidos grasos / Volumen en mililitros de Etanol) [2]. Se agita la mezcla vigorosamente y con la temperatura del criostato ajustada en 30°C se introduce la muestra durante 30 minutos, con rampas de 2°C se desciende la temperatura dejando que esta se estabilice se deja durante 10 minutos en el momento que alcance la temperatura deseada.

Al llegar a la temperatura de 20°C, desde la primera aparición de cristales se mantiene esta temperatura por 24 horas para obtener una buena cantidad de cristales (figura 18).



Figura 18. Cristalización con solvente.

Las condiciones de operación están basadas en la solubilidad de los ácidos grasos que se quieren separar, estas curvas y tablas son mostradas en el anexo A.

2.3.2. Filtración a vacío

Se procede a separar los cristales por medio de una filtración a vacío (figura 19), la temperatura en la filtración debe ser similar a la de la cristalización, esto no es un inconveniente ya que esta temperatura es cercana a la del ambiente. Obtenida la torta de ácido esteárico, se lava con etanol para retirar impurezas y blanquear los cristales, el etanol debe estar a la misma temperatura de la cristalización para evitar pérdidas de soluto en el filtrado (figura 19).

2.4. CARACTERIZACIÓN DEL ACIDO ESTEÁRICO

El producto obtenido (figura 20) se caracteriza, determinando propiedades fisicoquímicas, como el punto de fusión norma NTC 213 y el valor ácido norma NTC 218 (ver anexo B) y el espectro infrarrojo.

Se comparan estos datos con las fichas técnicas del ácido esteárico de diferentes grados de pureza para determinar indirectamente un porcentaje de pureza para nuestro producto.



Figura 19. Filtración a vacío, ácido esteárico.



Figura 20. Acido Esteárico Obtenido en el Laboratorio.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. PROPIEDADES DEL ACEITE CRUDO DE PALMA UTILIZADO

En la tabla 3.1. se muestran la caracterización del aceite de palma crudo, que se utilizo como materia prima para este proceso, fuente: PALMERAS DE PUERTO WILCHES S.A..

PORCENTAJE DE ACIDEZ	2.99 %
PORCENTAJE DE HUMEDAD	0.16 %
PORCENTAJE DE IMPUREZAS	0.032 %
DENSIDAD	0.899 g/ml
INDICE DE REFRACCION (25° C)	1.46

Tabla 3.1- Propiedades del ACP.

3.2. FRACCIONAMIENTO CLÁSICO

Por cada corrida se trataron 400 g de aceite de palma, luego de la cristalización y de la centrifugación se obtuvieron dos fracciones (oleina y estearina), los datos obtenidos se muestran en la tabla 3.2.

Experimento	Peso ACP inicial(g)	Peso ACP final (g)	Oleina (g)	Estearina (g)	% Oleina	% Estearina	Perdidas (g)	% perdidas
1	400	394,77	263,67	131,1	65,92	32,78	5,23	1,31
2	400	387,54	30,34	357,2	7,58	89,3	12,45	3,11
3	400	389,94	194,39	195,55	48,59	48,89	10,06	2,52
4	400	387,4	174,01	213,39	43,50	53,36	12,59	3,15
TOTAL	1600	1559,65	662,42	897,24			40,34	

Tabla 3.2. Resultados del fraccionamiento clásico.

En este proceso la principal fuente de perdidas fue el transvase del aceite de palma cristalizado al centrifugador y posteriormente la estearina y la oleina a sus respectivos envases de almacenamiento debido a que se adhiere mucho a las paredes de los recipientes.

En el fraccionamiento se proyectaba obtener un porcentaje aproximado del 50% de oleina y 50 % de estearina, puesto que el objetivo era separar una fracción rica en ácidos grasos saturados (estearina), al realizar la experimentación se obtuvieron diversos resultados en los porcentajes de oleina y de estearina, el experimento que más se aproximó fue el numero 3, ya que fue este quien mas cerca estuvo de la relación porcentual deseada.

Se puede observar que el experimento 3 posee una rampa de temperatura que denominamos “menor” 2.25°C, dando como consecuencia mayor numero de rampas, lo que se refleja en un enfriamiento mas gradual y el tiempo de enfriamiento también denominado “menor” de 2 horas que corresponde a un tiempo total de 8 horas que resultó ser el mas adecuado.

3.3 PRODUCCIÓN DE ÁCIDOS GRASOS

3.3.1 Hidrólisis básica

En la reacción de saponificación se utilizaron 37.19 g de NaOH (esta cantidad incluye el 40% de exceso) esto se calcula con base en la estequiometría de la reacción para 180 g de estearina de palma, tomando en cuenta los pesos moleculares calculados (ver anexo B y C). Después del lavado del jabón con una solución de NaCl (20% p/p) para retirar insaponificables y demás impurezas, se obtienen los datos mostrados en la tabla 3.3.

Experimento	Peso de la Estearina (g)	Peso del Jabón (g)	%Humedad
1	180	318,7	45,57%
2	180	316,8	37,74%
3	180	411,28	43,37%
4	180	360,3	43,51%

Tabla 3.3. Resultados hidrólisis básica.

Como se observa en la tabla, los jabones retienen una gran cantidad de humedad, como consecuencia se obtiene un jabón hidratado con un peso notablemente alejado de los cálculos teóricos (186.19 g ver anexo C). Teniendo en cuenta que esto se debe a la propiedad hidrofílica del jabón.

3.3.2 Liberación de los ácidos grasos

Para esta reacción se necesitan 292.37 ml HCl 2N (esta cantidad incluye 10% de exceso, ver anexos B y C), luego del proceso de lavado con agua caliente y la purificación con hexano se obtiene la mezcla de ácidos grasos limpios, se obtienen los datos mostrados en la tabla 3.4.

Experimento	Peso ácidos grasos	Rendimiento %
1	175,78	102,44
2	171,47	99,93
3	175,87	102,50
4	166,77	97,19

Tabla 3.4. Peso de los ácidos grasos obtenidos.

El peso teórico que resulta de la estequiometría es de 171.58 g(ver anexo C), este no concuerda completamente con los pesos obtenidos, puesto en algunos datos se aprecia rendimientos mayores al 100%, esto ocurre por varias razones, por un lado aun hay impurezas que no se pudieron retirar completamente en pasos anteriores, inclusive no es posible retirar del todo el hexano en el rotoevaporador, debido a que los ácidos grasos retienen una pequeña cantidad, por otro lado, este peso “teórico” esta basado en los cálculos de una estearina de palma con una composición típica que puede diferir ligeramente de la estearina utilizada.

Según la tabla anterior el mayor rendimiento fue el del experimento 3 que corresponde a la hidrólisis básica de 45 minutos de reacción y concentración 6 N de la soda.

3.4. EXTRACCIÓN DEL ACIDO ESTEÁRICO

Luego del proceso de cristalización y de filtración a vacío se obtuvo el ácido esteárico en la torta, las cantidades obtenidas están reportadas en la tabla 3.5.

Experimento	Acido esteárico obtenido (g)
1	8,19
2	4,71
3	8,36
4	8,81

Tabla 3.5. Acido esteárico obtenido.

En este proceso hubo buena cristalización, aunque el tiempo de cristalización fue muy largo, debido a que la mezcla de ácidos grasos es muy heterogénea, y los diferentes ácidos grasos compiten entre si para vencer las fuerzas que los mantienen en solución y poderse precipitar como cristales.

En el segundo experimento se aprecia una cantidad notablemente pequeña de ácido esteárico, consecuencia de una cristalización deficiente, esto es debido a errores aleatorios tales como condiciones atmosféricas, el control de la temperatura del equipo, etc.

3.5 CARACTERIZACIÓN DEL ÁCIDO ESTEÁRICO

El ácido esteárico que se obtuvo es un sólido a temperatura ambiente, tiene la apariencia de pequeñas masas de cristales o polvo blancuzco, su consistencia es ligeramente cerosa.

Con el fin de determinar su pureza, se determinó el punto de fusión y valor ácido a las muestras obtenidas en el laboratorio, para comparar sus propiedades con las reportadas en la literatura.

3.5.1 Punto de fusión

La determinación del punto de fusión esta basada en la norma NTC-213 (ver anexo D), los resultados para las diferentes muestras se presentan en la tabla 3.5

Experimento	Punto de fusión (°C)
1	60,5
2	60,75
3	60,75
4	61,25

Tabla 3.6 Punto de fusión para las muestras de ácido esteárico.

El intervalo en que se encuentra el punto de fusión para las muestras va desde 60.5°C hasta 61.25°C.

3.5.2 Valor acido

La determinación del valor acido esta basada en la norma NTC-218 (ver anexo D), los resultados para las diferentes muestras se presentan en la tabla 3.6

Experimento	Valor Acido (mg KOH/g muestra)
1	210,43
2	208,03
3	209,85
4	210,43

Tabla 3.7 Valor acido para las muestras de acido esteárico.

El valor corresponde a los miligramos de KOH necesarios para neutralizar un gramo de muestra, el intervalo del valor acido en que se encuentran las muestras va desde 208.03 hasta 210.43.

Al comparar estos datos obtenidos con la caracterización reportada en la literatura para ácidos de diferente pureza (ver anexo E), permite determinar de manera indirecta que la composición estimada del acido esteárico obtenido en el laboratorio se encuentra entre un 60% y un 65%, además se sabe que la mayor impureza es el acido palmitico, que es el que se encuentra en mayor proporción en la estearina de palma, este acido graso es difícil de separar debido a que al ser un acido graso contiguo al esteárico (posee una cadena de 16 carbonos y el esteárico de 18 carbonos), sus propiedades son bastante similares. Otras impurezas que se encuentran en menor proporción son el acido araquídico, mirístico y algo de oleico.

Estos resultados son muy buenos considerando que el ácido esteárico comercial es en realidad una mezcla de ácido palmítico y de ácido esteárico en una relación de 55% y 45% respectivamente.

Los espectros infrarrojo (IR) obtenidos (ver anexo F) de los productos, corresponden a una mezcla de los ácidos grasos previamente mencionados, lo cual confirma lo anteriormente dicho.

4. CONCLUSIONES

Es importante recalcar que en la revisión bibliográfica realizada no se encontró un procedimiento que describiera de manera detallada los pasos que se deben realizar para hacer un fraccionamiento clásico, ni de cómo deben ser las rampas de temperatura y tiempo; de manera que se propuso una técnica que permitiera evaluar estas variables, acomodando el proceso a los datos que se conocen de temperatura y tiempo, para observar la influencia de estas variables con la respuesta (% de estearina y % de oleina).

El fraccionamiento clásico es una buena alternativa, para separar oleina y estearina del aceite de palma, ya que se observaron buenos resultados en la obtención de estas dos fracciones . El fraccionamiento clásico de rampa mas corta (2.25° C) y tiempo menor (2 horas) en el experimento 3 fue el más satisfactorio, ya que se obtuvo la relación de oleina/estearina reportada en la literatura.

La hidrólisis básica es una muy buena técnica para obtener ácidos grasos, tiene buenos rendimientos en un rango de 97.19 % y 102.5% a pesar de necesitar varios pasos intermedios para obtener el producto, a diferencia de la hidrólisis ácida; además comparada con esta es económica, no es corrosiva ni requiere altas temperaturas y presiones, y en tiempos cortos se obtienen conversiones altas.

La cristalización fraccionada con solvente es una buena alternativa para la purificación del ácido esteárico, ya que a las condiciones de este trabajo se obtuvo en el producto una concentración significativamente mayor de ácido esteárico; es comprensible que en esta etapa final los rendimientos sean bajos (pequeñas

cantidades de ácido esteárico recuperado), esto se debe a la baja concentración del ácido esteárico en el aceite de palma.

De acuerdo con los datos obtenidos en la caracterización del producto final, y el análisis de los espectros infrarrojos y comparando estos datos con los reportados en la literatura, se puede afirmar que con la metodología propuesta se obtuvo una fracción de ácido esteárico con una composición que oscila entre 60% y 65%.

5. RECOMENDACIONES

Al realizar el fraccionamiento clásico, se recomienda dividir el intervalo de enfriamiento en un mayor número de rampas, para que el enfriamiento sea mas gradual y obtener mejores resultados.

Para el proceso de hidrólisis básica se recomienda una temperatura de reacción de 90°C y un exceso de soda del 40% y de esta manera asegurar que la reacción sea lo mas completa posible. Esto es igualmente importante en la reacción de acidificación (liberación de los acidos grasos) donde el exceso recomendado de HCl es de 10%.

Para obtener un acido esteárico de mayor pureza es necesaria una segunda cristalización con solvente con una relación de solvente / ácidos grasos mas alta para separar el acido esteárico del palmitito que es la principal impureza, u optar por una técnica mas avanzada como la destilación molecular, donde un control fino de las condiciones de presión y temperatura permiten una mejor separación.

El rendimiento del proceso de obtención de acido esteárico se puede optimizar hidrogenando el aceite de palma, para producir estearina hidrogenada, de esta manera el acido oleico (uno de sus principales componentes) se transforma en acido esteárico aumentando significativamente la cantidad de producto a obtener.

BIBLIOGRAFIA

1. <http://www.cenipalma.org/oleoq.htm#mun>
2. QUINTERO, Víctor M. VELA, Giovanni A. Obtención y Separación de Ácido Láurico por Cristalización Fraccionada. Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Colombia. Santa fe de Bogotá. Facultad de Ingeniería, 2002.
3. ALVAREZ, Carlos Eduardo. MOLINA, Diego Fernando. Producción de Acido Esteárico a Partir de Estearina o Grasas Refinadas Mediante el Proceso de Hidrólisis. Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Colombia. Santa fe de Bogotá. Facultad de Ingeniería, 1995.
4. FARR, Wall E. O`BRIEN, Richard D. WAN, Peter J. Introduction to Fats and Oils Technology. Second Edition. United States. AOCS Press 2000. Pág. 194 -207.
5. KIRK-OTHMER. Encyclopedia of Chemical Tecnology. 3 ed. USA: Jhon Wiley & Sons, 1981. Vol. 4
6. ULLMAN`S. Enciclopedia of Industrial Chemistry. 5 ed. Rep. Federal of Germany: Advisory Board, 1987. Vol. A10.
7. NUÑEZ, Belcy E. SAAVEDRA, Nury P. Obtención de Ácidos Grasos a Partir de Aceite de Café. Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga. Facultad de Fisicoquímicas, 1990
8. O. Zaliha a, C.L. Chong a,* , C.S. Cheow b, A.R. Norizzah b, M.J. Kellens c

Crystallization properties of palm oil by dry fractionation

Received 25 April 2003; received in revised form 1 September 2003; accepted 1 September 2003.

9. <http://www.fedepalma.org/pyr.htm>

10. INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE PROCESOS QUÍMICOS. Aprovechamiento de Residuos de Grasas de Matadero y Curtiembre. Ingeniería Química. UMSA. La Paz, 2004

11. PISKA, Ivo. ZARUBOVA, Marketa. PROPERTIES AND CRYSTALLIZATION OF FAT BLENDS. Journal of Food Engineering, (2005).

12. LASCARAY, Lucio. Mechanism of Fat Splitting. En: Industrial and Engineering Chemistry. Vol. 41, 1949.

13. LASCARY, Lucio. Industrial Fat Splitting. En: JAOCS. Vol. 29, 1952

14. <http://webbook.nist.gov/chemistry/>. Base de Datos de Referencia Estándar del NIST Número 69 – Publicada en Junio, 2005.

15. http://web.educastur.princast.es/proyectos/biogeo%5Fov/2BCH/B1_BIOQUIMI CA/t14_LIPIDOS/INDICE.htm

ANEXO A. GRAFICAS Y TABLAS DE SOLUBILIDAD DE ÁCIDOS GRASOS

Solubilidad de diferentes ácidos grasos en etanol:

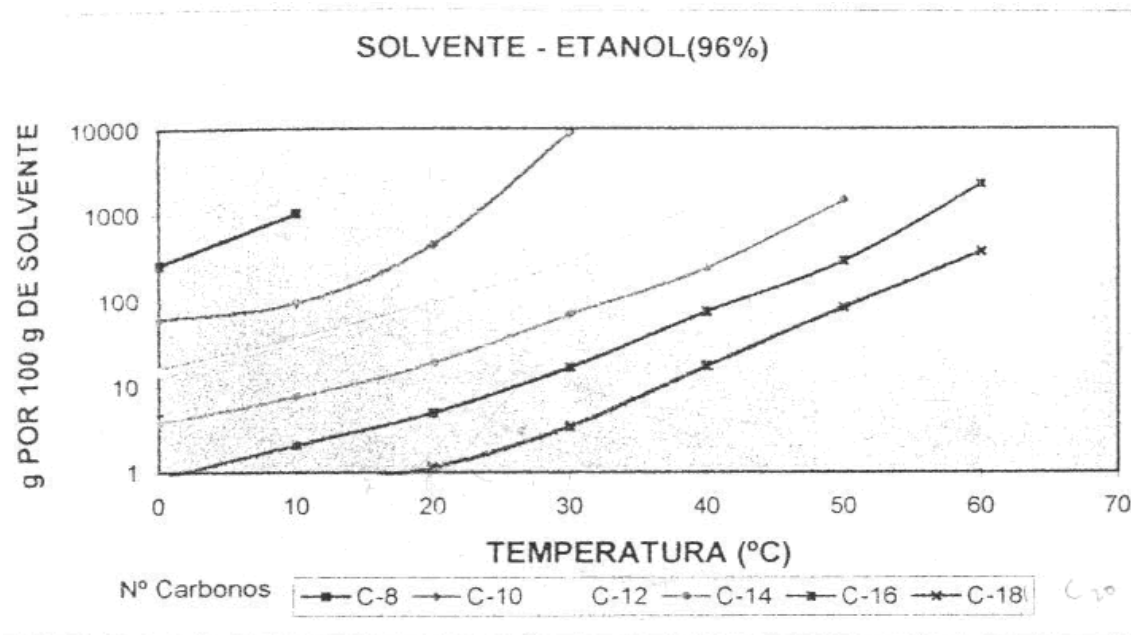


Figura A1. Solubilidad de los ácidos grasos en etanol.

Solubilidad del ácido esteárico en varios solventes orgánicos:

g Ac. Estearico/ 100g solvente	TEMPERATURA (°C)						
	0	10	20	30	40	50	60
Benceno	-	0.24	2.46	12.4	51.0	145	468
Ciclohexano	-	0.2	2.4	10.6	43.8	133	450
Triciclotmetano	0.4	2.0	6.0	17.6	48.7	124	365
Metanol	-	-	0.1	1.8	11.7	78.0	500
Etanol	0.06	0.1	0.2	0.8	3.2	51	238
Isopropanol	-0.1	0.4	2.0	10.0	38.1	118	422
Butanol	-	0.2	1.6	9.0	36.8	111	370
Acetona	0.21	0.8	1.54	4.9	17.0	19.0	-
Acido acético	-	-	0.12	1.7	7.6	75	485
Acetato de etilo	-	-	0.5	5.2	21.8	78	348

Tabla A1. Solubilidad del ácido esteárico en diferentes solventes.

ANEXO B. CÁLCULOS DE LOS PESOS MOLECULARES DE LA ESTEARINA, SALES ORGÁNICAS O JABONES Y ÁCIDOS GRASOS

Peso Molecular Promedio

Para calcular el peso de las moléculas se encontró en la literatura el porcentaje de cada uno de las moléculas que los conforman y su peso molecular, posteriormente se realizaba el calculo por la siguiente formula.

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

Para el caso de la Estearina.

Ácidos Saturados	%	Peso Molecular
C12 Acido Laurico	0,2	199
C14 Acido Miristico	2	227
C16 Acido Palmitico	87,6	255
C18 Acido Esteárico	9,6	283
C20 Acido Araquidico	0,6	311

Tabla A2. Composición de la estearina de palma.

Y sumándole la columna del glicérido que es 41 g, Obteniendo así un peso molecular promedio de la **estearina** de **813,06 g/mol**

Para el caso de las sales orgánicas o los jabones.

Jabones	%	Peso Molecular
		g
C ₂₀ H ₃₉ O ₂ Na	0,6	334
C ₁₈ H ₃₅ O ₃ Na	9,6	306,01
C ₁₆ H ₃₁ O ₂ Na	87,6	278
C ₁₄ H ₂₇ O ₂ Na	2	250
C ₁₂ H ₂₃ O ₂ Na	0,2	222

Tabla A3. Composición del Jabón de estearina de palma.

Obtenemos un **jabón** de peso molecular promedio de **280.352 g/mol**.

Para el caso de los ácidos grasos el peso molecular promedio es **258.35 g/mol**

Ecuación del rendimiento de la producción de ácidos grasos

$$\% R = \left(\frac{W_{obtenido}}{W_{teorico}} \right) \times 100$$

% R : porcentaje de rendimiento.

W_{obtenido}: Peso experimental obtenido.

W_{teórico}: Peso teorico calculado.

ANEXO C. CÁLCULOS DE LOS REACTIVOS NECESARIOS EN LAS REACCIONES Y DEL LOS PESOS TEÓRICOS DE LOS PRODUCTOS

Ecuación de la reacción balanceada de la hidrólisis básica

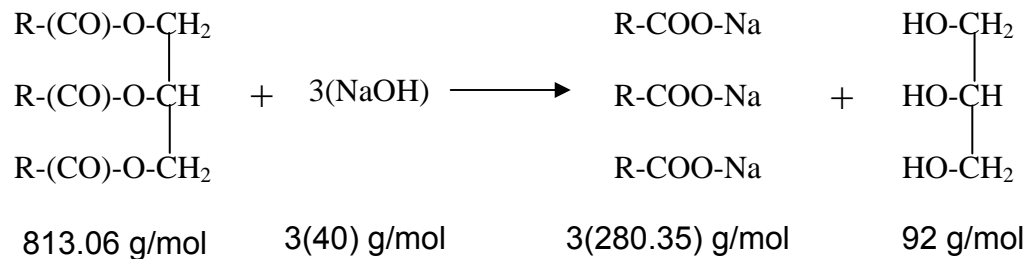


Figura A2. Reacción de hidrólisis básica.

A partir de esta ecuación se puede calcular la cantidad de soda necesaria en la reacción, tanto en peso como en volumen dependiendo de la concentración requerida en el diseño experimental; y el peso teórico del jabón que se produce:

Peso NaOH teórico: 26.56 g

Peso de NaOH con exceso: 37.19 g

Volumen de NaOH 2N: 464.87 ml

Volumen de NaOH 6N: 154.95 ml

Peso teórico del jabón: 186.19 g

Ecuación de la reacción balanceada para la reacción de acidificación

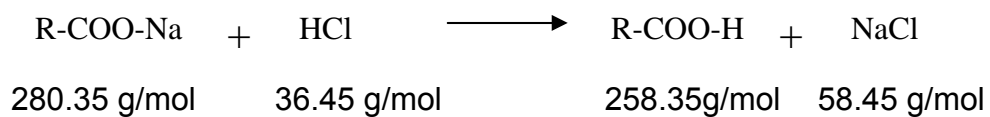


Figura A3. Reacción de acidificación.

A partir de esta ecuación se puede calcular la cantidad de ácido clorhídrico necesario en la reacción con exceso de 10%, tanto en peso como en volumen; y el peso teórico de los ácidos grasos producidos:

Peso HCL teórico: 24.20 g

Peso de HCl con exceso: 26.62 g

Volumen de HCl 2N: 365.16 ml

Peso teórico de los ácidos grasos: 171.58 g

ANEXO D. TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO

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

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

Materiales:

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

Reactivos:

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

Procedimiento:

- Pesar en un Erlenmeyer máximo 1 g de la muestra
- Adicionar de 10 a 15 ml de alcohol neutralizado caliente al Erlenmeyer que contiene la muestra y añadir dos gotas de fenolftaleína. Titular con la solución de Hidróxido de Sodio.
- Calcular el valor ácido por medio de la siguiente expresión:

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

Donde:

N= Normalidad de la solución de Hidróxido de Sodio

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

G= Peso de la muestra (g)

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN (Norma NTC 213)

Materiales:

- Tubos capilares, con pared uniforme y abiertos a los extremos, con diámetro interno de 1,0 mm a 1,2 mm, diámetro externo de 1,3 mm a 1,6 mm, espesor de pared de 0,15 mm a 0,20 mm y una longitud de 50 mm a 60 mm.
- Termómetro con divisiones de 0,1°C y 0,2°C calibrado en el rango de puntos de fusión esperados.
- Baño de enfriamiento u otro medio capaz de mantener la temperatura a -4°C
- Sistema de calentamiento que garantice una rata de temperatura de 0,5°C/min a 4°C/min.

Preparación de la muestra de ensayo:

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

Procedimiento:**Preparación de los tubos capilares para el método A**

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

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

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

Determinación:

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

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

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

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

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

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

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

Expresión de los resultados:

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

**ANEXO E. PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE ACIDOS GRASOS PROVENIENTES DEL ACEITE DE PALMA
AFRICANA**

ACIDOS GRASOS	C12	C14	C16	C18	C18:1	C18:2	Valor Acido (mg KOH/g)	Materia Insaponificable	Índice Yodo	Punto de fusión
Esteárico 98 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	1	0-2	95-100	0-8	-	193-198	1,5	0-2	54-69
Esteárico 95 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	-	3-5	95- 98,5	0-2	-	196-199	-	0-2	66-68
Esteárico 92 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	-	6-8	92-94	0-2	-	188-196	1	1-3	65-66
Esteárico 90 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	-	3-8	90-94	0-1	T	195-202	-	0-2	64,5-69
Esteárico 85 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	T	5-15	85-95	0-2	-	194-205	0,5	0-1	65-69
Esteárico 70 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	1	0-2	25- 32	67-75	T	T	199-207	2	0-1	57-63
Esteárico 65 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	0-2	20- 36	62-66	0-1	-	197-209	1	0-1	57-61
Esteárico 60 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	0-5	27- 35	60-73	0-1	-	200-208	0,5	0-1	56-62
Esteárico 50 % CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	-	2	42- 48	50-56	T	T	204-210	-	0,5	55-57

TABLA A4. Propiedades fisicoquímicas de ácidos grasos provenientes del aceite de palma africana.

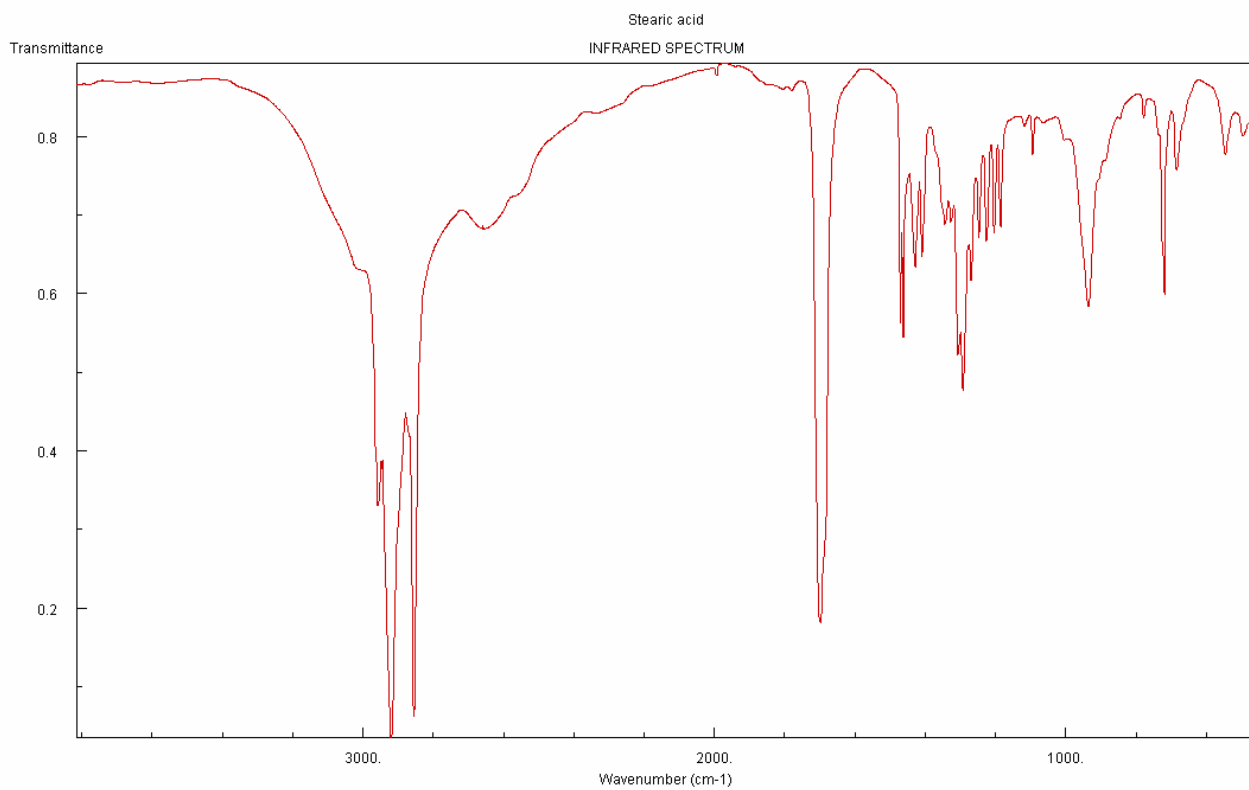
ANEXO F. ESPECTROS INFRARROJOS

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

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

Tabla A5. Características del espectrómetro infrarrojo empleado.

Espectro infrarrojo del ácido esteárico:



NIST JCAMP-DX Viewer

Figura A4. Espectro infrarrojo del ácido esteárico. [14].

Los espectros IR del producto obtenido en este trabajo se presentan a continuación:

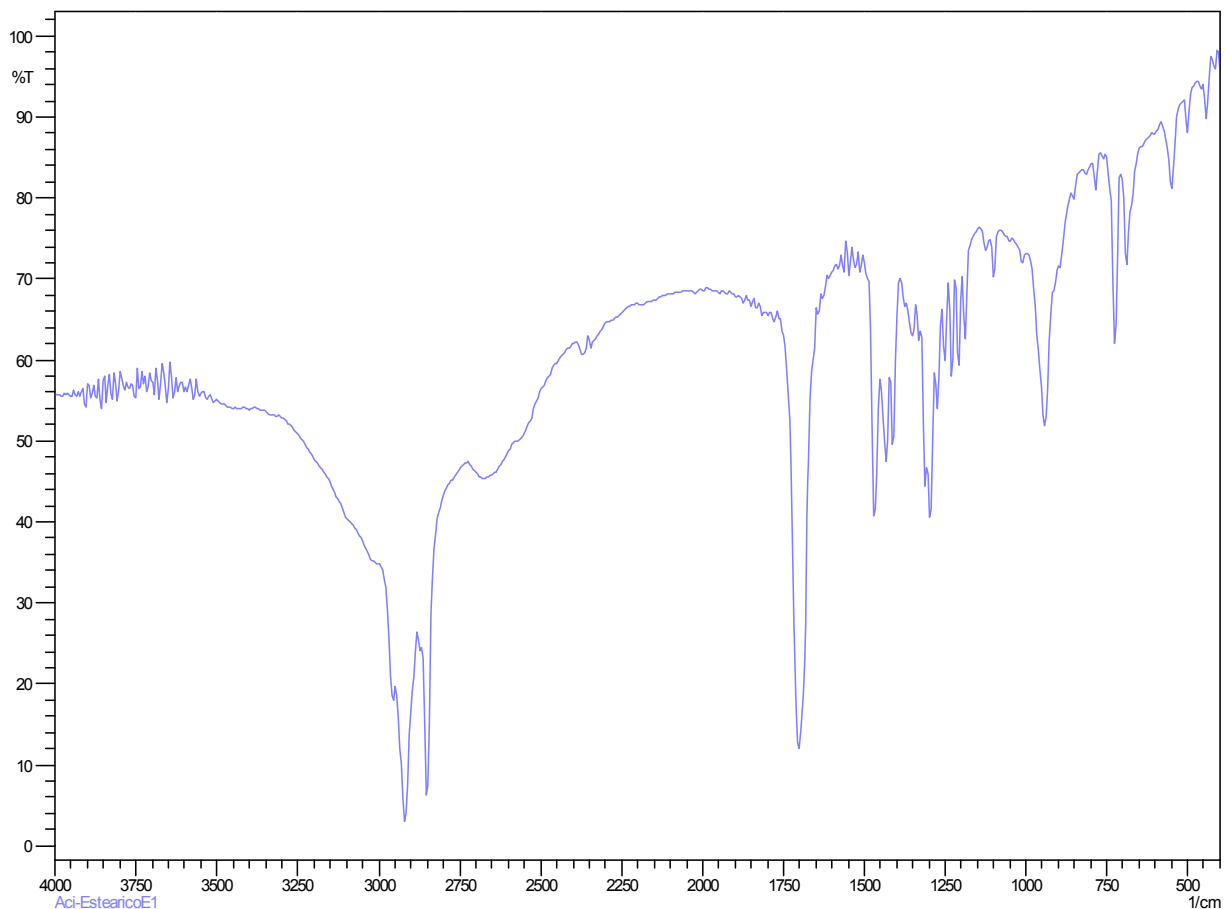


Figura A5. Espectro infrarrojo del ácido esteárico, muestra 1.

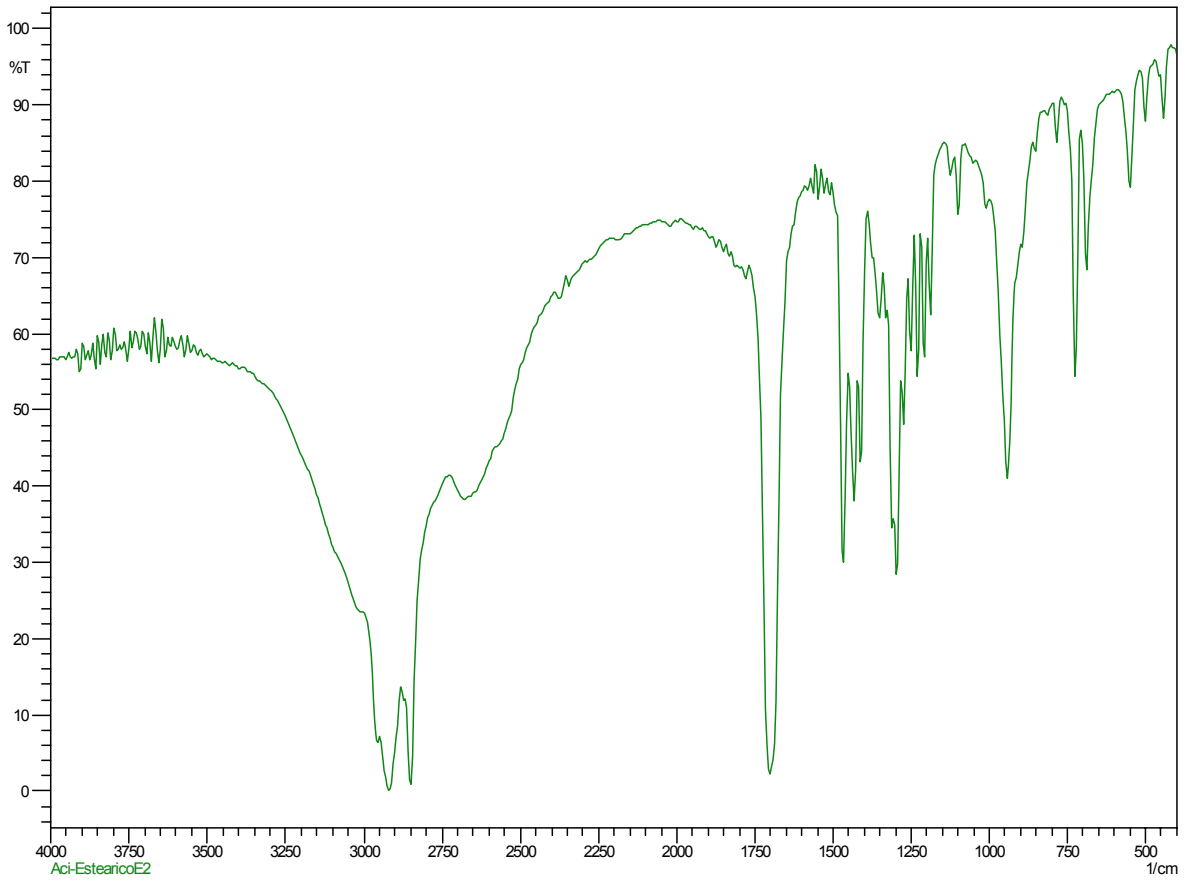


Figura A6. Espectro infrarrojo del ácido esteárico, muestra 2.

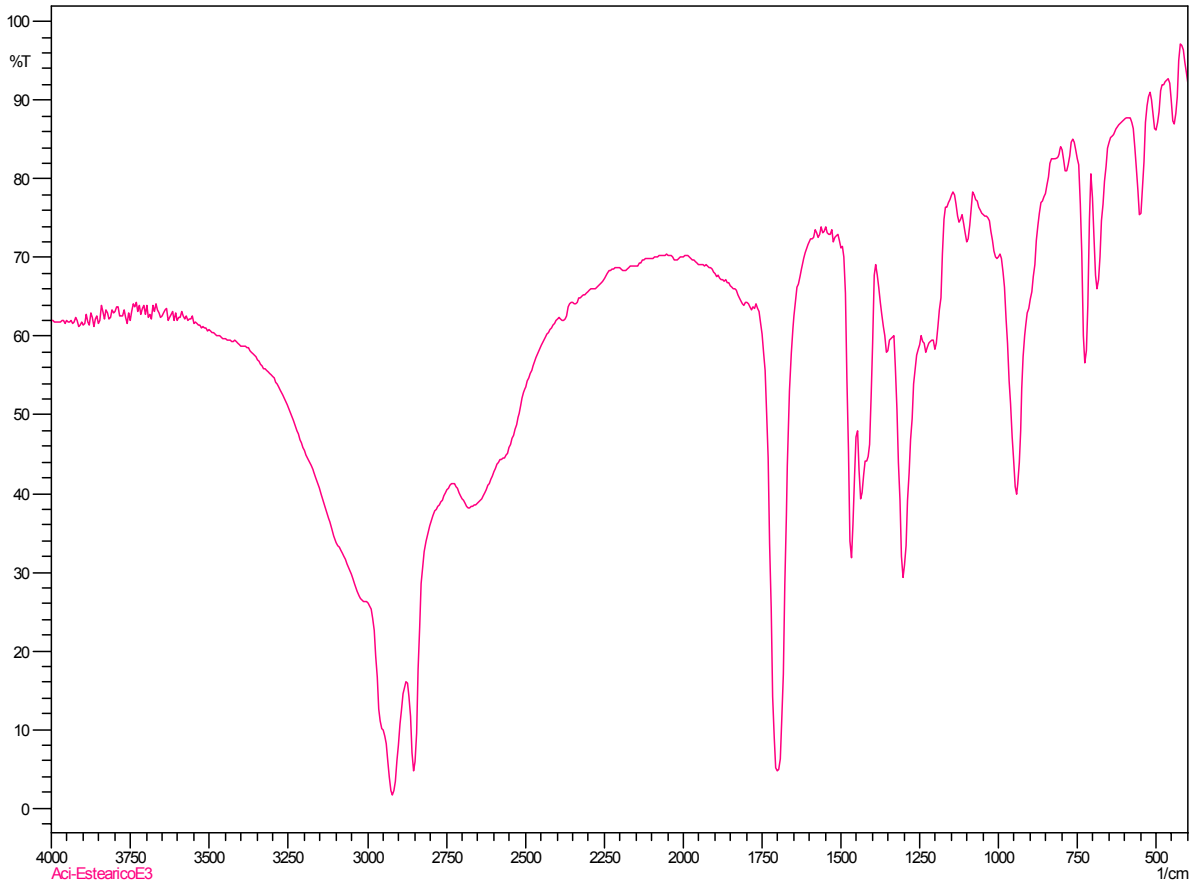


Figura A7. Espectro infrarrojo del acido esteárico, muestra 3.

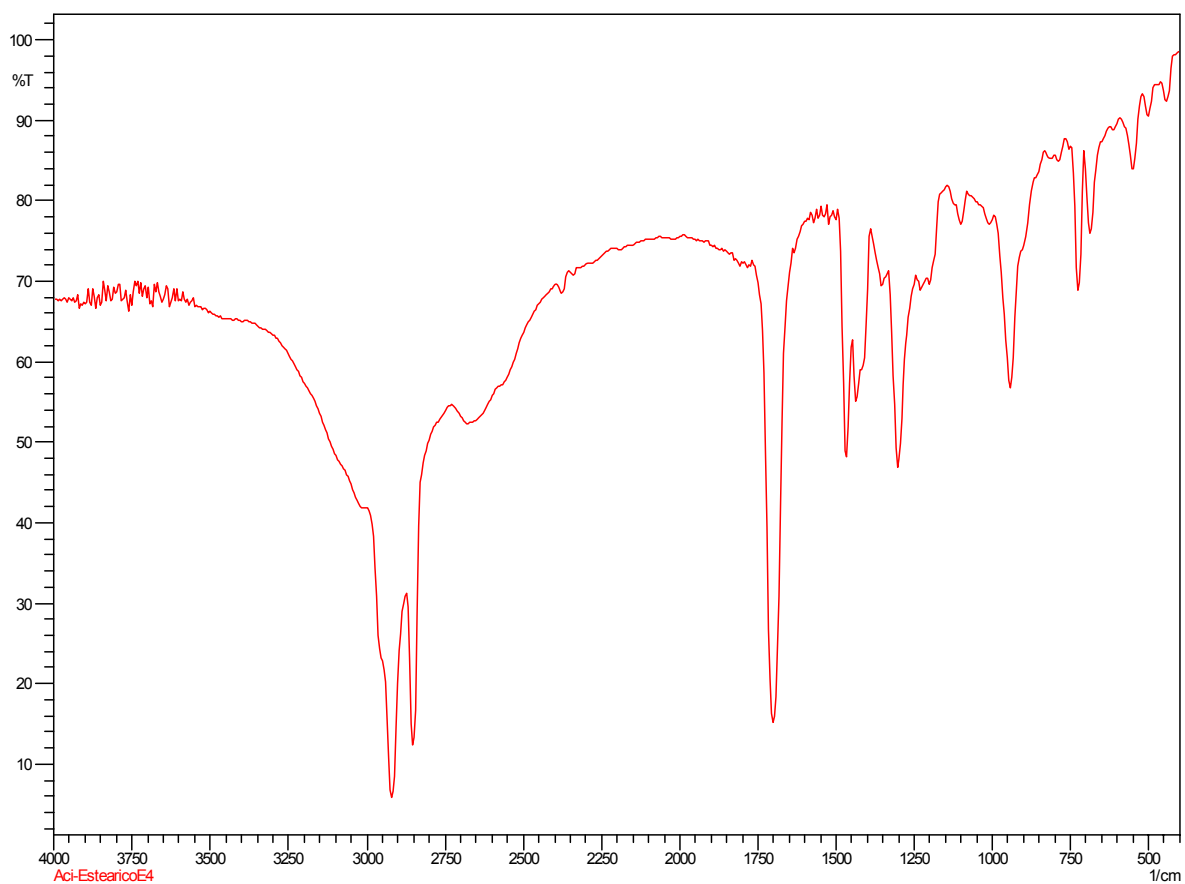


Figura A8. Espectro infrarrojo del acido esteárico, muestra 4.